

Echantillonnage du lait et des produits laitiers¹

T. BERGER et R. BADERTSCHER, Agroscope Liebefeld-Posieux ALP, Schwarzenburgstrasse 161, CH-3003 Berne

 E-mail: thomas.berger@alp.admin.ch
Tél. (+41) 31 32 38 126.

Résumé

Tout échantillonnage doit être basé sur un questionnement analytique clair avec une planification détaillée, statistiquement consolidée et intégrée dans un système d'assurance qualité. Le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers est très bien décrit dans les documents officiels et les normes internationales. Les lignes directrices de l'ISO 707 | IDF 50 sont d'une importance primordiale en la matière. Les travaux relatifs à l'évaluation de l'incertitude de l'échantillonnage sont rares.

Processus d'échantillonnage et mesure

En règle générale, lors d'un échantillonnage, on se procure une quantité d'échantillons nécessaire aux analyses prévues qui soit représentative de l'objet à analyser. Représentatif signifie ici que l'échantillon doit présenter un maximum de similitudes avec l'ensemble de l'unité à analyser.

La problématique du processus d'échantillonnage et de mesure revêt une importance décisive. L'échantillonnage ne doit être abordé qu'avec une définition du problème dépourvue d'ambiguïté (lire l'encadré) et un questionnement analytique clair. Il s'agit d'abord d'établir pour quels paramètres les énoncés

Introduction

Les progrès enregistrés au niveau des analyses instrumentales ont permis d'abaisser continuellement la limite de détection et d'améliorer la précision. Ces éléments, combinés à une batterie de *Proficiency Testings* (tests de comparaison) et de matériaux de référence, devraient conduire à des résultats analytiques fiables, traçables et très précis.

Malgré cela, on observe souvent de grandes différences entre les résultats des différents laboratoires ou des écarts par rapport aux valeurs des matériaux de référence. Avec l'introduction de l'assurance qualité dans les années 90 et l'accréditation des laboratoires, la validation des méthodes d'analyse, la surveillance des appareils d'analyse et la vérification des résultats ont été systématisées.

Les processus souvent très complexes, du prélèvement sur place jusqu'à l'analyse de l'échantillon en laboratoire, ne sont la plupart du temps pas connus; les connaissances nécessaires des facteurs et de leur impact sur l'échantillon

ainsi que sur les paramètres ou indicateurs de qualité à analyser font également défaut. Il a été prouvé que le processus d'échantillonnage est souvent sous-estimé et représente même la plus grande source d'erreurs dans certains cas.

Définitions

Caractéristique: propriété d'un paramètre à déterminer sur un échantillon.

Echantillon pour laboratoire: échantillon préparé pour être envoyé au laboratoire et destiné aux essais de contrôle dans les conditions décrites au sein de l'ISO 707 | IDF 50.

Prise d'essai: partie de l'échantillon pour laboratoire préparé pour l'essai, obtenue en retirant les parties qui faussent le résultat de l'essai, en prélevant de manière aseptique des parties ou en râpant l'échantillon par exemple.

Echantillonnage: l'énoncé est valable pour l'ensemble du lot ou de l'unité de base, le plan d'échantillonnage statistique est existant.

Prélèvement de l'échantillon: l'énoncé est uniquement valable pour l'élément analysé ou l'échantillon, pas de plan d'échantillonnage existant.

Le choix des termes est basé sur l'ISO 707 | IDF 50, les publications et les traductions de LEO (Web, Techn. Uni München, lien: <http://www.leo.org/> [07.10.2005]).

¹Traduction de l'article «*Probenahme bei Milch und Milchprodukten*», paru dans *Agrarforschung* 13 (1), 28-33, 2006.

sont valables et quelles conditions-cadres légales doivent être prises en considération. En outre, il faut clarifier si le paramètre ou l'indicateur de qualité à analyser est réparti de manière homogène dans l'échantillon, quelle est sa concentration, s'il est stable et quelle est sa durée de conservation. Il s'agit également de se demander si l'on dispose de suffisamment d'échantillons pour les analyses prévues et si des indications sur les résultats existent.

Planification de l'échantillonnage

Une planification de l'échantillonnage (fig.1) détaillée est nécessaire de façon à déboucher sur des résultats reproductibles quantitativement comparables. Cette planification doit tenir compte des éléments suivants:

- Conditions: instructions écrites standardisées relatives à l'échantillonnage et/ou références à des directives et des recommandations publiées officielles
- Préparation: design de l'échantillonnage du point de vue statistique, plan d'échantillonnage écrit spécifique
- Description de l'échantillon et de l'endroit où il est prélevé, subdivisions nécessaires, nombre suffisant d'échantillons individuels, géométries à prendre en considération, heure, lieu, dimension, température, humidité de l'air et autres caractéristiques concernant l'endroit du prélèvement, mesures prises pour protéger l'échantillonneur



Fig. 2. Brassage manuel dans le camion-citerne. (Photo: Zolltechnische Prüfungs- und Lehranstalt München; M. Pabst: Probenahme bei Milcherzeugnissen – Schulungsunterlagen, 2004.)

- Matériel: appareils, récipients, étiquettes
- Transport et stockage: mesures prises pour protéger l'échantillon (celui-ci ne doit pas être modifié par la technique d'échantillonnage eu égard aux paramètres à analyser), température, durée, emballage, préparation
- Enregistrement: résultats de l'échantillonnage, composition et état de l'échantillon, réserves et dérogations éventuelles par rapport aux prescriptions et au plan d'échantillonnage, événements particuliers survenus au cours de l'échantillonnage, transport.

Mesures à prendre

Les mesures à prendre lors de la planification sont différentes si un des composants principaux telle que la matière grasse dans le fromage fondu ou un résidu telle que l'aflatoxine M1 dans le lait sont à déterminer. Love (2002) indique que l'incertitude au niveau de l'échantillonnage peut se situer entre 50 et 1000%. Le moment où s'effectue le prélèvement des échantillons peut se révéler déterminant. La durée de conservation des aliments est limitée. Si l'on souhaite donc évaluer la fraîcheur et l'aptitude à la consommation, il faut analyser l'échantillon sur-le-champ ou au plus tard à l'expiration de la date limite de consommation.

Selon la demande, il faut procéder à d'autres clarifications spécifiques ou prendre des mesures spéciales. Les indications préliminaires peuvent être

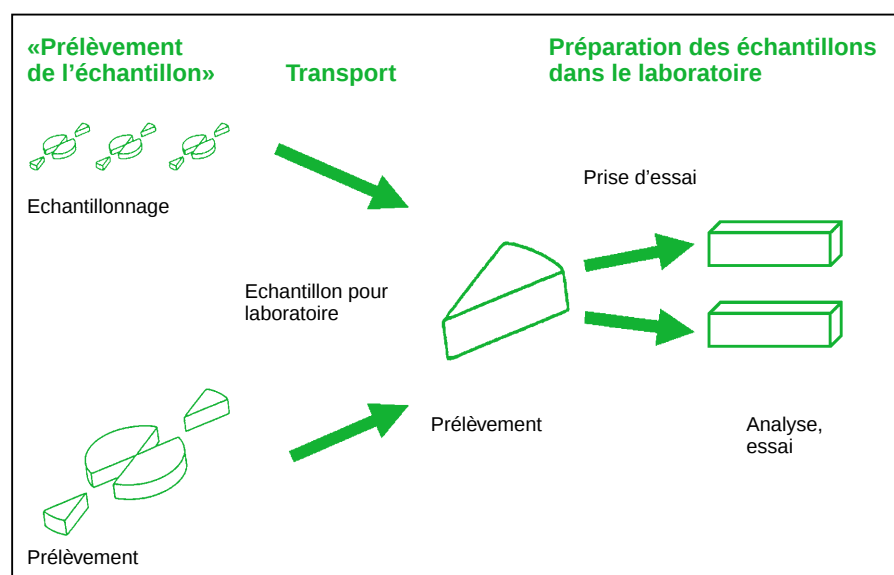


Fig. 1. Schéma du processus d'échantillonnage.

définies dans des procédures propres à l'entreprise, dans des directives officielles, des plans d'échantillonnage nationaux (Danuser *et al.*, 2005), des instructions ou des normes. Il faut aussi vérifier si la personne chargée de l'échantillonnage a été formée ou est un représentant des autorités dans le cas où l'échantillonnage doit être juridiquement conforme (fig. 2).

Réflexions d'ordre statistique

Etant donné que l'analyse de lait et de produits laitiers va souvent de pair avec une destruction de l'échantillon et qu'elle constitue un facteur de coût, il n'est pas possible ni judicieux de tester tous les produits. On prélève plutôt des échantillons au hasard qui sont ensuite analysés. Ce faisant, il existe un certain risque qu'un produit soit mal évalué à tort. C'est la raison pour laquelle, pour chaque prélèvement, le choix du nombre et de la quantité d'échantillons statistiquement évalués est très important. Ce choix dépend entre autres de la répartition et de la concentration du paramètre ou de l'indicateur de qualité à analyser dans l'échantillon et requiert des connaissances correspondantes. En outre, il faut déterminer à combien doit s'élever l'incertitude restante.

Pour le domaine du lait et des produits laitiers, la norme ISO 22110 | IDF 207 (Anonyme, 2005b) propose des recommandations au sujet du choix de plans d'échantillonnage au hasard pour l'inspection d'un lot. Les plans d'échantillonnage qui en résultent sont destinés aux acheteurs qui décident si le lot doit être accepté ou refusé.

Contrairement à l'analyse des variables (comparaison de valeurs de mesure), celle des attributs permet de tester des caractéristiques qualitatives comme par exemple la présence ou l'absence de germes ou d'une couleur. D'autres distributions statistiques sont à la base de l'analyse des attributs. L'Union européenne a également repris ces analyses d'attributs dans ses bases légales en tant que plan à trois classes dans la Directive 92/46/CEE et qui figurent désormais aussi dans l'ébauche de réglementation de critères microbiologiques pour les denrées alimentaires (Anonyme, 2005a).

Des réflexions d'ordre statistique peuvent aussi s'appuyer sur des évaluations des risques (*Risk Assessments*) et engendrer des plans d'échantillonnage pour des pays et des régions (Roth et Renz, 2005; Breidenbach *et al.*, 2001).

Assurance qualité

Le principal objectif de l'assurance qualité lors de l'échantillonnage est de garantir que les échantillons soient bien représentatifs. L'échantillonnage représente la première étape de l'ensemble de la chaîne de mesure analytique et doit par conséquent être intégré suffisamment tôt dans les réflexions relatives à l'assurance qualité. On doit pouvoir disposer de processus validés, datés et visés, d'enregistrements et de réglementations des compétences afin de pouvoir garantir une traçabilité et une reproductibilité des résultats. Pour l'échantillonnage, on utilise du personnel qualifié et certifié. Une copie des enregistrements est remise au laboratoire avec l'échantillon.

L'importance de l'échantillonnage est de plus en plus reconnue parmi les spécialistes, raison pour laquelle on l'a intégré dans l'accréditation et on réfléchit à son application (Leroux, 2005). Les prescriptions actuelles n'autorisent pas l'accréditation d'organismes qui prélèvent uniquement des échantillons, par ex. les détenteurs de véhicules pour l'échantillonnage automatisé du lait cru. La norme SN EN ISO/IEC 17025 utilisée (Anonyme, 2000) est axée avant tout sur les activités d'essais et de calibrage. Si le laboratoire d'essai prélève lui-même des échantillons (paragraphe 5.7 échantillonnage), un plan d'échantillonnage, ainsi que des directives concernant le mode opératoire pour l'échantillonnage, du personnel compétent, des enregistrements et des audits sur place sont requis. Cependant, la norme n'est pas suffisamment claire par rapport à la distinction faite entre les différentes étapes du processus. Elle ne différencie pas entre échantillonnage (*primary sampling, Probenahme*) et prélèvement (*secondary sampling, Probeentnahme*) comme Leroux (2005) l'indique de manière détaillée. Dans la version originale en anglais, on utilise le terme *sampling*, la version française de la norme parle avec ambiguïté d'échantillonnage et dans la version allemande, *sampling* a été traduit par *Probenahme*.

Proficiency Testing et incertitude d'échantillonnage

Un urgent besoin d'informations existe au niveau de la détermination de l'incertitude d'échantillonnage. Wunderli (2003) souligne, dans sa réponse à Love (2002), que les processus d'échantillonnage et de mesure doivent être réalisés séparément et que des calculs d'in-

certitude doivent être effectués pour les deux. Toutefois, les limites sont difficiles à fixer dans ce contexte. Cependant, étant donné qu'une mesure peut être clairement décrite par le biais d'une équation, les facteurs d'incertitude de toutes les étapes de l'échantillonnage situées en amont doivent être décrits séparément. Cette tâche doit être partagée entre les laboratoires, les échantillonneurs et les organismes qui élaborent les plans d'échantillonnage.

Stoeppeler (1994) cite une des seules études existantes portant sur l'échantillonnage de sol contaminé et dans laquelle l'échantillonnage a été analysé au travers du *Proficiency Testing*. Neuf différents échantillonneurs ont rassemblé des échantillons de sol sur une surface déterminée afin d'évaluer sa teneur moyenne en plomb et en cadmium. A cet effet, ils ont utilisé des méthodes d'échantillonnage propres, ont analysé leurs échantillons et transmis leurs résultats à l'organisateur du test. L'écart de mesure a été estimé en analysant parallèlement un matériau de référence adapté à la matrice. L'étude a prouvé la faisabilité de tels *Proficiency Testings* et a montré que des différences peuvent représenter des sources principales d'erreur pouvant atteindre un facteur 2,5 lors de l'évaluation du sol contaminé.

L'utilisation d'échantillons mélangés a diminué l'incertitude élargie d'un résultat d'un facteur 2, ce qui correspond à peu près à la théorie selon laquelle la quantité d'échantillon est inversement proportionnelle à la variance de l'échantillon, respectivement à la racine carrée de l'incertitude (Ramsey, 2002). Thompson (1998) décrit les bases pour la détermination de l'incertitude d'échantillonnage lors d'analyses chimiques et Love (2002) cite trois sources pour l'incertitude d'échantillonnage: l'hétérogénéité de l'échantillon, sa dimension et le mode d'échantillonnage. Ce n'est qu'une fois que l'on connaît l'incertitude d'échantillonnage et son impact sur l'incertitude globale du résultat de l'échantillon que l'on peut se prononcer sérieusement sur l'adéquation du mode d'échantillonnage.

Recommandations d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers

La norme ISO 707 : 1997 / IDF 50 C : 1995 «Lait et produits laitiers – Lignes directrices pour l'échantillonnage» est en révision depuis quelques années en raison de questions relatives à la pré-

paration d'échantillons de fromages s'effectuant différemment selon les habitudes de consommation. L'ébauche actuelle de la norme révisée (Anonyme, 2004) est divisée en quelques chapitres généraux plus courts et décrit de manière détaillée les techniques d'échantillonnage spécifiques aux produits et se termine par quelques annexes techniques.

La norme est souvent prescrite et elle possède un caractère obligatoire dans les documents officiels et de droit privé. On oublie alors souvent qu'il ne s'agit en l'occurrence «que» d'un guide qui ne couvre pas toutes les situations et tous les besoins. C'est pourquoi il est impératif de fixer par écrit des exigences supplémentaires relatives par exemple à la quantité, aux températures et aux techniques d'échantillonnage. La norme exclut de manière explicite l'échantillonnage relatif à la qualité du lait et aux essais de productivité.

Appareils et récipients

L'utilisation de matériel approprié qui ne contamine pas l'échantillon constitue une condition impérative pour les appareils et récipients d'échantillonnage. Les appareils ne doivent pas modifier les propriétés de l'échantillon par rapport aux analyses. La contamination des appareils et récipients et l'adsorption des paramètres à déterminer de l'échantillon sur la surface de ces appareils sont à éviter. Si l'on doit analyser des paramètres microbiologiques, les appareils doivent être stériles.

Technique d'échantillonnage et conservation

Il est important pour la technique d'échantillonnage que l'échantillon soit représentatif, que les échantillons microbiologiques soient prélevés en premier et que les échantillons pour les analyses sensorielles ne soient pas altérés par la stérilisation des appareils. La technique d'échantillonnage et la quantité d'échantillons doivent être adaptées au genre de produit et aux paramètres à analyser. Il faut augmenter la quantité d'échantillons s'il est constitué de morceaux relativement gros. Les récipients qui contiennent les échantillons doivent être immédiatement fermés. Pour les petits emballages commerciaux, l'échantillon est constitué de plusieurs emballages fermés. Il faut éventuellement prélever un échantillon supplémentaire pour le contrôle de la température pen-

dant le transport. Il est possible de conserver les échantillons si cela a été convenu avec le laboratoire et si cela n'a pas d'impact sur le paramètre à analyser ou s'il est possible de corriger la valeur en conséquence.

Transport et stockage

Lors du transport, il faut faire attention à ce que ce dernier se déroule rapidement (au maximum 24 heures) et qu'il n'y ait que des stockages intermédiaires de courte durée. A cette occasion, l'échantillon ne doit pas se modifier et il faut éventuellement prendre des mesures afin d'éviter des odeurs étrangères, un rayonnement solaire direct et d'autres facteurs d'influence. Il s'agit également de respecter la chaîne du froid et il faut rapidement mesurer l'échantillon après sa préparation.

Produits laitiers liquides

Les produits laitiers liquides peuvent provenir d'emballages pour les consommateurs, de seaux, de boilles, de citernes, de conteneurs, de camions-citernes et de wagons-citernes. Pour les échantillons de lait, il est important de bien mélanger l'unité à analyser et il faut utiliser des brasseurs ou des louches adéquates (fig. 3). Cela est également

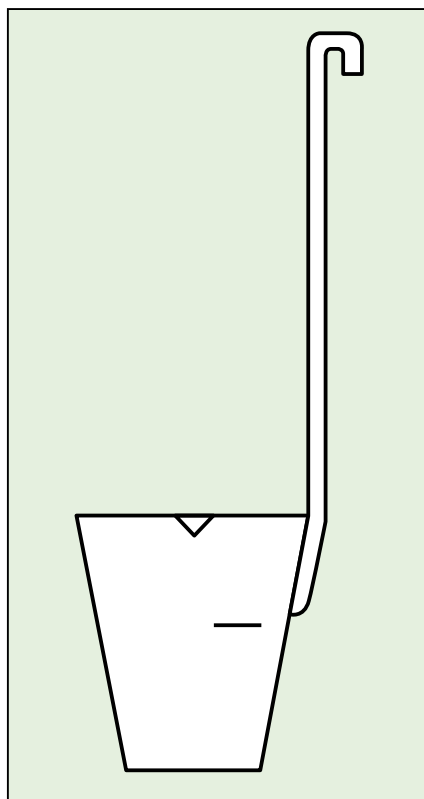


Fig. 3. Louche pour le prélèvement d'échantillons de lait.

valable pour le babeurre, les produits à base de lait acidifié, la crème et le petit-lait. Il faut aussi faire attention à la température, étant donné que la graisse est séparée lorsque les températures sont basses. Quand la viscosité est importante (par ex. avec le lait condensé), il faut éventuellement chauffer l'échantillon à 45 °C.

Produits laitiers solides et semi-solides à l'exception du fromage

Ils sont issus d'un large éventail allant des emballages pour les consommateurs jusqu'aux chargements de navires. Des problèmes peuvent survenir en raison de la présence d'additifs (fruits et noisettes dans des puddings ou des desserts). La viscosité élevée des échantillons représente à nouveau un problème. En ce qui concerne la glace comestible, les échantillons sont souvent conservés dans des freezers requérant l'utilisation d'appareils et de récipients d'échantillonnage pré-refroidis. Les méthodes utilisées pour le lait en poudre et les produits secs à base de lait ne sont pas appropriées pour le prélèvement d'échantillons dans des silos. Il faut en tout cas faire attention à l'humidité, car ces poudres sont hygroscopiques.

Fromage

Pour ce qui est du fromage, les échantillons proviennent la plupart du temps d'emballages destinés aux consommateurs, de fromages entiers ou de portions. Pour l'échantillonnage, on utilise des sondes, des couteaux, des spatules ou du fil à couper. On a besoin en outre de matière première pour reboucher les trous qui ont été faits dans le fromage. Si rien d'autre n'est prescrit, on prélève l'échantillon avec la surface (moisisure, croûte, paraffine et film en matière plastique). Des problèmes peuvent apparaître si le fromage contient des morceaux de fruits, de noisettes, de noix, etc. ou avec les mélanges à plusieurs phases comme la mozzarella ou les fromages ayant séjourné dans de la saumure, de l'huile, etc.

Annexes techniques

L'annexe A contient une description des appareils d'échantillonnage. L'annexe B contient quant à elle les exigences pour les conteneurs isolés thermiquement et nécessaires au transport d'échantillons d'aliments refroidis, gelés ou congelés et donne des instruc-

tions pour le contrôle de l'effet isolant. Dans l'annexe C, on trouve des informations supplémentaires au sujet de l'utilisation. Enfin, la nouvelle annexe D contient un exemple de rapport d'échantillonnage pour le fromage. Une fois adaptée, elle peut très bien être utilisée également pour le lait, d'autres produits laitiers ou aliments.

Conclusions

- ❑ Le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers est décrit dans les documents officiels sous forme de plans d'échantillonnage statistiquement contrôlés, de prescriptions relatives à l'échantillonnage et d'exigences par rapport au personnel.
- ❑ Dans les laboratoires, on est conscient de la problématique de l'échantillonnage dans la majorité des cas, mais on ne joue pas un rôle actif en offrant des conseils techniques et une assistance aux clients.
- ❑ L'introduction de procès-verbaux d'échantillonnage, la formation des clients et, en général, l'élargissement des compétences des laboratoires à l'échantillonnage constituent des pistes prometteuses.
- ❑ Même si l'on pressent les points faibles du processus d'échantillonnage, ils sont rarement analysés et quantifiés. Dans ce domaine, davantage d'engagement et une collaboration entre les laboratoires et les services officiels sont nécessaires.
- ❑ Les termes utilisés dans le processus d'échantillonnage ont plusieurs significations, raison pour laquelle un besoin de définitions existe.

Remerciements

Nous tenons à remercier M. Michael Pabst, à la Zolltechnische Prüfungs- und Lehranstalt München (D), et M. Konrad Rieder, du Laboratoire cantonal bernois, pour leur précieuse collaboration à la rédaction de cet article ainsi que M. Michel Dubois pour la traduction.

Bibliographie

- Anonyme, 2000. SN EN ISO/IEC 17025: Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais. Association suisse de normalisation & International Standardization Organisation, Zurich et Genève, 51 p.
- Anonyme, 2004. ISO/DIS 707 | IDF 50: Milk and milk products – Guidance on sampling. International Standardization Organisation & International Dairy Federation, Geneva and Brussels, 19 p.
- Anonyme, 2005a. Draft Commission Regulation of microbiological criteria for foodstuffs. Commission of the European Communities, Brussels, 44 p.
- Anonyme, 2005b. ISO/DIS 22110 | IDF 207: Milk and milk products – Sampling – Inspection by variables in the presence of measurement error. International Standardization Organisation & International Dairy Federation, Geneva and Brussels, 43 p.
- Breidenbach E., Mühlemann M., Spahr U., Berger T., Danuser J. & Wieland B., 2001. Risikoabschätzung – Gesundheitsrisiken durch Konsum von Trinkmilch und Milchprodukten. Office vétérinaire fédéral, Berne, 53 p.
- Danuser J., Berger T., Hummerjohann J., Klein B., Marthaler D. & Weber U., 2005. Programme national d'analyses du lait et des produits laitiers. Résultats de l'année 2004. Office vétérinaire fédéral, Berne, 35 p.
- Leroux P., 2005. NF EN ISO 17025: échantillonnage et prélèvement au laboratoire. Echantillonnage du silo au laboratoire: des grains dans les rouages de la réglementation, Colloque GLCG, 9 mars 2005, Paris.
- Love J. L., 2002. Chemical metrology, chemistry and the uncertainty of chemical measurements. *Accred. Qual. Assur.* 7, 95-100.
- Ramsey M. H., 2002. Appropriate rather than representative sampling, based on acceptable levels of uncertainty. *Accred. Qual. Assur.* 7, 274-280.

Zusammenfassung

Probenahme bei Milch und Milchprodukten

Grundlage für jede Probenahme ist eine eindeutige Problemdefinition und eine klare analytische Fragestellung. Daraus leitet sich die detaillierte Probenahmeplanung ab, unter Berücksichtigung statistischer Überlegungen und eingebunden in das Qualitätssicherungs-System. Die Probenahme von Milch und Milchprodukten ist in amtlichen Dokumenten und internationalen Standards gut beschrieben. Der Leitfaden ISO 707 | IDF 50 ist dabei von zentraler Bedeutung. Arbeiten zur Abschätzung der Probenahmeunsicherheit sind kaum vorhanden.

Summary

Sampling of milk and dairy products

Sampling has to be based on a distinct problem definition and clear analytical questions. A detailed sampling planning has to be derived from it, including statistical considerations and being integrated in a quality system. Sampling of milk and milk products is well described in official regulations and international standards. Guidance document ISO 707 | IDF 50 is of vital relevance. Estimations of sampling uncertainty are rarely available.

Key words: sampling, milk, milk products, quality assurance, uncertainty.

- Roth M. & Renz V., 2005. Zur Diskussion gestellt: Kriterien für einen risikoorientierten Probenplan – Risikoschätzung für Warenobergruppen. *Deutsche Lebensmittel-Rundschau* 101 (9), 377-384.
- Stoeppeler M., 1994. Studies to evaluate sampling errors. In: Sampling and sample preparation. Practical guide for analytical chemists (Ed. M. Stoeppeler). Springer-Verlag, Berlin, 5.
- Thompson M., 1998. Uncertainty of sampling in chemical analysis. *Accred. Qual. Assur.* 3, 117-121.
- Wunderli S., 2003. Uncertainty and sampling. *Accred. Qual. Assur.* 8, 90.