

Résultats d'un circuit d'analyses inter-laboratoire du microtraceur RF bleu lake en 2005

Deux ans après la réalisation du premier test circulaire, après la mise en place de la nouvelle méthode d'extraction et d'analyse du microtraceur RF bleu lake (i'Tec_H17), de nombreux laboratoires de la profession ont mis en oeuvre cette technique. Pour poursuivre la première étude, et en accord avec le conseil d'administration de Tecaliman, un nouveau test circulaire d'évaluation des performances analytiques a été mis en place. Ses objectifs étaient les suivants :

- Analyser des échantillons en « aveugle » sur une large gamme et comparer les résultats.
- Faire varier les matrices

Les laboratoires de 10 sociétés ont participé en aveugle à ce circuit :

- | | |
|-----------------------|-------------|
| • Arrivé | • Idena |
| • CCPA | • Inzo |
| • Cooperl | • Primex |
| • Evalids | • Tecaliman |
| • Glon-Sanders (CRCB) | • Techna |

Les résultats de ce test ont été diffusés auprès de ces laboratoires le 8 décembre 2005 et ces sociétés ont désiré les communiquer à l'ensemble de la profession. Il s'agit du second circuit effectué autour de cette analyse.

Par ailleurs, cette étude a été complétée, à Tecaliman, par une étude de la fraction libre de colorant dans les lots de microtraceur.

1. Principe

Chaque laboratoire reçoit une série de 5 échantillons de concentrations connues (4 à 280 ppm) dans trois aliments différents. Ils reçoivent également le matériel nécessaire à la préparation des gammes colorimétriques selon leur méthodologie (microtraceur pur et les trois aliments blancs).

2. Matériel

2.1. Microtraceur

Un même lot de 100 g de microtraceur est utilisé pour toutes les fabrications.

Ce lot est divisé en 2. Une fraction est divisée en 16

pour que chacun des laboratoires reçoive une fraction du microtraceur pur. L'autre fraction est utilisée pour la fabrication des mélanges.

2.2. Aliments

Trois aliments sont employés pour la constitution des échantillons. Il s'agit d'aliments Porc, Poulet et vache laitière.

3. Méthode

3.1. Mélanges

Les mélanges sont élaborés dans un mélangeur pilote à pales d'une capacité de 100 litres. Le mélange est opéré à 60 tr/mn pendant 2 minutes.

La composition des 5 mélanges est donnée dans le Tableau 1 suivant. La dernière colonne indique la concentration théorique du mélange.

	Aliments	Microtraceur		
		Type	kg	g
A	Porc	25	0.875	35.0
B	Poulet	25	3.249	130.0
C	VL	25	2.125	85.0
D	Poulet	50	0.206	4.1
E	VL	25	7.002	280.1

Tableau 1 : Composition des mélanges

A Tecaliman, la personne qui a fabriqué les mélanges et effectué les divisions, n'est pas celle qui a réalisé les analyses ultérieures.

3.2. Préparation des échantillons

Des divisions successives par 2 sont réalisées à l'aide de diviseur à partir de l'ensemble du lot mélangé, afin de conduire à 16 échantillons élémentaires. Dix de ces échantillons sont envoyés au laboratoire et les six derniers sont gardés en réserve en chambre froide.

Ainsi, chaque laboratoire reçoit :

- un échantillon de chacun des mélanges,
- un échantillon de chacun des trois aliments
- un échantillon du microtraceur pur

3.3. Laboratoires

Les 10 laboratoires sont codés de manière anonyme de A à J. Les codes sont différents de ceux appliqués lors de l'étude précédente.

3.4. Analyses

Tous les laboratoires concernés par ce circuit n'emploient pas la technique d'analyse en voie humide décrite dans i'Tec_H18. Il en est ainsi des laboratoires H et J. Dans le cadre de ce circuit, ils ne sont pas gênés par la présence de liquides (matières grasses, mélasse, ...) dans les mélanges et leurs taux de recouvrement peuvent alors être sensiblement identiques à ceux de l'autre méthode.

4. Résultats

Les graphiques suivants présentent les résultats bruts des laboratoires dans l'ordre croissant des concentrations des mélanges : D, A, C, B, E. Sur chaque graphique :

- La valeur de référence est indiquée à gauche en noir et prolongée d'un trait en pointillé.
- les valeurs minimum et maximum sont indiquées en hachuré plus foncé.

Dès l'observation de ces graphiques, il est possible de voir rapidement que l'un des laboratoires (F) présente des difficultés analytiques à trois reprises. Par ailleurs, aux basses concentrations, pour tous laboratoires confondus, les écarts entre la valeur cible et la valeur obtenue sont plus importants.

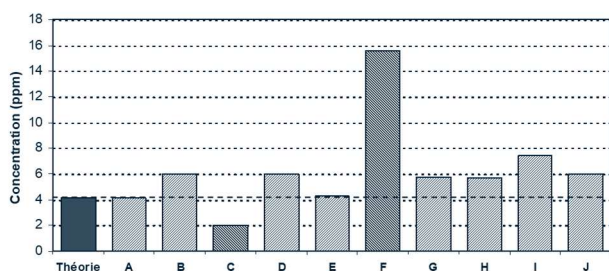


Figure 1 : Résultats des 10 laboratoires pour les échantillons D

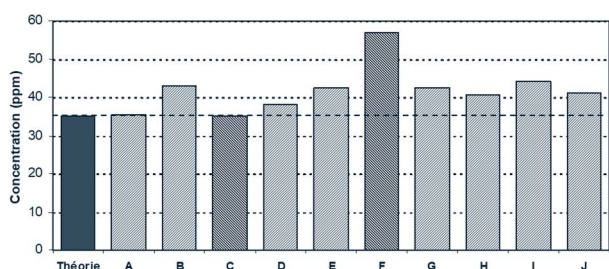


Figure 2 : Résultats des 10 laboratoires pour les échantillons A



Figure 3 : Résultats des 10 laboratoires pour les échantillons C

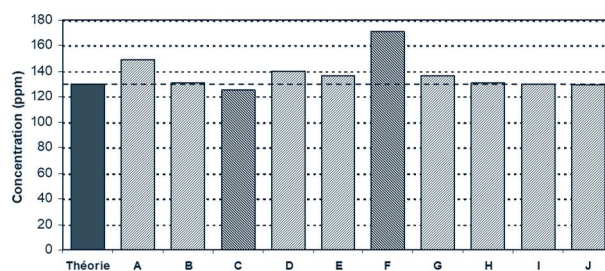


Figure 4 : Résultats des 10 laboratoires pour les échantillons B

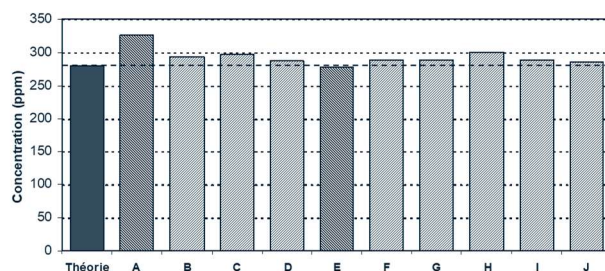


Figure 5 : Résultats des 10 laboratoires pour les échantillons E

Un traitement statistique des résultats permet de décrire les populations obtenues (Tableau 2) et d'étudier l'appartenance des laboratoires à la même population par un test de « Boîte à moustaches » (Figure 6).

	D	A	C	B	E
Attendu	4	35	85	130	280
Nbr. de valeurs	10	10	10	10	10
Minimum	2.0	35.0	80.4	125.0	277.9
1er quartile	4.3	38.0	86.0	129.9	287.0
Médiane	5.9	41.7	87.1	133.8	288.6
3ème quartile	6.0	43.0	90.0	140.0	297.0
Maximum	15.6	56.9	98.0	170.8	326.0
Etendue	13.6	21.9	17.6	45.8	48.1
Moyenne	6.3	41.9	87.9	137.9	293.2
CV (écart-type*100/moyenne)	57.0	14.7	5.4	9.7	4.5
Variance estimée	12.9	37.7	22.8	179.7	170.9
Ecart-type estimé	3.6	6.1	4.8	13.4	13.1

Tableau 2 : Description des populations

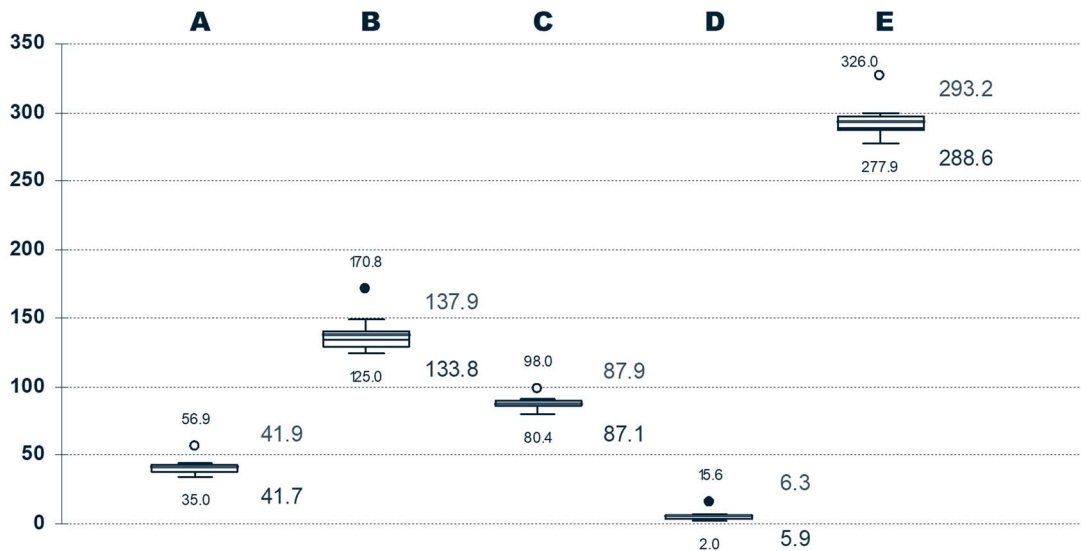


Figure 6 : Résultats des tests de Boîte à moustaches sur l'ensemble des populations brutes

Ce test permet de constater qu'à chaque niveau les résultats d'un laboratoire se détachent de la population générale (point en dehors de la boîte). Si pour les échantillons A, D et B, il s'agit du laboratoire F, par contre, pour les échantillons C et E, il ne s'agit du laboratoire A. Toutes ces valeurs sont en excès par rapport à la valeur cible.

Un nouveau traitement des résultats est alors opéré après retrait de ses valeurs en dehors de la population globale (Tableau 3). Le graphique de « boîtes à moustaches » permet de constater qu'alors aucune valeur n'est en dehors des populations (Figure 7).

Les données de description de ces populations (Tableau 3) montrent alors que les coefficients de variations augmentent de manière importante aux niveaux de concentrations inférieures (A et D).

	D	A	C	B	E
Attendu	4	35	85	130	280
Nbr. de valeurs	9	9	9	9	9
Minimum	2.0	35.0	80.4	125.0	277.9
1er quartile	4.2	36.7	84.6	129.5	286.0
Médiane	5.8	41.0	87.0	131.3	288.5
3ème quartile	6.0	42.8	89.5	138.4	295.5
Maximum	7.5	44.1	91.6	149.0	299.6
Etendue	5.5	9.1	11.2	24.0	21.7
Moyenne	5.3	40.2	86.8	134.3	289.6
CV (écart-type*100/moyenne)	30.0	8.3	3.9	5.3	2.3
Variance estimée	2.5	11.1	11.5	51.6	42.8
Ecart-type estimé	1.6	3.3	3.4	7.2	6.5

Tableau 3 : Description des populations sans les valeurs aberrantes

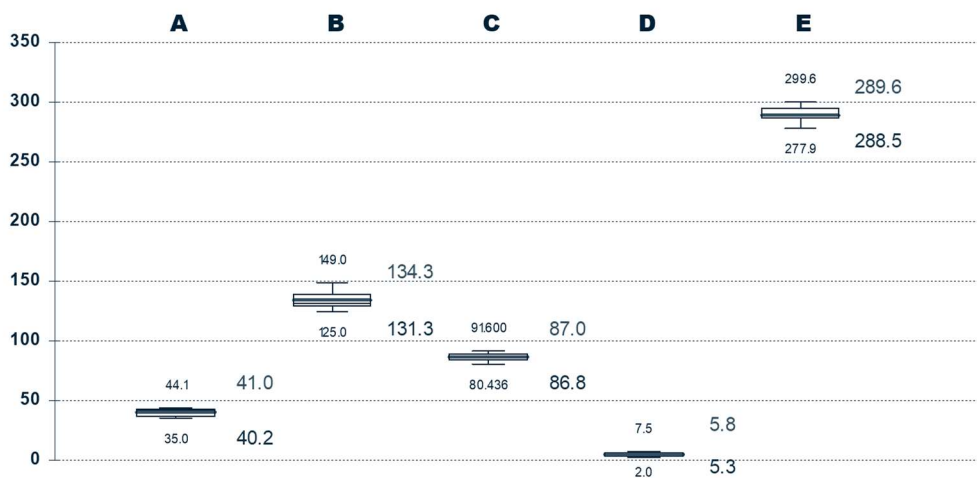


Figure 7 : Résultats des tests de « Boîtes à moustaches » sur les populations après retrait des valeurs aberrantes

Le tracé de l'évolution du coefficient de variations inter-laboratoires, en fonction de la concentration médiane des populations (Figure 8), met en évidence une courbe dont la forme rappelle celle de l'effet de la baisse du nombre de particules dans les échantillons.

Le passage en logarithme de ces données met très bien en évidence qu'il s'agit de cet effet puisqu'alors une droite apparaît clairement (Figure 9)

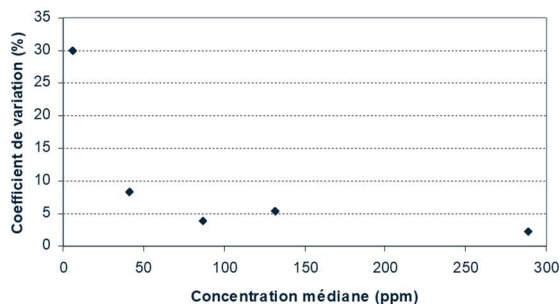


Figure 8 : Evolution du coefficient de variations inter-laboratoires en fonction de la concentration médiane des populations

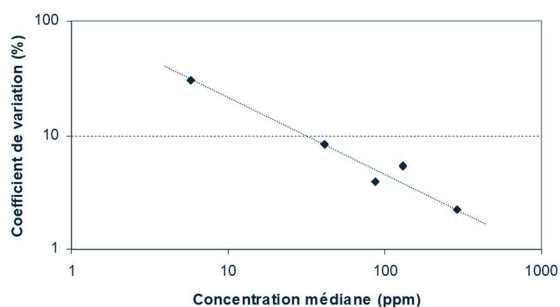


Figure 9 : Evolution du coefficient de variations inter-laboratoires en fonction de la concentration médiane des populations en logarithmes

5. Conclusion

Ce nouveau circuit d'analyse a permis de mettre en exergue l'important décalage d'un laboratoire par rapport aux autres. Après enquête menée au sein du laboratoire, il a été possible de détecter un dysfonctionnement du spectrophotomètre et celui-ci a été réparé.

Il avait également permis d'évaluer les performances des laboratoires dans différents types d'aliments. Il apparaît que ces performances ne sont pas sensibles à cette différence de matrice, mais plutôt, comme cela apparaît logique, au nombre de particules de traceurs présents dans les échantillons.

Si cet effet apparaît clairement ici, car le nombre de particules est connu, il convient de penser que cet effet existe pour tous les produits pulvérulents.

Différentes précisions ont été apportées sur les modalités analytiques :

- Préparation des prises d'essai par division et non pas par « piquage » de la partie supérieure des échantillons pour éviter l'effet des démélanges des échantillons pendant les transports
- Travail sur des échantillons de plus grandes tailles aux basses concentrations pour limiter l'effet de la baisse du nombre de particules
- Expression de la courbe d'étalonnage Masse = f(Densité optique), car la masse doit être prédite par la densité optique et non l'inverse.

Ainsi, prises dans leur globalité, les performances des laboratoires apparaissent de très bonnes qualités puisque leur mise en commun a même permis de mettre en évidence l'effet d'un phénomène physique.

Cette démarche de circuit d'analyses sera poursuivie en 2006 avec une extension à l'usage du microtraceur dans les prémix.

6. Bibliographie

i'Tec_H17, 2003. Méthode d'Analyse du microtraceur RF bleu lake après extraction en milieu aqueux.