

ESSAIS INTERLABORATOIRES

Composition chimique des produits à base de viandes.

M. CARLIER (CTSCCV)

Mots clefs : Analyse chimique / Analyse interlaboratoire / Produit à base de viande / Composition chimique

Intérêt et nécessité de l'intercomparaison

L'intercomparaison est un moyen mis à la disposition de tous les laboratoires pour apprécier la qualité des prestations qu'ils dispensent. Elle n'est obligatoire que pour les laboratoires accrédités ; elle est facultative, mais vivement conseillée pour tous les laboratoires sérieux, car elle permet, régulièrement, de remettre en question les procédures d'analyses. Un laboratoire ne peut plus vivre isolément du reste de la communauté scientifique.

Les méthodes d'analyses utilisées en laboratoire, qu'elles soient normalisées (ISO, CEN, AFNOR) ou simplement publiées, évoluent moins vite que les appareils. Les nouveaux appareils permettent de travailler de façon plus simple, plus rapide, plus automatique. La tentation est grande pour un laboratoire public, privé, ou d'entreprise de s'équiper.

Le personnel est souvent très compétent, mais il n'est pas rare d'observer des « adaptations » dans l'emploi d'une norme : la méthode écrite devient celle du laboratoire, voire de l'analyste.

Les produits sont vendus avec des certificats de composition, de pureté, mais ils ne sont pas exempts d'évolution: les acides s'éventent, les réactifs se périment...

Tous ces facteurs : matériel, personnel, réactifs exercent une influence souvent déterminante sur les résultats d'analyse, d'où la nécessité de se calibrer pour se prémunir contre des dérives brutales ou au contraire insidieuses de la méthode, c'est l'intérêt majeur de l'intercomparaison.

Le CTSCCV propose sous forme d'un abonnement annuel un tel service à tous les laboratoires qui en expriment le souhait.

Nous vous présentons ci-après les grandes lignes de l'organisation d'un circuit interlaboratoires en analyse physico-chimique des produits carnés par le CTSCCV. Le rapport de synthèse et l'extrait d'un rapport particulier d'un laboratoire sont reproduits.



ESSAIS INTERLABORATOIRES

ORGANISATION D'UN CIRCUIT



ESSAIS INTERLABORATOIRES

Guide de lecture

Le compte-rendu (rapport) est constitué :

- d'un document de synthèse commun à l'ensemble des laboratoires avec :

- * un rappel de la nature des échantillons fournis
- * un rappel du calendrier
- * des tableaux récapitulatifs des résultats

- d'un document particulier à chaque laboratoire avec :

- * un tableau avec tous les résultats du laboratoire, ce qui lui permet de vérifier qu'aucune erreur de saisie n'a été faite lors du traitement.
- * des histogrammes avec ses résultats identifiés parmi l'ensemble de tous les autres laboratoires.

Composition chimique des produits à base de viandes

Exemple de deux échantillons : Pâté et Corned beef

M. CARLIER (CTSCCV)

CTSCCV - RAPPORT IC/98/1
Premier semestre 1998

Le Centre Technique de la Salaison, de la Charcuterie et des Conserves de Viandes (CTSCCV) a organisé en mai-juin 1998 le circuit d'intercomparaison n° IC/98/1, sur la composition chimique des produits à base de viandes. Cent laboratoires français ou belges ont participé à ce circuit.

1. Echantillons soumis à analyses

Deux produits ont été utilisés :

- échantillon 982 : corned-beef réhomogénéisé et appertisé, 2 boîtes de 130 g.
- échantillon 983 : pâté appertisé, 6 boîtes de 130 g.

2. Calendrier

- distribution des échantillons le 6 mai 1998 par colissimo
- date limite de renvoi des résultats le 15 juin 1998
- rapport final le 10 août 98

3. Instructions fournies aux participants

La lettre accompagnant les échantillons indique à chaque laboratoire qu'il doit réaliser les dosages en double, pour chacun des échantillons et tout ou partie des composants suivants : humidité, matière grasse libre, matière grasse totale, protéides, phosphore, collagène, sucres solubles totaux, amidon, nitrites, nitrates, chlorure, cendres, sodium et potassium.

Les méthodes d'analyses sont laissées au choix des participants mais elles sont précisées dans un tableau rempli par le laboratoire.

4. Traitement et présentation des résultats

4.1. Paramètres calculés

La moyenne des résultats est calculée après élimination des valeurs aberrantes (test de Cochran) et des valeurs incohérentes vis-à-vis des autres résultats (erreur d'unité par exemple).

ESSAIS INTERLABORATOIRES

La valeur de l'écart-type est calculée après élimination des valeurs aberrantes par le test de Grubbs.

Le minimum, le maximum et la médiane sont calculés après élimination des données incohérentes.

4.2. Tableaux récapitulatifs

Les tableaux 1 et 2 récapitulent par échantillon et pour chaque dosage :

- le nombre de doubles réponses,
- le nombre de doubles réponses retenues pour le calcul de la moyenne, le minimum, le maximum, la moyenne et l'écart-type, toutes méthodes confondues et par méthode,
- la médiane toutes méthodes confondues (la médiane sépare la population des résultats en deux moitiés égales, elle est calculée avec l'ensemble des résultats).

4.3. Histogrammes personnalisés

Un histogramme par échantillon et par analyte représente les résultats par des hachures différentes, dans la mesure où ceux-ci ne sont pas trop écartés des autres résultats.

5. Rappel des unités utilisées

- humidité	%
- matière grasse libre	%
- matière grasse totale	%
- protéides (azote total x 6,25)	%
- collagène	
(L(-) hydroxyproline x 8)	%
- phosphore total	% de P ₂ O ₅
- sucres solubles totaux	%
- amidon	%
- nitrites	mg/kg de NaNO ₂
- nitrates	mg/kg de NaNO ₃
- chlorure	% de NaCl
- cendres	%
- sodium	mg/100 g
- potassium	mg/100 g



ESSAIS INTERLABORATOIRES

RESULTATS ECHANTILLON 982 corned-beef

analyte	méthode	n résultats	n résultats retenus	moyenne	écart-type	minimum	maximum	médiane
humidité (%)	toutes méthodes	102	102	57,37	0,35	54,6	59,0	57,4
	NF V 04 401	51	51	57,35	0,38	56,2	58,9	
	Projet "avril 95"	38	38	57,41	0,32	56,4	58,4	
matière grasse libre (%)	toutes méthodes	96	93	15,69	0,53	12,6	18,2	15,6
	NF V 04 403	42	41	15,73	0,34	15,1	17,0	
	Projet "avril 95"	45	45	15,65	0,67	14,1	17,7	
matière grasse totale (%)	toutes méthodes	43	41	15,87	0,46	14,4	16,8	16,0
	NF V 04 402	34	32	15,85	0,47	14,6	16,5	
protides (%)	toutes méthodes	89	85	24,15	0,39	20,2	27,3	24,2
	NF V 04 407	37	36	24,13	0,38	23,3	24,7	
	Projet "avril 95"	31	30	24,21	0,41	23,2	25,0	
	flux continu	2	2	23,65	0,44	23,6	24,2	
phosphore total (% P2O5)	toutes méthodes	53	60	0,269	0,026	0,10	0,37	0,27
	NF V 04 406	32	31	0,269	0,030	0,20	0,35	
	flux continu	10	10	0,261	0,028	0,20	0,30	
collagène (%)	toutes méthodes	87	80	7,30	0,85	3,44	9,50	7,50
	NF V 04 415	28	26	7,31	0,80	5,46	8,56	
	Projet "avril 95"	23	21	7,35	0,77	5,06	8,44	
	flux continu	12	11	7,39	0,67	5,79	8,55	
sucres solubles totaux (%)	toutes méthodes	70	67	0,74	0,26	0,00	1,30	0,80
	Bertrand	41	39	0,75	0,24	0,20	1,15	
	flux continu	15	14	0,61	0,31	0,09	1,25	
	enzymatique	3	3	0,66	0,18	0,50	0,85	
analyte	méthode	n résultats	n résultats retenus	moyenne	écart-type	minimum	maximum	médiane
amidon (%)	toutes méthodes	56	54			0,0	4,0	0,0
	NF V 04 414	27	25			0,0	0,6	
	Bertrand	8	8			0,0	0,4	
	flux continu	11	11			0,0	0,4	
	enzymatique	9	9			0,0	0,2	
nitrites (mg/kg NaNO2)	toutes méthodes	52	52	5,3	3,3	0	21	5
	NF V 04 409	28	28	6,0	4,2	1	21	
	flux continu	14	14	4,4	2,9	0	10	
nitrates (mg/kg KNO3)	toutes méthodes	48	47	21,7	12,9	0	65	19
	NF V 04 410	21	18	17,1	8,7	0	41	
	flux continu	13	13	29,1	18,1	0	65	
chlorure (%)	toutes méthodes	74	71	1,85	0,17	1,01	2,34	1,89
	NF V 04 405	31	31	1,79	0,19	1,25	2,28	
	potentiométrie	11	10	1,94	0,13	1,86	2,25	
	électrode d'argent	15	15	1,90	0,08	1,80	2,05	
cendres (%)	toutes méthodes	56	64	2,379	0,188	1,62	3,30	2,35
	NF V 04 404	53	53	2,379	0,203	1,93	3,15	
sodium (mg/100g)	toutes méthodes	32	30	721	68	486	988	740
	JO NC 3.11.77	22	21	713	76	510	873	
potassium (mg/100g)	toutes méthodes	31	29	170	24	94	245	171
	JO NC 3.11.77	21	19	167	24	96	204	

Tableau 1 : Résultats des analyses interlaboratoires sur l'échantillon 982 - Corned - beef

ESSAIS INTERLABORATOIRES

RESULTATS ECHANTILLON 983 pâté

analyte	méthode	n résultats	n résultats retenus	moyenne	écart-type	minimum	maximum	médiane
humidité (%)	toutes méthodes	102	101	52,47	0,41	49,8	53,9	52,4
	NF V 04 401	51	50	52,51	0,37	51,8	53,6	
	Projet "avril 95"	38	38	52,45	0,40	51,4	53,4	
matière grasse libre (%)	toutes méthodes	95	88	32,22	0,76	29,5	36,6	32,3
	NF V 04 403	42	38	32,30	0,73	30,0	33,8	
	Projet "avril 95"	42	40	32,19	0,79	29,5	33,4	
matière grasse totale (%)	toutes méthodes	41	36	32,41	0,66	29,0	35,9	32,4
	NF V 04 402	31	28	32,43	0,74	29,5	33,4	
protéides (%)	toutes méthodes	86	83	10,19	0,42	7,5	13,9	10,2
	NF V 04 407	35	34	10,09	0,50	7,7	10,9	
	Projet "avril 95"	31	31	10,23	0,27	9,6	10,2	
	flux continu	4	4	10,10	0,71	9,0	10,5	
phosphore total (% P2O5)	toutes méthodes	61	59	0,423	0,030	0,18	0,50	0,43
	NF V 04 408	32	31	0,426	0,027	0,38	0,50	
	flux continu	10	10	0,409	0,039	0,32	0,46	
collagène (%)	toutes méthodes	85	82	1,34	0,19	0,80	1,95	1,35
	NF V 04 415	29	28	1,35	0,16	0,60	1,82	
	Projet "avril 95"	23	23	1,28	0,11	1,00	1,44	
	flux continu	13	12	1,34	0,16	0,95	1,63	
sucres solubles totaux (%)	toutes méthodes	72	70	1,06	0,35	0,30	2,16	1,10
	Bertrand	40	39	1,10	0,37	0,35	1,75	
	flux continu	15	14	1,08	0,30	0,70	1,75	
	enzymatique	3	3	1,03	0,60	0,40	1,60	

analyte	méthode	n résultats	n résultats retenus	moyenne	écart-type	minimum	maximum	médiane
amidon (%)	toutes méthodes	65	54	1,6	0,4	0,1	2,6	1,6
	NF V 04 414	28	27	1,6	0,4	0,7	2,5	
	Bertrand	7	7	1,7	0,3	1,3	1,9	
	flux continu	11	11	1,6	0,3	1,2	2,0	
	enzymatique	9	9	1,7	0,2	1,4	1,9	
nitrites (mg/kg NaNO2)	toutes méthodes	53	53	6,0	3,4	0	18	6,0
	NF V 04 409	28	28	5,8	2,6	1	11	
	flux continu	14	14	6,5	4,4	1	18	
nitrates (mg/kg KNO3)	toutes méthodes	51	47	49,5	23,1	3	149	45
	NF V 04 410	19	18	36,5	13,2	14	57	
	flux continu	12	12	65,4	31,6	35	144	
chlorure (%)	toutes méthodes	74	74	1,32	0,18	0,50	1,70	1,40
	NF V 04 405	33	33	1,28	0,21	0,75	1,65	
	potentiométrique	11	11	1,38	0,08	1,24	1,53	
	électrode d'argent	16	16	1,20	0,13	1,10	1,70	
cendres (%)	toutes méthodes	65	64	1,992	0,160	0,88	2,49	1,95
	NF V 04 404	54	53	1,992	0,160	1,625	2,48	
sodium (mg/100g)	toutes méthodes	32	29	611	47	496	725	608
	JO NC 3.11.77	23	22	608	50	496	718	
potassium (mg/100g)	toutes méthodes	32	29	110	15	67	140	113
	JO NC 3.11.77	21	20	108	17	66	135	

Tableau 2 : Résultats des analyses interlaboratoires sur l'échantillon 983 - Pâté

ESSAIS INTERLABORATOIRES

Echantillon 982 corned-beef

	résultat 1	résultat 2	moyenne
humidité (%)	57,6	57,7	57,7
matière grasse libre (%)	15,6	15,5	15,6
matière grasse totale (%)	16,2	16,4	16,3
protides (%)	24,30	24,30	24,30
phosphore total (P2O5 %)	0,230	0,240	0,235
collagène (%)	7,70	7,50	7,60
sucres solubles totaux (%)	0,70	0,70	0,70
amidon (%)	0,0	0,0	0,0
nitrites (mg/kg NaNO ₂)	5	5	5
nitrates (mg/kg NaNO ₃)	24	20	22
chlorure (%)	1,6	1,5	1,6
cendres (%)	2,40	2,40	2,40
sodium (mg/100g)	845	900	873
potassium (mg/100g)	170	165	168

**Tableau 3 : Récapitulatif des résultats : exemple du laboratoire n° 152.
Echantillon 982 - Corned - beef**

Echantillon 983 pâté

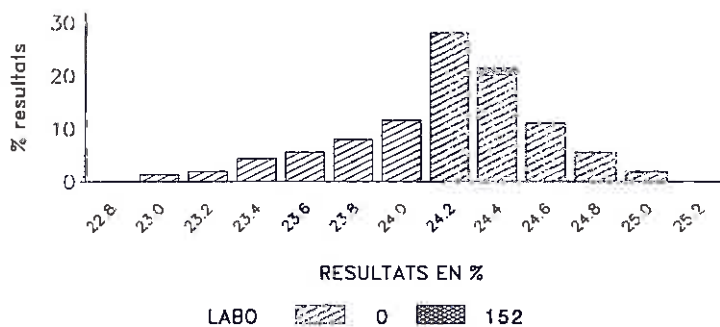
	résultat 1	résultat 2	moyenne
humidité (%)	52,6	52,5	52,6
matière grasse libre (%)	32,3	32,4	32,4
matière grasse totale (%)	33,1	33,3	33,2
protides (%)	9,90	10,00	9,95
phosphore total (P2O5 %)	0,370	0,380	0,375
collagène (%)	1,30	1,30	1,30
sucres solubles totaux (%)	0,40	0,40	0,40
amidon (%)	1,9	1,9	1,9
nitrites (mg/kg NaNO ₂)	6	6	6
nitrates (mg/kg NaNO ₃)	50	55	53
chlorure (%)	0,8	0,9	0,9
cendres (%)	2,00	2,00	2,00
sodium (mg/100g)	725	710	718
potassium (mg/100g)	80	70	75

**Tableau 4 : Récapitulatif de résultats : exemple du laboratoire n° 152.
Echantillon 983 - Pâté**

PROTIDES

nombre de laboratoires = 89
Premier semestre 1998 - Laboratoire 152

ECHANTILLON 982 - Corned-beef



ECHANTILLON 983 - Pâté

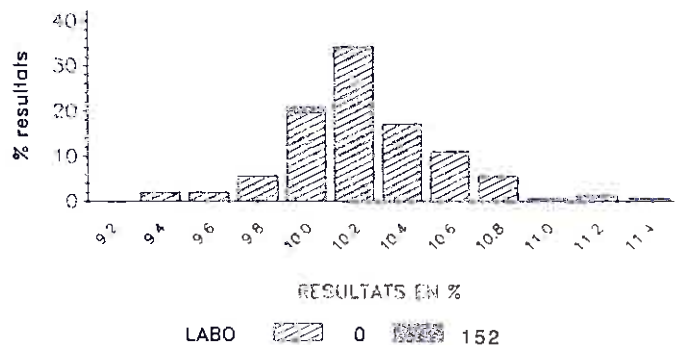


Figure 1 : Histogramme des résultats du laboratoire 152 pour le dosage des protides.

Interprétation des résultats

Le résultat d'un circuit d'intercomparaison, ce n'est pas un jugement émis par une instance officielle ou autre, ou par un laboratoire de référence sur la qualité des prestations d'un laboratoire.

Un résultat d'un circuit d'intercomparaison, ce n'est pas répressif, c'est un outil de gestion de la qualité des analyses.

Adhérer à un réseau parce que c'est obligatoire, ou parce que cela « fait bien », et ranger les comptes rendus sans les expliciter en se disant « on fera mieux la prochaine fois », ne sert à rien, c'est même profondément démobilisant pour le personnel.

L'organisation actuelle des circuits animés par le CTSCCV laisse une grande marge de manoeuvre au laboratoire : il doit interpréter ses résultats en fonction des objectifs qu'il a définis.

Pour la plupart des paramètres, un objectif raisonnable consisterait à se fixer comme limites :

- dans l'intervalle $m^* \pm s^*$: satisfaisant
- dans l'intervalle $m \pm 2s$: à surveiller : une étude des causes de variation doit être menée. Le processus dérive, il doit être revu.
- en dehors de l'intervalle $m \pm 2s$: anomalie. Le processus doit être corrigé.

Bien évidemment, le laboratoire est libre de se fixer l'objectif de son choix.

* m = moyenne
* s = écart-type