

Calibration et contrôle du bon fonctionnement des analyseurs de lait

[Calibration and control of the correct functioning of milk analyzers]

Bouslah Faztimar¹ and Sonia Maatoug-Ouzini²

¹Département production végétales et agroalimentaire, Ecole Supérieure d'Agriculture de Mateur, Université de Carthage, Tunisia

²Institut National Agronomique de la Tunisie, Université de Carthage, Tunisia

Copyright © 2026 ISSR Journals. This is an open access article distributed under the ***Creative Commons Attribution License***, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

ABSTRACT: The analysis of milk in Tunisia is limited to two methods of analysis which has caused quality problems for industrial processing. The Department of Genetic Improvement specializing in the field of milk quality has solved the problem of milk quality control by the transformed Fourier spectrometer machine (FTS) and flow cytometry machine (FCM) which are the objective of this study. The work was summarized on the calibration and control of the proper functioning of the milk analyser (FTS / FCM) to have the quality desired for the food industry.

KEYWORDS: milk, quality of milk; Milk analyses, food industry.

RESUME: L'analyse du lait en Tunisie est limitée à deux méthodes d'analyse ce qui a provoqué des problèmes de qualité pour la transformation industrielle. La direction d'amélioration génétique spécialité dans le domaine de qualité du lait a résolu le problème du contrôle de qualité du lait par la machine spectromètre à transformée de fourrier (FTS) et machine à cytométrie de flux (FCM) qui sont l'objectif de cette étude. Le travail s'est résumé sur la calibration et contrôle du bon fonctionnement d'analyseur du lait (FTS/FCM) pour avoir une qualité voulue pour l'industrie alimentaire.

MOTS-CLEFS: lait, qualité de lait, analyses, industrie alimentaire.

1 INTRODUCTION

Dans ce projet qui a eu lieu au sein de laboratoire d'analyse laitier de l'office de l'élevage et des pâturages, que fait la détermination de taux de la Matière Grasse, de Matière Protéique, et d'Urée par l'analyseur automatique à Infra Rouge, Le Spectromètre à Transformée de Fourier de Bentley) FTS (1) et le dénombrement des cellules somatiques par la machine de Bentley à cytométrie de flux (FCM) (2).

Dans un premier lieu, on a fait étudier la composition du lait bovin et les appareils utilisés au laboratoire de Sidi Thabet dans la détermination de la composition physico-chimique du lait ainsi que leurs principes de fonctionnement.

2 METHODOLOGIE

2.1 MATÉRIELS ET MÉTHODE

L'étude les procédures de travail et le mode opératoire au laboratoire de contrôle laitier et les méthodes de contrôle de bon fonctionnement des analyseurs utilisés dans l'analyse du lait.

Pour vérifier la validité de la mode opératoire et des méthodes de contrôle au laboratoire on a fait une recherche sur la procédure de détermination de la matière grasse et de la matière protéique par spectroscopie moyen infrarouge: CNIEL PROC IR 07.

Pour contrôler les appareils d'analyse automatisé du lait on utilise souvent des échantillons à teneurs garantie dont la composition est déterminer par des méthodes manuelles de références, pour cela on a étudié les méthodes des références et on a fait la comparaison entre les méthodes modernes de détermination du taux de matières grasses, matières protéique (Spectrophotométrie Infrarouge) et les méthodes des références (Méthode Gerber pour matière grasse et noire Amido pour protéines) (figures 1 et 2).

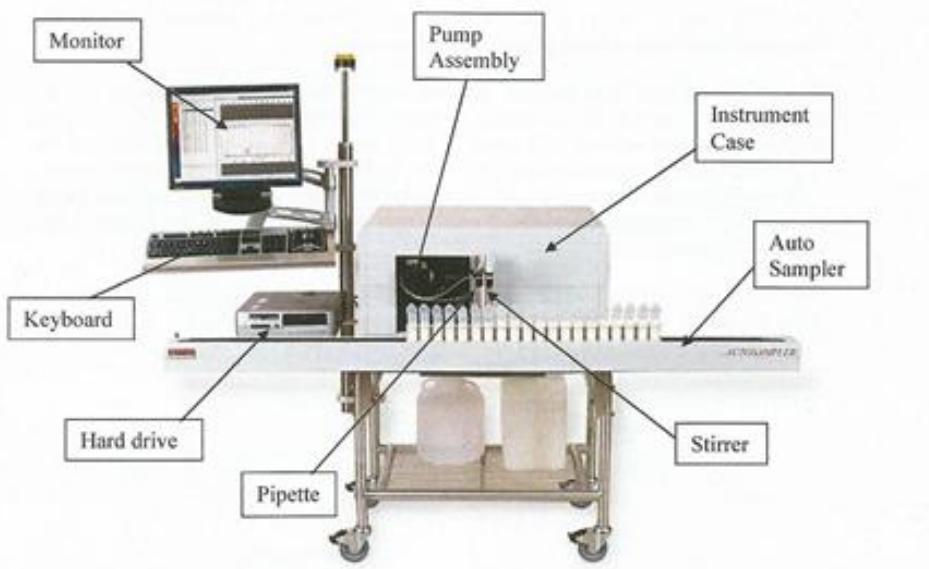
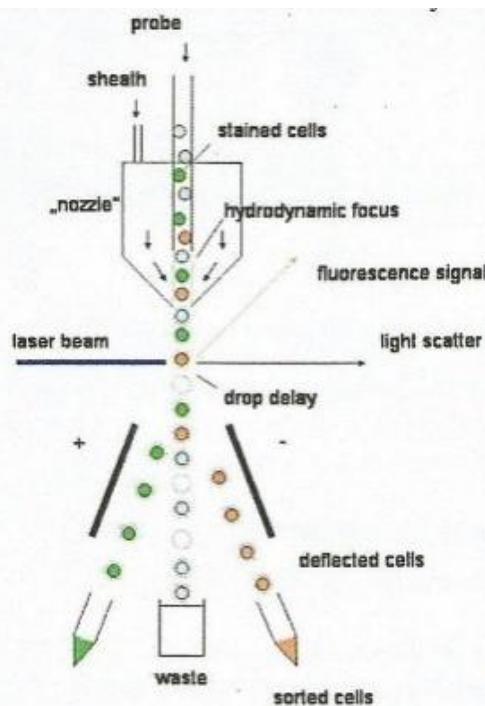


Fig. 1. Analyseur de lait FTS infra rouge



Fig. 2. Schéma count FCM compteur de cellules

Dans un deuxième temps à la partie pratique on a fait les différents tests de contrôle de validité des analyses faite au laboratoire et on a fait la vérification de calibration de l'analyseur FTS pour les deux paramètres Matière Grasse (MG) et Matière Protéique (MP) et la vérification de calibration pour l'analyseur FCM pour le dénombrement des cellules somatiques (figure 3 et 4).



14

Fig. 3. Schéma de principe de cryométrie de flux

La vérification de conformité de la mode opératoire au sein du laboratoire de Sidi Thabet utilisé pour la détermination de taux de MG et MP aux normes internationales CNIEL PROC IR 07. Cette comparaison nous a permis d'identifier certaines non-conformités aux Normes et on a proposé les mesures à prendre pour corriger cette non-conformité.

Ce procédé permet à un flux régulier de l'échantillon de s'écouler à travers le centre de la cellule d'écoulement. Par une méthode synchronisée, les cellules entrent dans le champ d'observation pour la détection et le comptage cellulaire.

La cellule émet une lumière rouge lorsqu'il est exposé à la lumière bleu-vert de laser. Ça génère une impulsion électrique, qui le PMT détecte et compte comme une cellule blanche du sang. Cette information est stockée dans l'ordinateur et peut être consulté pour une analyse ultérieure (figure 4).

LE BUTYROMÈTRE (GERBER)

Le butyromètre est un instrument de mesure utilisé pour déterminer la teneur en matière du lait ou des produits laitiers par la méthode Gerber.

CENTRIFUGEUSE

La centrifugeuse est utilisée pour la séparation des composés du lait en fonction de leur différence de densité en les soumettant à une force centrifuge.

2.2 DOSAGE DE PROTÉINES PAR MÉTHODE NOIRE AMIDO

Les protéines possèdent des groupes amine et carboxyle libres et sont ainsi dans une solution aqueuse selon le pH plus ou moins chargées positivement ou négativement. En milieu alcalin, elles se chargent électro négativement et sous l'influence d'un champ électrique migrent selon le nombre de leurs chargements plus ou moins vite vers l'anode. La vitesse de migration différente de chaque composant protéique permet la séparation du mélange sérum-protéines (tableau 1).

Tableau 1. Comparaison entre l'ancienne méthode manuelle et la nouvelle méthode automatique pour analyser

	Méthode Gerber et Noir Amido	Méthode FTS/FCM
Cadence des analyses	Un échantillon par 3 heures	500 échantillons par heure
Précision d'estimation	Taux d'erreur est faible	Taux d'erreur parfois considérable
Stabilité	Stable au cours de temps et ne nécessite aucun réglage supplémentaire	Précision très sensible aux différents facteurs extérieurs
Sécurité de l'opérateur	Parfois dangereuse	Méthode beaucoup plus sécurisé
Cout d'investissement	Cout réduit des opérations de maintenance et de réparation	Cout chère des interventions de réparation.
Simplicité de l'analyse	Compliqué et fastidieux	Simple
Le dénombrement des cellules somatiques	Pas d'analyse de cellule	Il y a analyse de cellule

LES TESTS DE CONTRÔLE SELON LES NORMES CNIEL PROC IR 07

- ✓ Mise à zéro: chaque jour d'analyse $> 0.01\%$.
- ✓ Vérification du lait de contrôle (Stabilité d'un jour à l'autre): $T_m - T_c \leq \pm 0.20\text{g/l}$.
- ✓ REPETABILITE: chaque jour d'analyse $S_r < 0.14\text{g/l}$.
- ✓ Reproductibilité intra-laboratoire: une fois par jour: $d \leq \pm 0.20\text{g/l}$.
- ✓ Température des échantillons au moment de l'analyse ($37^\circ\text{C} - 42^\circ\text{C}$).
- ✓ Stabilité au cours de la journée d'analyse: $E_l \leq 0.5\text{g/l}$.
- ✓ Surveillance de l'évolution du biais moyen en fonction des laits:

$$MG \leq \pm 0.70\text{g/l}; MP \leq \pm 0.50\text{g/l}.$$

Traçage mensuelle: $T_c \leq \pm 1\%$ pour MG et MP et 2% pour les cellules

Tableau 2. Contrôle de bon fonctionnement Le test de zéro interne et externe pour FTS

Numéro	MG	MP	Lactose	Urée
CV%	0.00%	0.00%	0.00%	

Mg: matière grasse

MP: matière protéinée

Vm: valeur mesurée

Vref: valeur de référence

CV% < 0.01% donc le test de zéro interne est conforme

On a fait l'analyse de l'eau 10 fois et on a trouvé:

Moyen = $0.00 < \text{limite d'acceptabilité} = 0.01 \%$

Erreur = $0.00\% < \text{Limite d'erreur} = 0.04 \%$

Test de Zéro externe est accepté, tableau 2

2.3 VÉRIFICATION DE L'HOMOGÉNÉITÉ DU LAIT DE CONTRÔLE POUR MG

On a préparé les échantillons de contrôle à partir de 5 litres du lait d'une ferme voisin

On a analysé ces 20 échantillons pour deux fois successives et après calcul des moyennes des écarts on a trouvé les résultats suivants tableau 3.

Tableau 3. Vérification de l'homogénéité du lait de contrôle pour Matière grasse (MG)

Moyenne	34.83 g/l	Normes	Conclusion
Amplitude	0.24	<0.30	Conforme
Ecart type Sr	0.09	<0.14	Conforme

Amplitude = Valeur Max – Valeur min

Ecart type = Racine (\sum écart²) /40

Donc, le lait de contrôle est homogène et prêt à être utilisé pour déterminer les valeurs de référence du lait de contrôle.

Après deux analyses successives du lait de contrôle, les valeurs de référence des paramètres MG, MP, urée et cellules somatiques ont été définies (tableau 3).

Les résultats des pourcentages de MG et MP, ainsi que de l'urée et des cellules somatiques, obtenus après le contrôle de l'appareil lors du premier jour d'analyse, sont présentés dans le tableau 4.

Tableau 4. Le contrôle de stabilité de l'appareil du premier jour

	MG %	MP %	Urée (g/dl)	Cellules/ml
Moy 1er passage	3.59	3.08	5.97	970
Moy 2ème passage	3.59	3.09	5.65	971
Moyenne (Valeurs de référence)	3.59	3.09	5.81	970

Résultats du pourcentage de MG et MP ainsi que l'urée et les cellules après le contrôle de l'appareil du dernier jour d'analyse (tableau 5).

Tableau 5. Le contrôle de stabilité de l'appareil du dernier jour

	MG	MP	Urée	Cellules
Valeur mesurée (Vm)	3.58	3.08	5.83	948
Valeure de référence (Vref)	3.59	3.09	5.81	970
Vm-Vref	-0.01<±0.05	-0.01<±0.05	0.02<1	-22<±50
Conclusion	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme

Tableau 6. Contrôle de répétabilité pour Cellules somatiques

Moyenne	Norme
N	20
Ecart type Sr	20.2
Ecart type résiduel Sr%	2.0 %
Objectif	Sr%<6% Conforme

Les résultats de conformité de la répétabilité pour Cellules somatiques résulte de la conformité de du valeur Ecart type résiduel Sr% de qui est 2% inférieure au norme 6% de l'appareil pour avoir des résultats avec une erreur faible (tableau 6).

Tableau 7. Exemple de contrôle journalière Cel 0 et Cel T

Measures	Cel 0	Cel T
1	0	501
2	0	478
3	0	488
4	0	455
5	0	508
Moyne	0	486
Reference	0	484

Moyen Cel 0 = 0 <10; Test conforme

D% = ((Moy-Réf) / Réf) *100 = 0.41 % < 5% Test conforme pour Cel T

Test de traçage

Objectif: Tc < $\pm 1\%$ pour MG, MP et urée

Tc < $\pm 2\%$ pour cellules somatiques

3 RESULTATS

Les résultats obtenus par vérification de calibration de FTS pour

MG \rightarrow Tc = 0.65% <1%; Pas de contamination

MP \rightarrow Tc = 0.98% < 1%; Pas de contamination

Urée \rightarrow Tc = 0.00 <1%; Pas de contamination

Cellules \rightarrow Tc = 0.35% <2 pas de contamination

Les valeurs du tableau 7 et figure 4 montre que l'ancienne calibration est bonne donc on n'a pas besoin d'effectuer une nouvelle calibration \rightarrow On garde l'ancienne

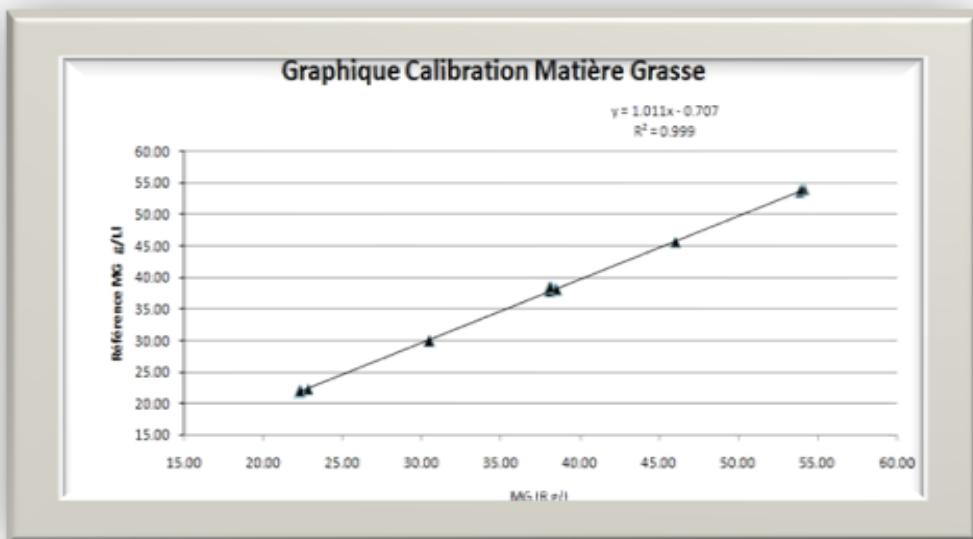


Fig. 4. Calibration MG

La courbe de calibration de matière grasse du lait analysée avec mode opératoire au laboratoire est bien ajusté est significatif avec un coefficient de régression intéressant 99%.

Tableau 8. Vérification de calibration de FTS pour MG

	Résultats	Normes
Ecart type de répétabilité Sr	0.057	$\leq 0.14\text{g/l}$
Ecart type résiduel $S_{y,x}$ de la régression	0.225	$\leq 0.25\text{g/l}$
b pente	1.010	$0.98 \leq b \leq 1.02$
a : ordonnée à l'origine	-0.71	

Puisque tous les résultats de la vérification de calibration de FTS pour MG sont inférieurs aux normes donc on garde la calibration précédente et n'a pas besoin d'effectuer une nouvelle calibration du tableau 8.

Tableau 9. Vérification de calibration de FTS pour MP

	Résultat	Normes
Ecart type de répétabilité Sr	0.057	≤0.14g/l
Ecart type résiduel Sy,x de la régression	0.160	≤0.15g/l
b pente	1.025	0.98≤b≤1.02
a : ordonnée à l'origine	-0.50	

Les résultats de conformité de la répétabilité pour Cellules somatiques résulte de la conformité de du valeur Ecart type résiduel Sr% de qui est 0,160 % supérieure au norme i0,15% de l'appareil pour avoir des résultats avec une erreur importante On peut dire que la **Calibration est non valide** (tableau 9).

4 SOLUTIONS

On a validé les valeurs de référence sur l'appareil à l'aide de fenêtre suivante :

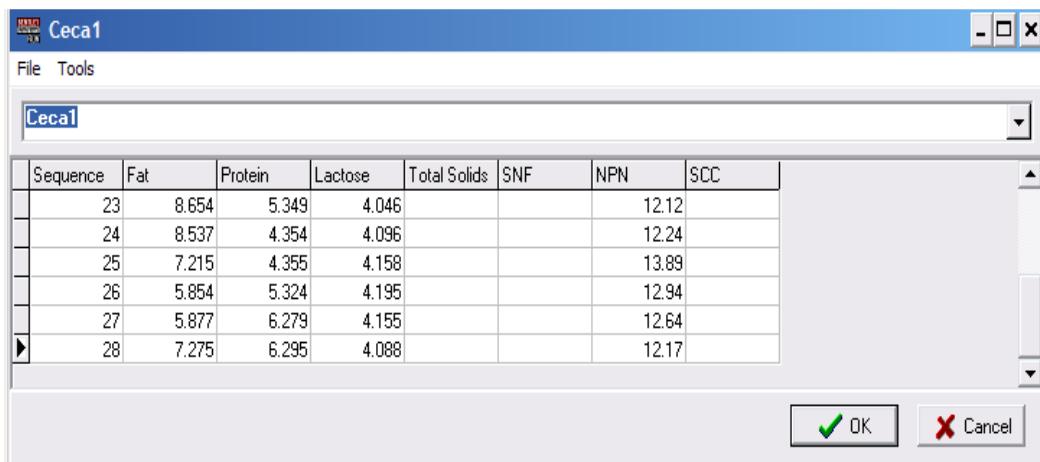


Fig. 5. Schéma résultats de calibration de l'analyseur par les valeurs des références

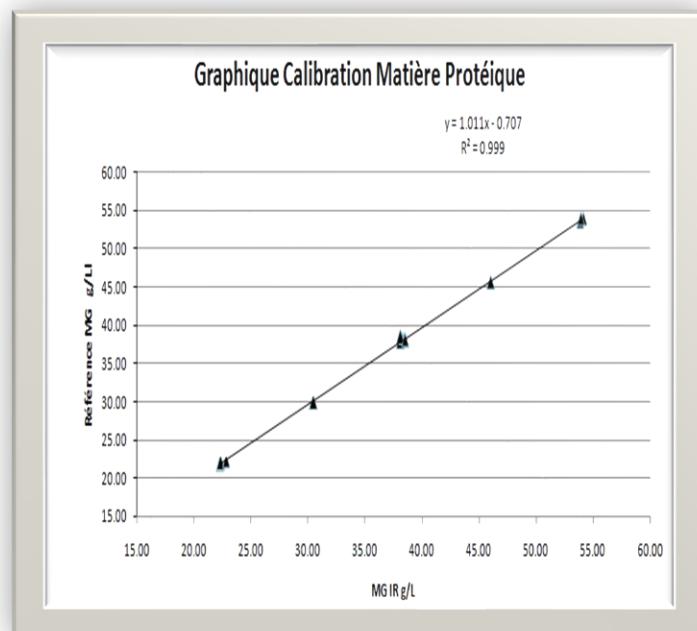


Fig. 6. Schéma calibration de FTS pour MP

La courbe de calibration de matière protéique du lait analysée est bien ajusté est significatif après d'analyse selon les Normes **Cniel Proc IR 07** avec un coefficient de régression intéressant 99% (figure 5 et 6).

On a fait recalculer de nouveau les résultats des analyses des échantillons de la gamme de calibration et on a trouvé le tableau 10 suivant :

Tableau 10. Exemple d'analyse de lait d'une ferme à contrôler

N° D'échantillons	MG (%)	MP (%)	Nombre des cellules /ml *103	Urée (Mg/dl)
1	2.25	2.58	652	6.88
2	2.61	2.4	360	14.21
3	2.82	3.33	1424	4.98
4	3	3.07	1918	7.39
5	2.36	2.75	1788	6.55
6	2.38	2.65	376	5.52
7	3.68	3.43	9999	7.12
Moyenne	2.73	2.89	2359	7.52

Comparaison entre la procédure d'analyse selon les Normes **Cniel Proc IR 07** et le mode opératoire au laboratoire.

On constate les résultats suivants:

- Température des échantillons au moment de l'analyse ➔ Bien respecté
- Mise à zéro ➔ Bien respecté
- Vérification de lait de contrôle (Stabilité d'un jour à l'autre) ➔ bien respecté
- Contrôle de répétabilité ➔ Bien respecté
- Reproductibilité Intra-laboratoire ➔ Non respecté
- Stabilité en cours de la journée de l'analyse ➔ Bien respecté
- Surveillance de l'évolution de biais moyen en fonction de laits ➔ Non respecté
- Le test de Traçage ➔ Bien respecté
- Vérification de l'étalonnage ➔ Bien respecté
- Vérification d'homogénéité du lot d'échantillons de lait de contrôle ➔ Bien respecté

La valorisation du lait pour la transformation en agroalimentaire nécessite une analyse correcte surtout le taux de matières grasses et protéique c'est dans ce but qu'il faut opter à analyser le lait selon la norme **Cniel Proc IR 07**.

5 CONCLUSION

L'adaptation de la machine spectromètre a transformé de fourrier (FCM) et la machine à cyrtométrie de flux (FCM) qui ont donné des performances en comparant par la méthode manuelle. Surveillance de l'évolution de biais moyen en fonction de lait, Le test de traçage, vérification de l'étalonnage et Vérification d'homogénéité du lot d'échantillons de lait de contrôle sont tous respectées.

REFERENCES

- [1] AOAC International Official Methods of Analysis (17th), AOAC International, Arlington, VA (2000).
- [2] M.B. Hall Determination of starch, including malt oligosaccharides, in animal feeds: Comparison of methods and a method recommended for AOAC collaborative study J. AOAC Int., 92 (2009), pp. 42-49.
- [3] J. Pantoja, J.L. Firkins, M.L. Eastridge, B.L. Hull Effects of fat saturation and source of fiber on site of nutrient digestion and milk production by lactating dairy cows J. Dairy Sci., 77 (1994), pp. 2341-2356.
- [4] P.S. Sukhija, D.L. Palmquist Rapid method for determination of total fatty acid content and composition of feedstuffs and eces J. Agric. Food Chem., 36 (1988), pp. 1202-1206.
- [5] www.bentleyinstruments.