

Journée Phénofinlait 2010

-

Reproductibilité & Harmonisation Spectrale

O. Leray, Actilait, 39800 Poligny

www.phenofinlait.fr

phenofinlait@inst-elevage.asso.fr

Phénofinlait

Enjeu analytique Phénofinlait

Analyser tous les échantillons du programme de manière égale dans toutes les régions

- **1 jeu d'équations** (par espèce) établi pour **1 analyseur** FTMIR à **1 moment** donné (2008)
- Application à **12 appareils** dans **8 laboratoires** en 2009-2010:
 - ⇒ même caractéristiques de spectre Milkoscan FT6000 (Foss, DK)
 - ⇒ standardisation spectrale avec solution standard constructeur « EQUALYZER »

Question :

1- La standardisation constructeur est-elle suffisante pour obtenir des résultats sur lait équivalents entre appareils ?

2- Quelle fidélité (répétabilité, reproductibilité) pour la méthode FTMIR dans le cadre de Phénofinlait ?



Essai interlaboratoire Phénofinlait

⇒ **Evaluation de la fidélité : Répétabilité et reproductibilité**

Définition ISO 3534-2

- fidélité** : étroitesse d'accord entre des résultats d'essai indépendants obtenus dans des conditions stipulées
- Répétabilité** : fidélité mesurée avec la même méthode sur un matériau d'essai identique dans le même laboratoire, par le même opérateur, utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps
- Reproductibilité** : fidélité mesurée par la même méthode sur un matériau d'essai identique dans différents laboratoires, avec différents opérateurs et utilisant des équipements différents

⇒ **Evaluation des biais de calibrage entre appareils**

⇒ **Evaluation des modalités de corrections des biais (harmonisation)**

Essai interlaboratoire - Protocole

Laboratoires: 8 laboratoires de contrôle laitier

Appareils: 12 Milkoscan FT6000

Matériaux d'essai:

15 échantillons laits individuels de vache (EA 1 à 15) : gamme test

13 laits de mélange recombines (Gamme MIR médiane = MIR 1 à 13) : option calage 1

3 laits artificiels congelés -80°C (Phéno 1 à 3): option calage 2

Analyses:

- triples consécutifs

- séquence :

eau, Equalizer, Phéno 1, Phéno 2, Phéno3, EA 1, ..., EA 15, MIR 1, ..., MIR 13, eau, Equalizer, Phéno 1, Phéno 2, Phéno3

Traitement:

- prédiction des taux AG MIR par équations Phénofinlait bovin

- analyse stat. d'essai interlaboratoire de validation (fidélité) avec élimination sur cohérence des Taux butyreux

- Essai d'optimisation sur gamme MIR et sur Témoins Phénofinlait congelés (comparaison de la reproductibilité avec et sans ajustement)

Essai interlaboratoire – Analyse des données

Correction des données brutes et harmonisation des fichiers:

- > fichiers Excell non conforme au protocole,
- > répétitions et séquence analytique non respectée
- > analyse d'eau et Equalizer et/ou témoins Phénofinlait manquantes, etc

Correction/élimination sur les prédictions des TB:

- > 2 décalage d'analyse,
- > quelques pertes de MG, éliminations des valeurs non répétables

Calculs

- > moyennes ; analyses des écarts types entre laboratoires
- > écarts types de répétabilité ; analyse de la répétabilité d'ensemble
- > écarts aux moyennes du groupe par échantillons ; analyse de la justesse
- > valeurs de répétabilité, de reproductibilité

Essai interlaboratoire – Contrôle de cohérence sur prédictions TB

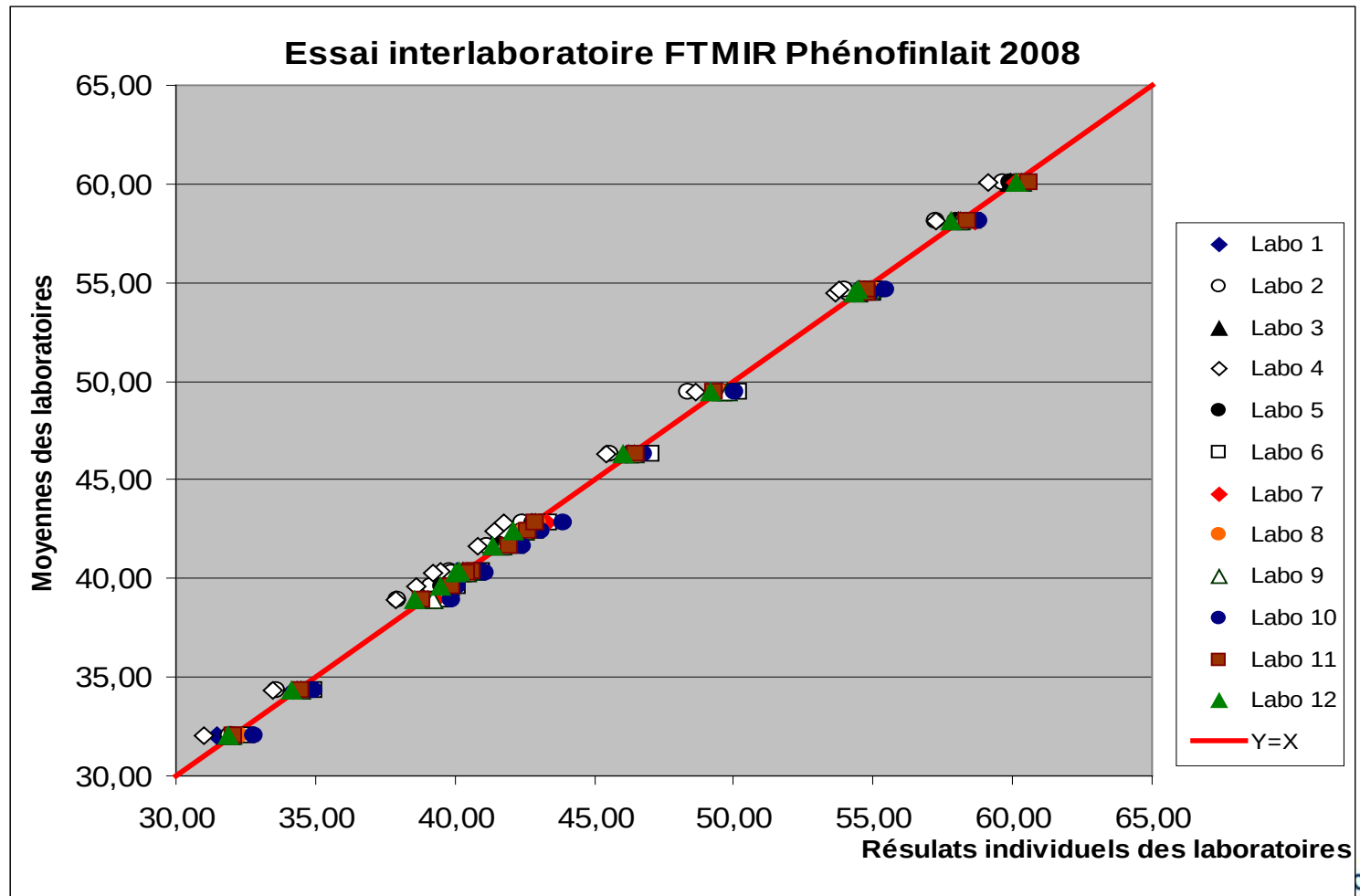
ECARTS TYPES ENTRE REPETITIONS - REPETABILITE

Ordre	EA1	EA2	EA3	EA4	EA5	EA6	EA7	EA8	EA9	EA10	EA11	EA12	EA13	EA14	EA15
1	0,18	0,08	0,06	0,10	0,16	0,09	0,12	0,08	0,09	0,12	0,14	0,11	0,09	0,02	0,07
2	0,16	0,07	0,13	0,29	0,14	0,13	0,16	0,18	0,29	0,21	0,17	0,13	0,06	0,09	0,11
3	0,19	0,05	0,13	0,27	0,07	0,04	0,03	0,04	0,19	0,17	0,18	0,16	0,16	0,08	0,12
4		0,13	0,10	0,11	0,08	0,01	0,14	0,01	0,19	0,06	0,12	0,14	0,17	0,05	0,00
5	0,15	0,02	0,26	0,09	0,09	0,13	0,09		0,15	0,02	0,12	0,04	0,06	0,15	0,03
6	0,10	0,08	0,16	0,07	0,10	0,13	0,04	0,04	0,08	0,07	0,06	0,08	0,05	0,06	0,14
7	0,11	0,12	0,02	0,12	0,12	0,28	0,15	0,13	0,13	0,06	0,07	0,12	0,03	0,11	0,05
8	0,16	0,07	0,08	0,10	0,11	0,05	0,24	0,13	0,15	0,09	0,15	0,15	0,18	0,10	0,08
9	0,02	0,06	0,04	0,09	0,17	0,09	0,09	0,06	0,07	0,01	0,11	0,24	0,23	0,01	0,15
10	0,37	0,10	0,34	0,18	0,06	0,12	0,08	0,27	0,13	0,07	0,16		0,17	0,04	0,12
11	0,18	0,18	0,37	0,21	0,35	0,09	0,23	0,18	0,12		0,04	0,15	0,10	0,24	0,08
12	0,16	0,15	0,13	0,13	0,20	0,10	0,16	0,12	0,27	0,10		0,08	0,12	0,12	0,18
sr	0,17	0,10	0,18	0,16	0,16	0,12	0,15	0,13	0,17	0,11	0,13	0,13	0,12	0,11	0,10
N	11	12	12	12	12	12	12	11	12	11	12	11	12	12	12

MOYENNES

Ordre	EA1	EA2	EA3	EA4	EA5	EA6	EA7	EA8	EA9	EA10	EA11	EA12	EA13	EA14	EA15
1	42,24	38,79	49,48	34,19	46,14	40,10	58,08	54,31	59,90	39,89	42,41	54,41	31,48	39,18	41,30
2	41,80	37,95	48,34	33,63	45,56	39,85	57,25	54,10	59,69	39,91	42,45	53,96	31,93	39,14	41,17
3	42,49	38,99	49,55	34,31	46,25	40,28	58,07	54,44	59,94	40,20	42,79	54,52	31,94	39,57	41,54
4	41,43	37,87	48,61	33,49	45,44	39,49	57,26	53,61	59,15	39,25	41,77	53,76	30,99	38,63	40,79
5	42,43	39,08	49,55	34,55	46,37	40,47	57,96		59,95	40,31	42,85	54,74	32,13	39,56	41,69
6	42,88	39,50	50,17	34,97	47,02	40,92	58,62	54,96	60,39	40,80	43,37	55,02	32,55	40,07	42,24
7	42,33	39,32	49,75	34,47	46,55	40,53	58,64	54,63	60,11	40,52	43,27	54,79	32,07	39,70	41,86
8	42,47	38,94	49,53	34,47	46,55	40,64	58,33	54,83	60,37	40,41	42,94	55,00	32,25	40,03	41,94
9	42,50	39,25	49,78	34,45	46,43	40,67	58,13	54,41	60,35	40,44	42,91	54,88	31,99	39,81	41,72
10	43,09	39,88	50,03	34,92	46,79	40,86	58,76	54,88	60,59	41,11	43,86	55,42	32,84	40,06	42,40
11	42,59	38,82	49,31	34,45	46,48	40,61	58,36	54,80	60,59	40,42	42,88	54,75	32,10	39,90	41,96
12	42,11	38,52	49,20	34,11	46,05	40,17	57,80	54,31	60,13	40,02		54,44	31,84	39,47	41,34
M	42,36	38,91	49,44	34,34	46,30	40,38	58,10	54,48	60,10	40,27	42,86	54,64	32,01	39,59	41,66
s	0,44	0,59	0,53	0,44	0,46	0,42	0,49	0,40	0,41	0,48	0,55	0,46	0,47	0,44	0,46
N	12	12	12	12	12	12	12	11	12	12	11	12	12	12	12

Essai interlaboratoire – Distribution des teneurs en matière grasse



Evaluation de la fidélité - Laits individuels bovins -

VALEURS DE FIDELITE Taux butyreux (g/kg) Laits de vache individuels

Sample	EA1	EA2	EA3	EA4	EA5	EA6	EA7	EA8	EA9	EA10	EA11	EA12	EA13	EA14	EA15	Overall
L	12	12	12	12	12	12	12	11	12	12	11	12	12	12	12	142
Mean Y	42,4	38,9	49,4	34,3	46,3	40,4	58,1	54,5	60,1	40,3	42,9	54,6	32,0	39,6	41,7	45,0
sL	0,43	0,58	0,52	0,43	0,45	0,41	0,48	0,39	0,39	0,47	0,54	0,45	0,46	0,43	0,46	0,47
sr	0,17	0,10	0,18	0,16	0,16	0,12	0,15	0,13	0,17	0,11	0,13	0,13	0,12	0,11	0,10	0,15
sR	0,46	0,59	0,55	0,46	0,47	0,43	0,50	0,41	0,43	0,48	0,56	0,47	0,48	0,45	0,47	0,49
r	0,48	0,29	0,51	0,46	0,45	0,35	0,41	0,37	0,48	0,31	0,37	0,37	0,35	0,32	0,29	0,41
R	1,29	1,65	1,53	1,28	1,33	1,21	1,41	1,15	1,20	1,35	1,56	1,32	1,34	1,25	1,31	1,38
RSDr	0,4%	0,3%	0,4%	0,5%	0,3%	0,3%	0,3%	0,2%	0,3%	0,3%	0,3%	0,2%	0,4%	0,3%	0,3%	0,3%
RSDR	1,1%	1,5%	1,1%	1,3%	1,0%	1,1%	0,9%	0,8%	0,7%	1,2%	1,3%	0,9%	1,5%	1,1%	1,1%	1,1%
r rel	1,1%	0,7%	1,0%	1,3%	1,0%	0,9%	0,7%	0,7%	0,8%	0,8%	0,9%	0,7%	1,1%	0,8%	0,7%	0,9%
R rel	3,0%	4,3%	3,1%	3,7%	2,9%	3,0%	2,4%	2,1%	2,0%	3,4%	3,6%	2,4%	4,2%	3,2%	3,1%	3,1%

Essai interlaboratoire - Fidélité AG FTMIR (g/kg) - Laits individuels bovins -

Acides gras	Taux Y	sy	Ecart types			Ecart types relatifs			Limites de fidélités			
			sL	sr	sR	sL rel	sr rel	sR rel	r	R	r rel	R rel
Acide butyrique C 4:0	1,84	0,30	0,17	0,02	0,17	9,3%	1,0%	9,3%	0,05	0,48	2,7%	26,1%
Acide caproïque C 6:0	1,05	0,16	0,08	0,01	0,09	8,1%	0,7%	8,1%	0,02	0,24	2,1%	22,7%
Acide caprylique C 8:0	0,59	0,09	0,03	0,01	0,04	5,9%	1,0%	6,0%	0,02	0,10	2,9%	16,7%
Acide caprique C 10:0	1,23	0,18	0,11	0,03	0,11	8,7%	2,1%	9,0%	0,07	0,31	5,7%	25,1%
Acide laurique C 12:0	1,36	0,22	0,20	0,04	0,20	14,7%	2,8%	14,9%	0,11	0,57	7,8%	41,8%
Acide myristique C 14:0	4,56	0,65	0,17	0,06	0,18	3,7%	1,3%	3,9%	0,16	0,50	3,6%	10,8%
Acide palmitique C 16:0	13,46	2,03	1,40	0,30	1,43	10,4%	2,3%	10,6%	0,85	4,01	6,3%	29,8%
Acide stéarique C 18:0	4,37	1,03	0,34	0,09	0,35	7,7%	2,1%	8,0%	0,25	0,98	5,8%	22,3%
Acide trans vaccénique C 18:1 11t+10t	0,74	0,22	0,06	0,02	0,06	7,5%	2,3%	7,9%	0,05	0,16	6,5%	22,0%
C 18:1 totaux	11,22	3,37	0,94	0,29	0,99	8,4%	2,6%	8,8%	0,80	2,76	7,1%	24,6%
Acides linoléiques conjugués C 18:2 9c11t	0,28	0,09	0,02	0,01	0,02	7,8%	2,4%	8,1%	0,02	0,06	6,8%	22,8%
C 18:2 totaux	0,89	0,18	0,09	0,01	0,09	9,8%	1,1%	9,8%	0,03	0,24	3,0%	27,5%
C 18:3 totaux	0,29	0,07	0,07	0,01	0,07	24,0%	3,5%	24,3%	0,03	0,19	9,8%	68,0%
Acides gras saturés	30,54	4,70	1,09	0,28	1,13	3,6%	0,9%	3,7%	0,79	3,17	2,6%	10,4%
Acides gras mono-insaturés (cis et trans)	12,76	3,85	0,98	0,30	1,03	7,7%	2,4%	8,0%	0,84	2,87	6,6%	22,5%
Acides gras poly-insaturés (cis et trans)	1,29	0,27	0,07	0,02	0,07	5,5%	1,3%	5,7%	0,05	0,21	3,7%	15,8%
Acides gras omega-3 (cis et trans)	0,37	0,09	0,07	0,01	0,07	19,1%	3,2%	19,4%	0,03	0,20	8,9%	54,2%
Acides gras omega-6 (cis et trans)	0,85	0,14	0,15	0,01	0,15	17,0%	1,3%	17,1%	0,03	0,41	3,6%	47,8%
Matière grasse totale	45,03	8,53	0,47	0,15	0,49	1,0%	0,3%	1,1%	0,41	1,38	0,9%	3,1%

sL : écart type entre laboratoires ; sr : écart type de répétabilité ; sR : écart type de reproductibilité

r : écart limite de répétabilité ; R : écart limite de reproductibilité

Essai interlaboratoire - Fidélité AG FTMIR (g/kg) - Lait de mélange bovin -

Acides gras	Taux Y	sy	Ecart types			Ecart types relatifs			Limites de fidélités			
			sL	sr	sR	sL rel	sr rel	sR rel	r	R	r rel	R rel
Acide butyrique C 4:0	1,63	0,47	0,16	0,02	0,16	9,9%	1,1%	9,9%	0,05	0,45	3,2%	27,8%
Acide caproïque C 6:0	0,95	0,27	0,08	0,01	0,08	8,4%	0,8%	8,4%	0,02	0,22	2,3%	23,5%
Acide caprylique C 8:0	0,55	0,16	0,03	0,01	0,04	6,3%	1,2%	6,4%	0,02	0,10	3,3%	18,0%
Acide caprique C 10:0	1,16	0,37	0,11	0,03	0,12	9,7%	2,3%	10,0%	0,07	0,32	6,4%	28,0%
Acide laurique C 12:0	1,26	0,41	0,20	0,04	0,21	16,1%	3,1%	16,4%	0,11	0,58	8,6%	46,0%
Acide myristique C 14:0	4,02	1,17	0,18	0,06	0,19	4,4%	1,5%	4,6%	0,17	0,52	4,3%	12,9%
Acide palmitique C 16:0	11,03	3,70	1,32	0,34	1,36	12,0%	3,1%	12,4%	0,95	3,82	8,6%	34,6%
Acide stéarique C 18:0	3,42	1,19	0,30	0,09	0,31	8,6%	2,7%	9,0%	0,26	0,87	7,6%	25,3%
Acide trans vaccénique C 18:1 11t+10t	0,52	0,15	0,05	0,02	0,06	10,0%	3,3%	10,6%	0,05	0,16	9,4%	29,6%
C 18:1 totaux	8,20	2,25	0,88	0,29	0,92	10,7%	3,6%	11,3%	0,82	2,59	10,0%	31,5%
Acides linoléiques conjugués C 18:2 9c11t	0,20	0,05	0,02	0,01	0,02	11,0%	3,6%	11,6%	0,02	0,06	10,0%	32,4%
C 18:2 totaux	0,76	0,13	0,08	0,01	0,08	10,7%	1,2%	10,8%	0,03	0,23	3,4%	30,2%
C 18:3 totaux	0,22	0,05	0,07	0,01	0,07	29,3%	4,9%	29,7%	0,03	0,19	13,8%	83,3%
Acides gras saturés	25,79	7,98	1,06	0,31	1,10	4,1%	1,2%	4,3%	0,87	3,09	3,4%	12,0%
Acides gras mono-insaturés (cis et trans)	9,27	2,55	0,92	0,31	0,97	10,0%	3,3%	10,5%	0,86	2,72	9,3%	29,4%
Acides gras poly-insaturés (cis et trans)	1,10	0,20	0,06	0,02	0,07	5,8%	1,6%	6,1%	0,05	0,19	4,5%	16,9%
Acides gras omega-3 (cis et trans)	0,29	0,07	0,07	0,01	0,07	22,8%	4,4%	23,2%	0,04	0,19	12,2%	64,9%
Acides gras omega-6 (cis et trans)	0,79	0,12	0,14	0,01	0,14	17,5%	1,4%	17,6%	0,03	0,39	3,8%	49,3%
Matière grasse totale	36,48	10,78	0,49	0,14	0,51	1,3%	0,4%	1,4%	0,40	1,42	1,1%	3,9%

sL : écart type entre laboratoires ; sr : écart type de répétabilité ; sR : écart type de reproductibilité

r : écart limite de répétabilité ; R : écart limite de reproductibilité

Evaluation des biais entre appareils

ECARTS A LA REFERENCE - JUSTESSE

Ordre	EA1	EA2	EA3	EA4	EA5	EA6	EA7	EA8	EA9	EA10	EA11	EA12	EA13	EA14	EA15	di	sdi	ti	mi
1	-0,12	-0,12	0,04	-0,15	-0,16	-0,29	-0,03	-0,17	-0,19	-0,38	-0,45	-0,23	-0,53	-0,41	-0,36	-0,24	0,16	5,66	15
2	-0,56	-0,95	-1,11	-0,70	-0,74	-0,53	-0,86	-0,38	-0,41	-0,36	-0,41	-0,68	-0,08	-0,45	-0,49	-0,58	0,26	8,60	15
3	0,13	0,08	0,11	-0,03	-0,06	-0,10	-0,03	-0,04	-0,16	-0,07	-0,08	-0,12	-0,07	-0,03	-0,12	-0,04	0,08	1,78	15
4	-0,94	-1,04	-0,83	-0,85	-0,86	-0,89	-0,84	-0,87	-0,95	-1,03	-1,10	-0,88	-1,02	-0,96	-0,87	-0,93	0,08	42,60	15
5	0,07	0,17	0,11	0,22	0,07	0,09	-0,15		-0,14	0,04	-0,01	0,10	0,12	-0,03	0,03	0,05	0,10	1,70	14
6	0,51	0,59	0,73	0,64	0,72	0,54	0,51	0,48	0,29	0,53	0,51	0,38	0,55	0,48	0,58	0,54	0,11	18,37	15
7	-0,03	0,41	0,31	0,13	0,24	0,15	0,54	0,15	0,01	0,25	0,41	0,15	0,06	0,11	0,20	0,21	0,16	5,04	15
8	0,10	0,03	0,09	0,14	0,25	0,26	0,23	0,35	0,27	0,13	0,07	0,36	0,24	0,44	0,28	0,22	0,12	7,06	15
9	0,13	0,34	0,34	0,11	0,13	0,29	0,02	-0,08	0,26	0,16	0,05	0,24	-0,01	0,22	0,05	0,15	0,13	4,55	15
10	0,73	0,97	0,59	0,59	0,49	0,47	0,65	0,40	0,49	0,83	1,00	0,78	0,83	0,47	0,73	0,67	0,19	13,70	15
11	0,23	-0,09	-0,13	0,12	0,18	0,23	0,25	0,32	0,49	0,14	0,01	0,11	0,09	0,31	0,30	0,17	0,16	4,07	15
12	-0,25	-0,39	-0,24	-0,22	-0,26	-0,21	-0,30	-0,17	0,04	-0,25		-0,21	-0,17	-0,13	-0,32	-0,22	0,10	8,23	14
M	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00				
s	0,44	0,59	0,53	0,44	0,46	0,42	0,49	0,40	0,41	0,48	0,55	0,46	0,47	0,44	0,46				
N-1	11	11	11	11	11	11	11	10	11	11	10	11	11	11	11				

STATISTIQUES DE CALIBRAGE

Labo	Appareil	d%	sd%	Pente	ord.orig.	sd	sy,x	t b/1	r xy
A	1	-0,5%	0,4%	0,9900	0,68	0,16	0,15	0,04	0,9999
B	2	-1,3%	0,6%	1,0072	0,26	0,26	0,29	0,02	0,9996
C	3	-0,1%	0,2%	1,0019	-0,05	0,08	0,09	0,01	1,0000
D.1	4	-2,1%	0,2%	0,9960	1,10	0,08	0,08	0,01	1,0000
D.2	5	0,1%	0,2%	1,0083	-0,41	0,10	0,08	0,04	1,0000
E.1	6	1,2%	0,3%	1,0060	-0,81	0,11	0,11	0,02	0,9999
E.2	7	0,5%	0,4%	0,9965	-0,05	0,16	0,17	0,01	0,9998
F	8	0,5%	0,3%	0,9957	-0,02	0,12	0,10	0,02	0,9999
G.1	9	0,3%	0,3%	0,9994	-0,12	0,13	0,14	0,00	0,9999
G.2	10	1,5%	0,4%	1,0073	-1,00	0,19	0,19	0,03	0,9998
H.1	11	0,4%	0,4%	0,9925	0,17	0,16	0,15	0,03	0,9998
H.2	12	-0,5%	0,2%	0,9962	0,39	0,10	0,10	0,01	0,9999

Harmonisation entre appareils Modalités de correction / calibrage

Modalités de corrections évaluées:

- 1- Gamme 13 ETG MIR (régr. linéaire moindres carrés) => prédictions
- 2- Point de gamme naturelle : EA 15 (correction relative) => prédictions+Absorbance
- 3- Point de gamme de calibrage : MIR 9 (correction relative) => prédictions+Absorbance

Pour mémoire non présenté (données labos incomplètes) :

- 4- Lait congelé -80°C Phéno1 (correction relative)
- 5- Lait congelé -80°C Phéno1 (correction du biais)
- 6- Solution Equalizer (correction relative)

Harmonisation des appareils par correction

Reproductibilité potentielle - Taux de matière grasse

VALEURS DE FIDELITE (g/kg)

Sample	EA	MIR	Phéno 1 (*)
L	142	143	20
Mean Y	45,03	36,48	81,50
sL	0,47	0,49	0,31
sr	0,15	0,14	0,17
sR	0,49	0,51	0,35
r	0,41	0,40	0,47
R	1,38	1,42	0,98
RSDr	0,3%	0,4%	0,2%
RSDR	1,1%	1,4%	0,4%
r rel	0,9%	1,1%	0,6%
R rel	3,1%	3,9%	1,2%

EA cor Gam.MIR	EA cor MIR9	EA cor EA15
142	142	142
45,03	45,03	45,03
0,22	0,22	0,21
0,15	0,15	0,15
0,26	0,27	0,26
0,41	0,41	0,41
0,73	0,74	0,72
0,3%	0,3%	0,3%
0,6%	0,6%	0,6%
0,9%	0,9%	0,9%
1,6%	1,7%	1,6%

Harmonisation des réponses appareil => Stabilité de la répétabilité

ECARTS TYPES DE REPETABILITE AVANT ET APRES CORRECTION

Ecart types (g/kg)		Taux g/kg		Bruts	Correction Prédictions			Correction Absorbances	
Acides gras		Moyenne Y	sy		ETG MIR	EA15	MIR9	EA15	MIR9
Acide butyrique	C 4:0	1,84	0,30	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	1,6%	1,5%
Acide caproïque	C 6:0	1,05	0,16	0,7%	0,7%	0,8%	0,7%	0,7%	0,7%
Acide caprylique	C 8:0	0,59	0,09	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	1,6%	1,6%
Acide caprique	C 10:0	1,23	0,18	2,1%	2,0%	2,0%	2,0%	3,6%	3,5%
Acide laurique	C 12:0	1,36	0,22	2,8%	2,8%	2,9%	2,8%	4,3%	4,2%
Acide myristique	C 14:0	4,56	0,65	1,3%	1,3%	1,3%	1,3%	1,2%	1,2%
Acide palmitique	C 16:0	13,46	2,03	2,3%	2,2%	2,3%	2,3%	2,3%	2,3%
Acide stéarique	C 18:0	4,37	1,03	2,1%	2,1%	2,1%	2,1%	1,5%	1,5%
Acide trans vaccénique	C 18:1 11t+10t	0,74	0,22	2,3%	2,3%	2,3%	2,3%	5,9%	6,0%
	C 18:1 totaux	11,22	3,37	2,6%	2,6%	2,6%	2,6%	1,7%	1,7%
Acides linoléiques conjugués (t C 18:2 9c11t		0,28	0,09	2,4%	2,4%	2,4%	2,5%	5,9%	6,0%
	C 18:2 totaux	0,89	0,18	1,1%	1,1%	1,1%	1,1%	3,1%	3,2%
	C 18:3 totaux	0,29	0,07	3,5%	3,4%	3,6%	3,7%	4,9%	5,0%
Acides gras saturés		30,54	4,70	0,9%	0,9%	0,9%	0,9%	0,9%	0,9%
Acides gras mono-insaturés (cis et trans)		12,76	3,85	2,4%	2,4%	2,2%	2,3%	1,6%	1,6%
Acides gras poly-insaturés (cis et trans)		1,29	0,27	1,3%	1,3%	1,3%	1,3%	2,8%	2,8%
Acides gras omega-3 (cis et trans)		0,37	0,09	3,2%	3,1%	3,2%	3,3%	4,3%	4,4%
Acides gras omega-6 (cis et trans)		0,85	0,14	1,3%	1,3%	1,4%	1,3%	2,7%	2,7%
Matière grasse totale		45,03	8,53	0,3%	0,3%	0,3%	0,3%	0,5%	0,5%

supérieur à Bruts

supérieur à équivalent prédictions

Harmonisation des réponses appareil => Réduction de la reproductibilité

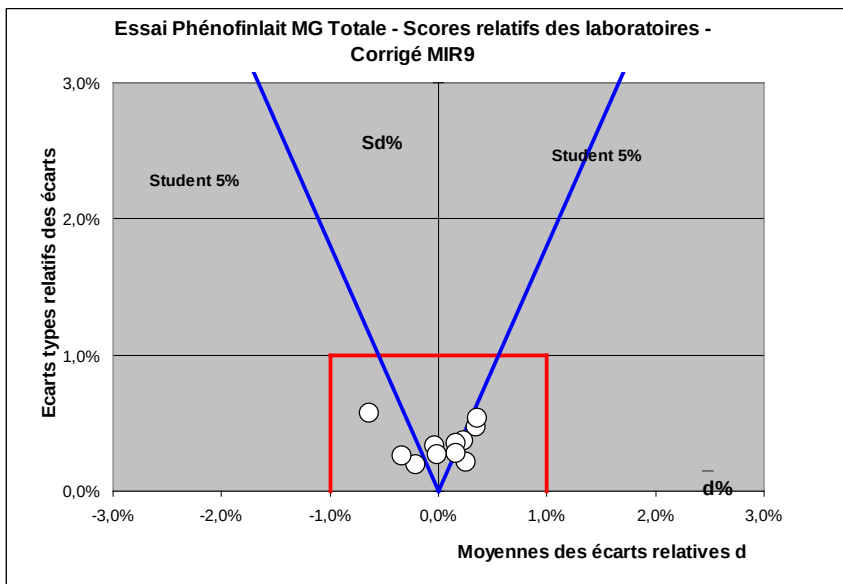
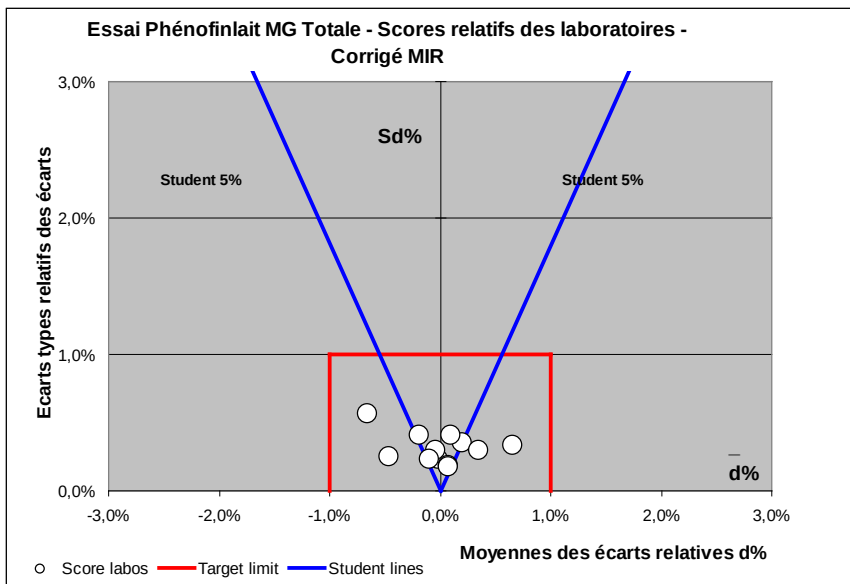
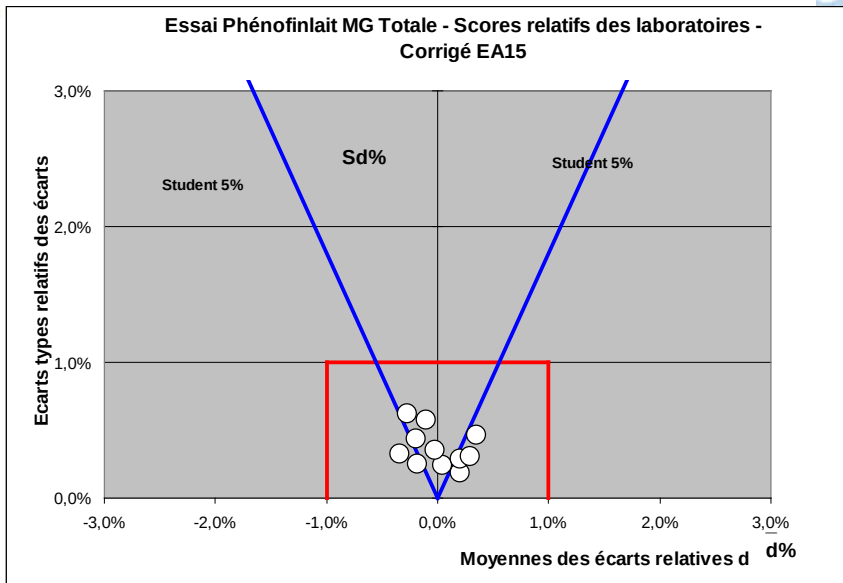
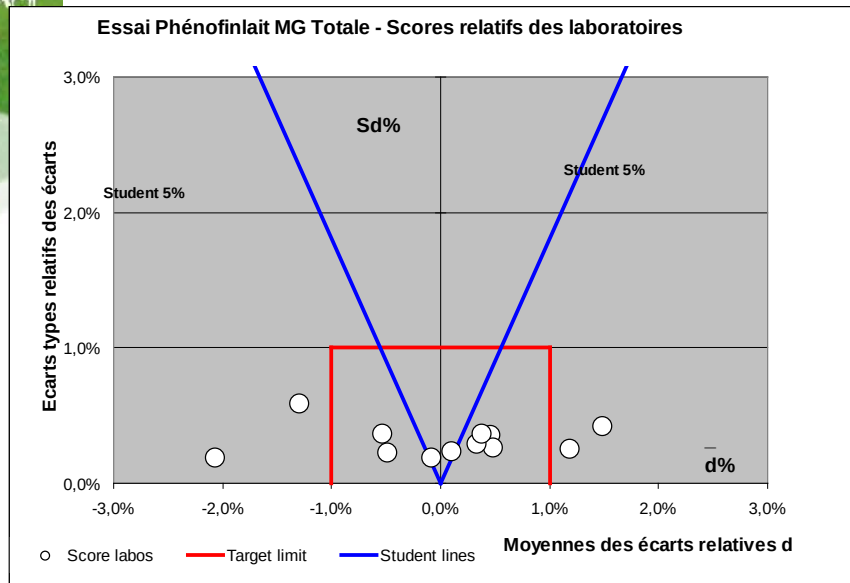
ECARTS TYPES DE REPRODUCTIBILITE AVANT ET APRES CORRECTION

Ecart types (g/kg)		Taux g/kg		Bruts	Correction Prédictions			Correction Absorbances	
Acides gras		Moyenne Y	sy		ETG MIR	EA15	MIR9	EA15	MIR9
Acide butyrique	C 4:0	1,84	0,30	9,3%	1,9%	2,6%	2,9%	2,2%	2,6%
Acide caproïque	C 6:0	1,05	0,16	8,1%	1,5%	2,2%	2,4%	1,4%	1,5%
Acide caprylique	C 8:0	0,59	0,09	6,0%	1,6%	2,2%	2,0%	2,4%	2,3%
Acide caprique	C 10:0	1,23	0,18	9,0%	3,0%	3,7%	3,3%	5,0%	4,6%
Acide laurique	C 12:0	1,36	0,22	14,9%	3,9%	5,5%	5,2%	5,9%	5,5%
Acide myristique	C 14:0	4,56	0,65	3,9%	1,9%	2,2%	2,0%	2,2%	2,5%
Acide palmitique	C 16:0	13,46	2,03	10,6%	3,8%	4,4%	4,3%	3,9%	3,8%
Acide stéarique	C 18:0	4,37	1,03	8,0%	3,9%	4,2%	4,2%	2,8%	3,0%
Acide trans vaccénique	C 18:1 11t+10t	0,74	0,22	7,9%	3,9%	4,3%	4,5%	8,8%	9,5%
	C 18:1 totaux	11,22	3,37	8,8%	4,7%	4,9%	4,8%	2,6%	2,8%
Acides linoléiques conjugués (C 18:2 9c11t		0,28	0,09	8,1%	4,0%	4,6%	5,7%	8,9%	9,6%
	C 18:2 totaux	0,89	0,18	9,8%	1,7%	2,6%	2,2%	4,3%	4,5%
	C 18:3 totaux	0,29	0,07	24,3%	6,7%	8,0%	8,2%	8,7%	9,7%
Acides gras saturés		30,54	4,70	3,7%	1,4%	1,7%	1,6%	1,4%	1,4%
Acides gras mono-insaturés (cis et trans)		12,76	3,85	8,0%	4,3%	4,4%	4,4%	2,4%	2,6%
Acides gras poly-insaturés (cis et trans)		1,29	0,27	5,7%	2,2%	2,4%	2,3%	3,8%	4,0%
Acides gras omega-3 (cis et trans)		0,37	0,09	19,4%	5,7%	6,9%	6,8%	7,5%	8,4%
Acides gras omega-6 (cis et trans)		0,85	0,14	17,1%	2,6%	4,1%	4,7%	4,4%	4,5%
Matière grasse totale		45,03	8,53	1,1%	0,6%	0,6%	0,6%	0,7%	0,7%

supérieur à Bruts

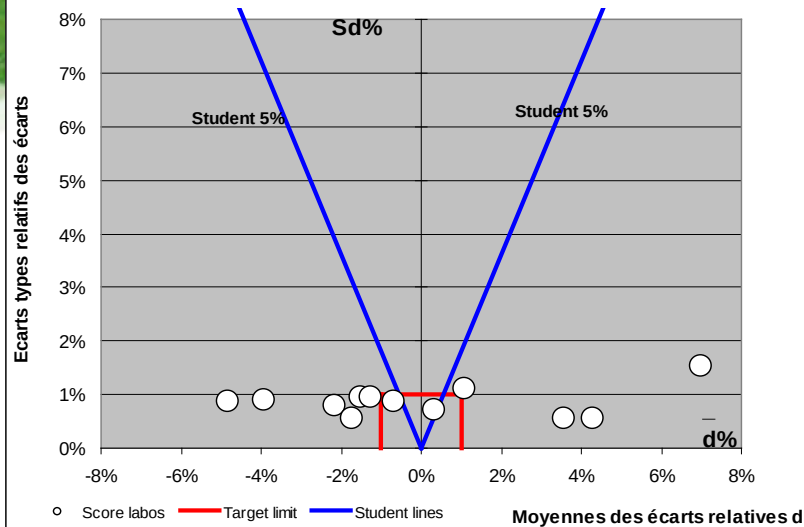
supérieur à équivalent prédictions

Essai interlaboratoire Phénofinlait - Correction TB g/kg

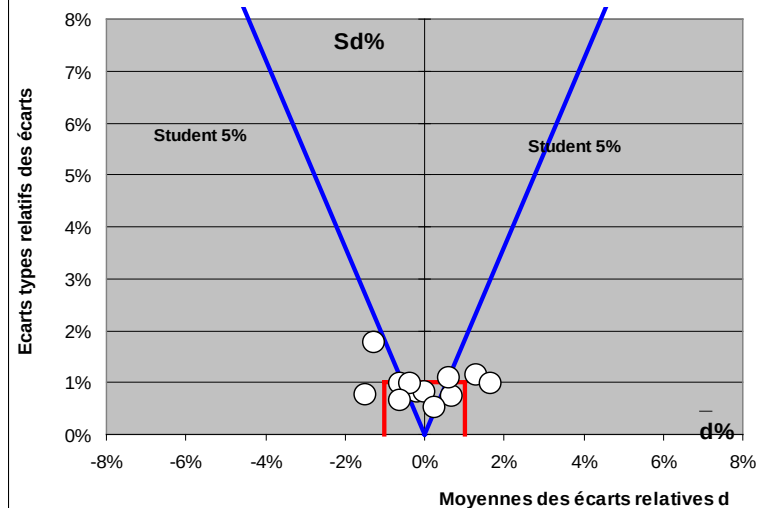


Correction sur prédictions - AG SAT

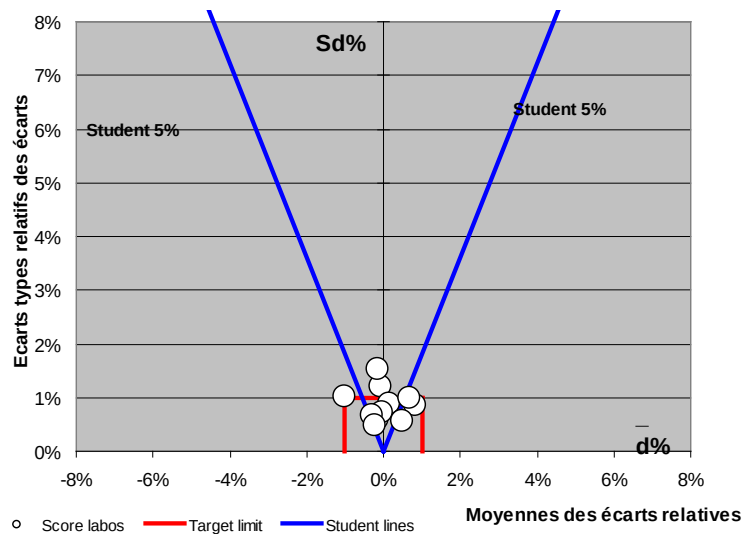
Essai Phénofinlait AG SAT - Scores relatifs des laboratoires



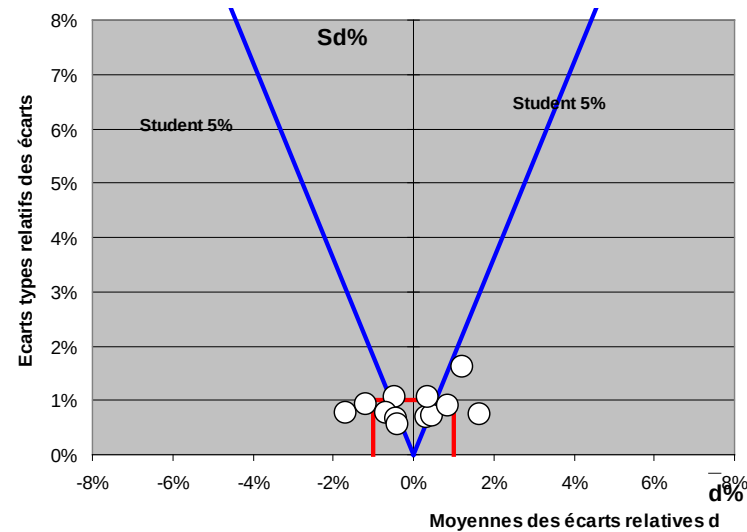
Essai Phénofinlait - AG SAT - Scores relatifs corrigés EA15



Essai Phénofinlait - AG SAT - Scores relatifs corrigés MIR

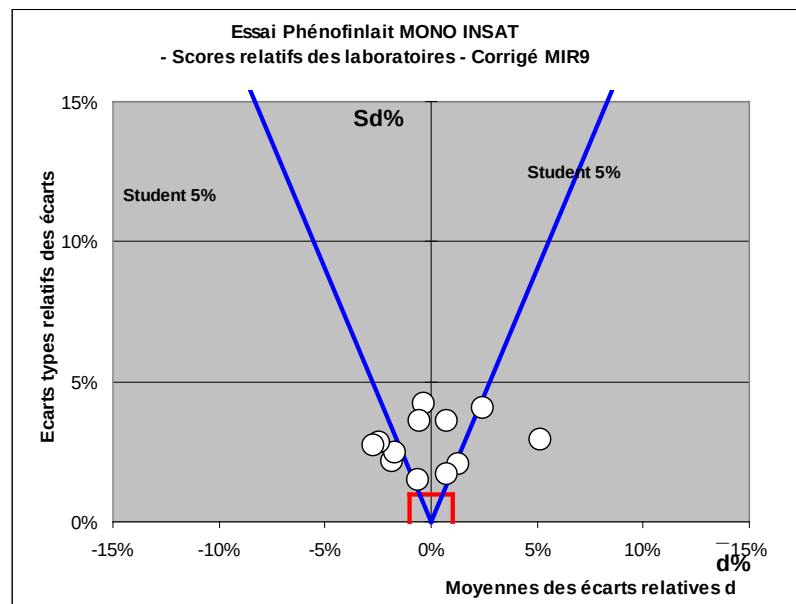
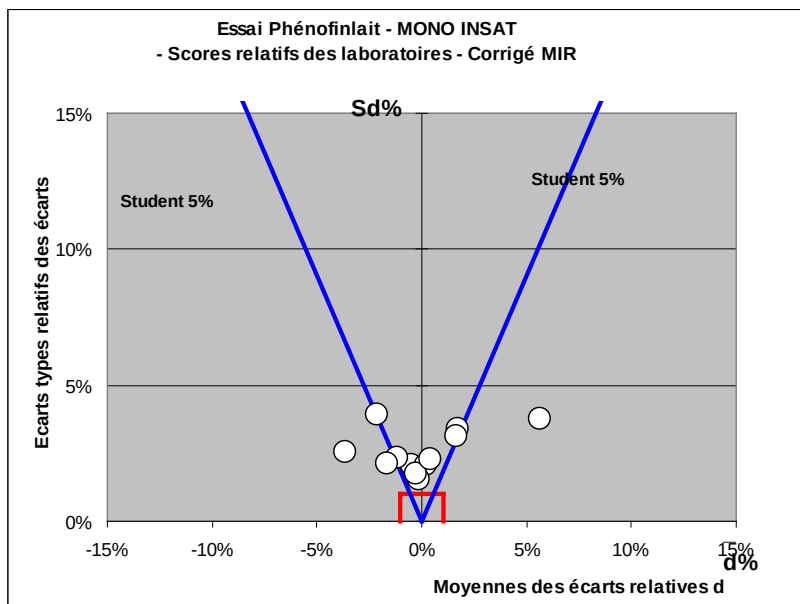
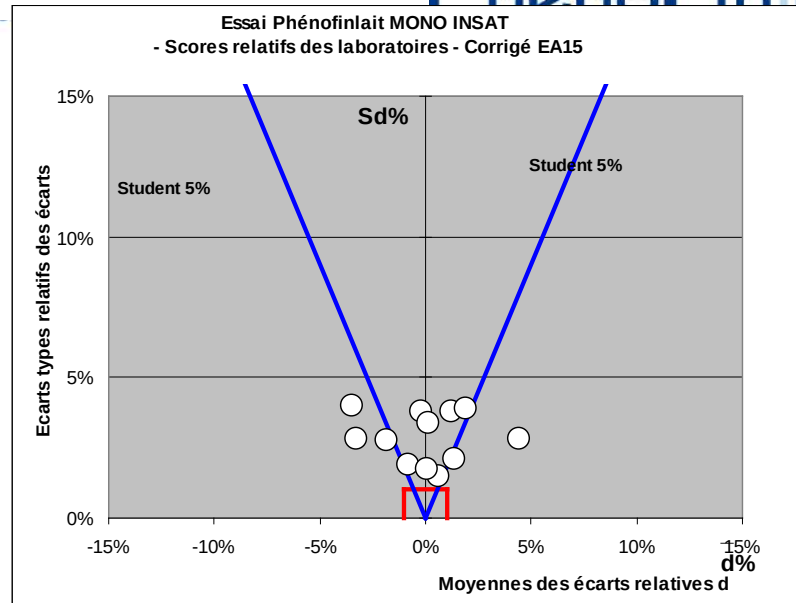
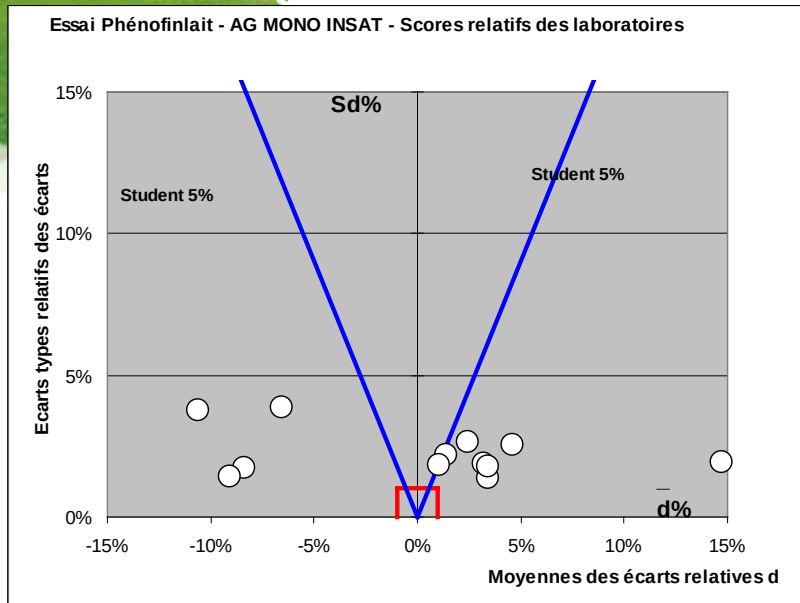


Essai Phénofinlait - AG SAT - Scores relatifs corrigés MIR9

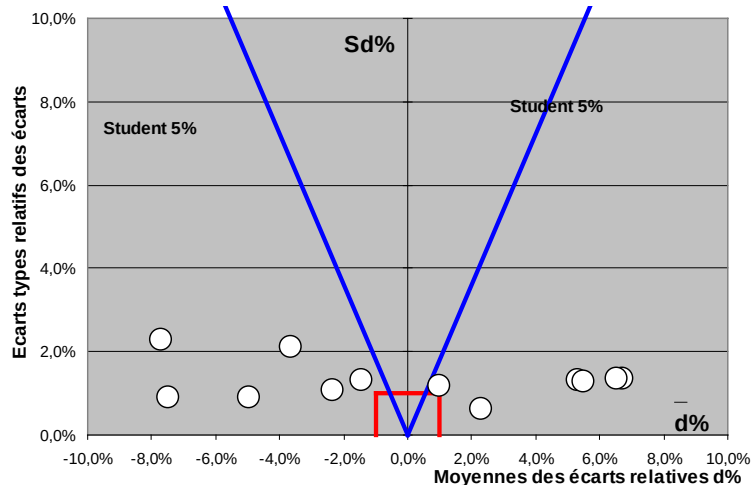


Correction sur prédictions - AG MONO INSAT

PhénoFinlait

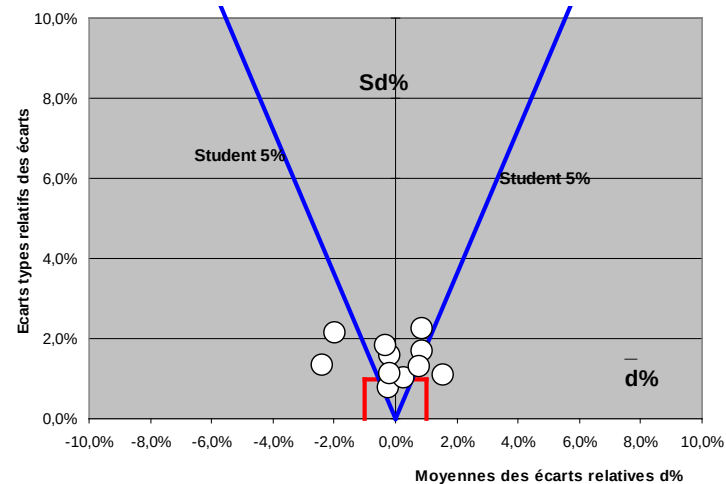


Essai Phénofinlait AG POLY INSAT - Scores relatifs des laboratoires

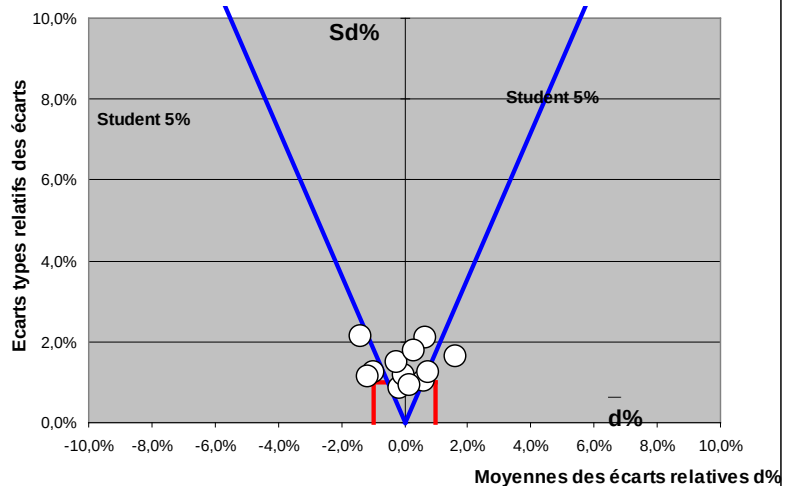


○ Score labos ■ Target limit — Student lines

Essai Phénofinlait AG POLY INSAT - Scores relatifs des laboratoires - Corrigé EA15

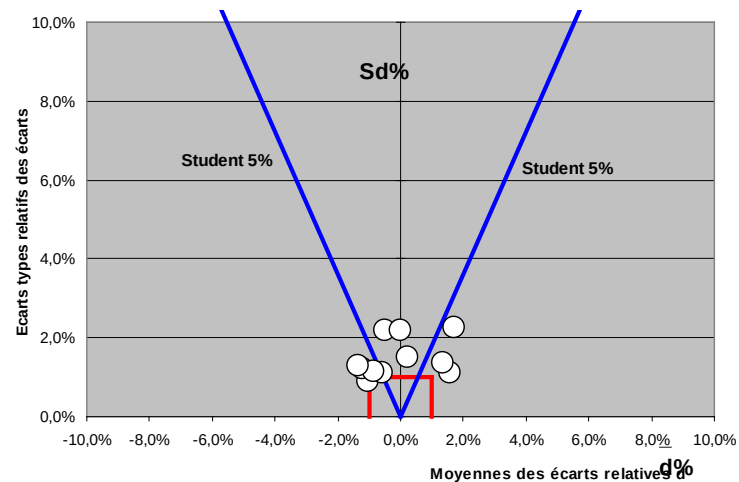


Essai Phénofinlait AG POLY INSAT - Scores relatifs des laboratoires - Corrigé MIR

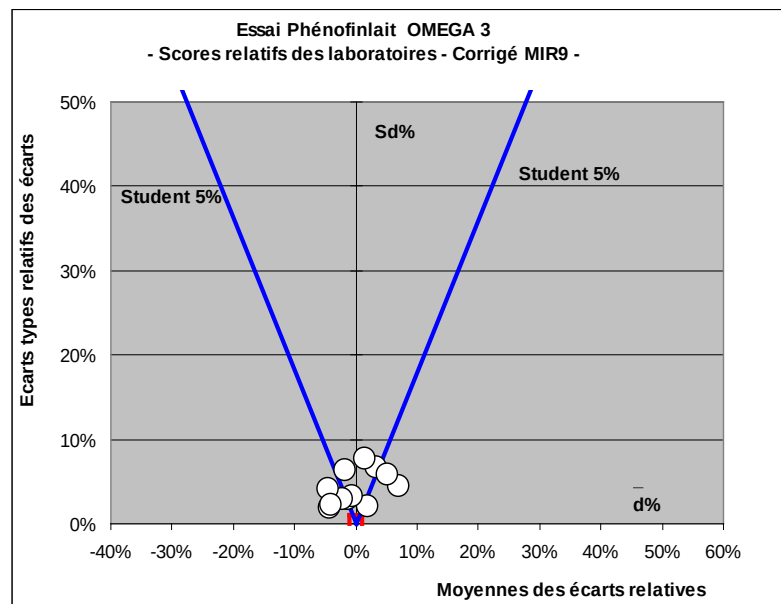
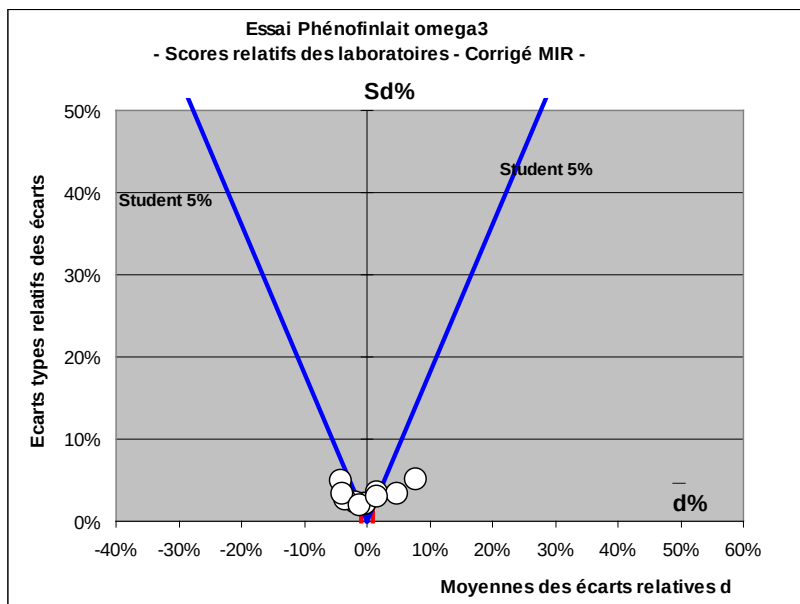
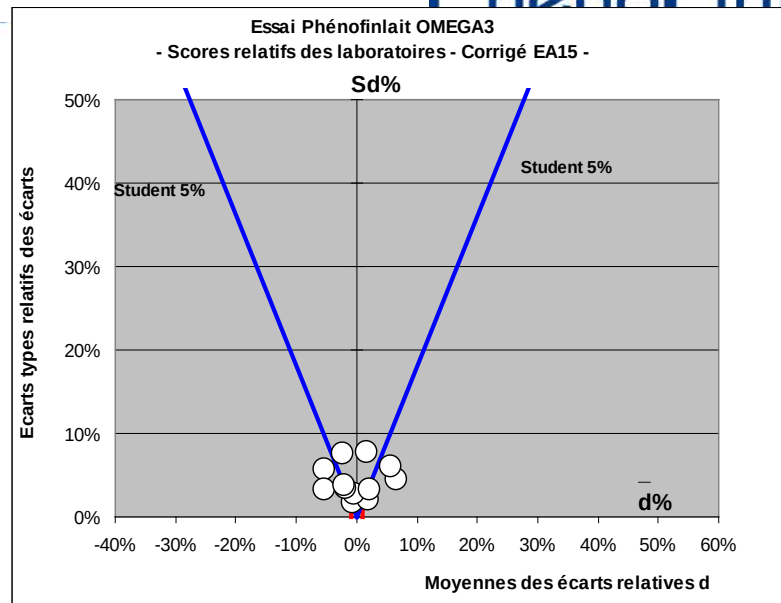
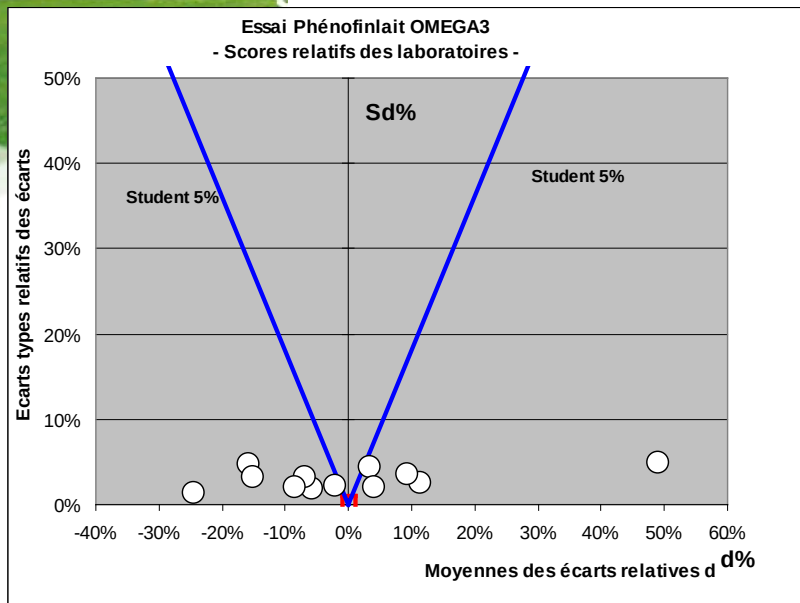


○ Score labos ■ Target limit — Student lines

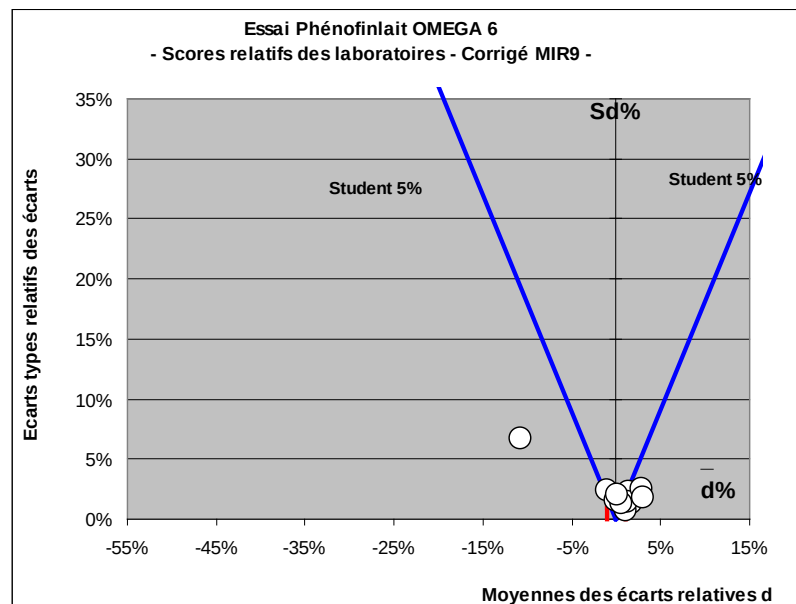
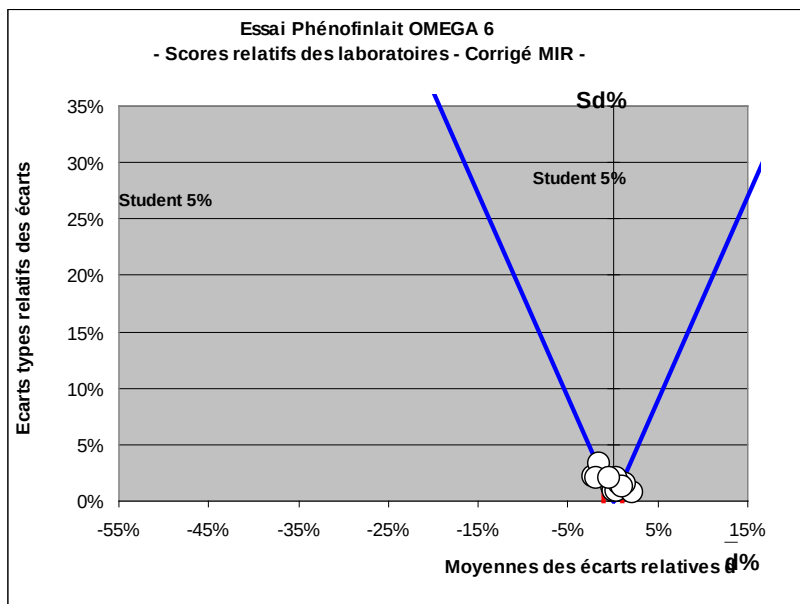
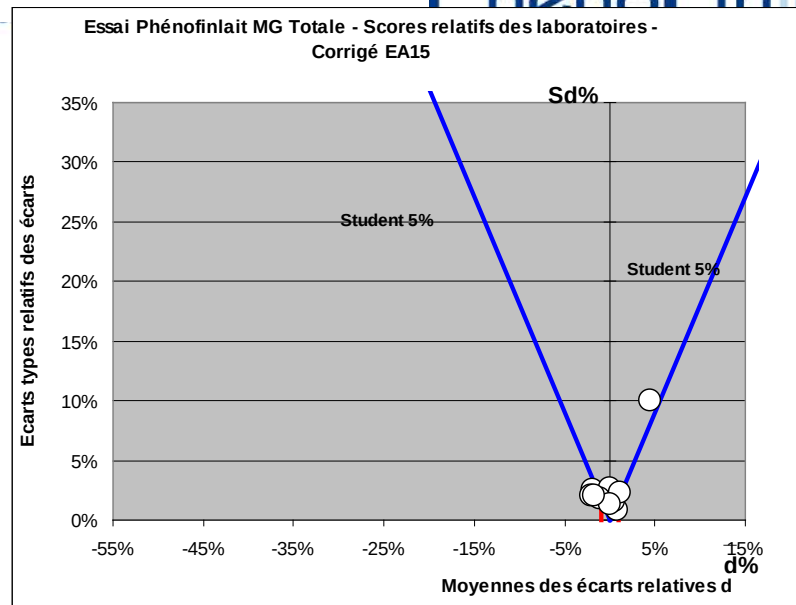
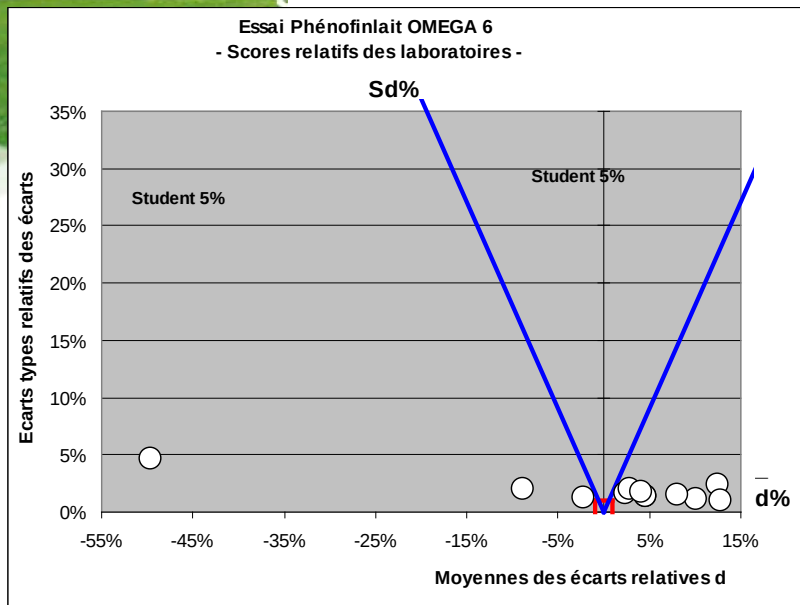
Essai Phénofinlait AG POLY INSAT - Scores relatifs des laboratoires - Corrigés MIR9



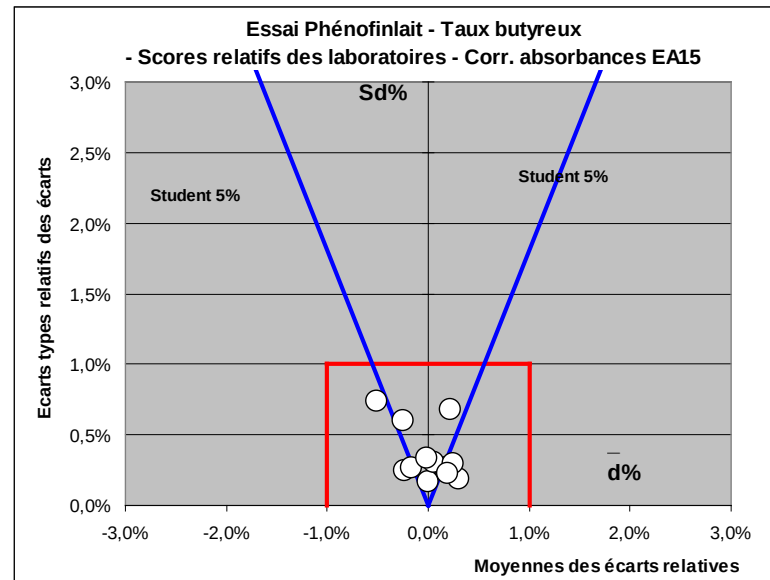
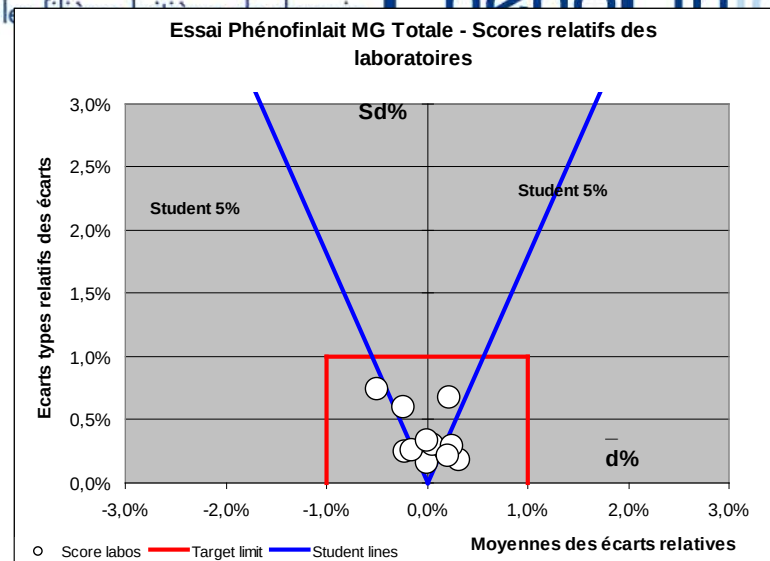
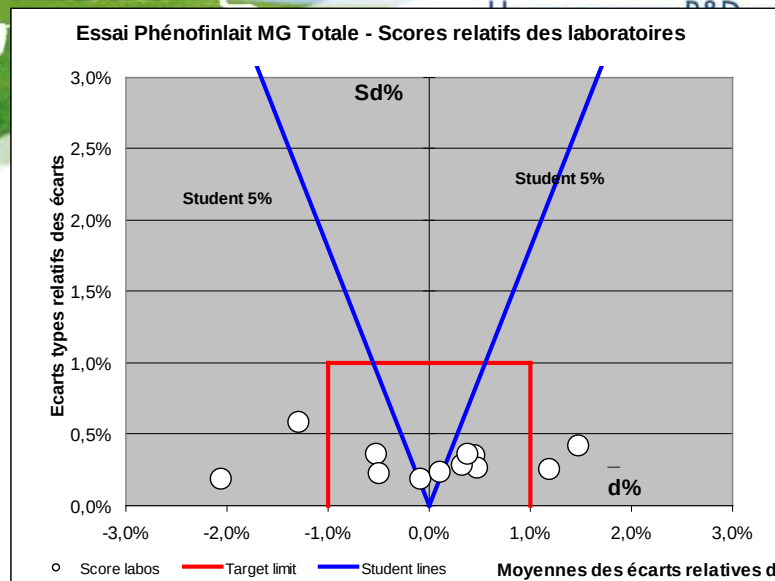
Correction sur prédictions - AG OMEGA3



Correction sur prédictions - AG OMEGA6



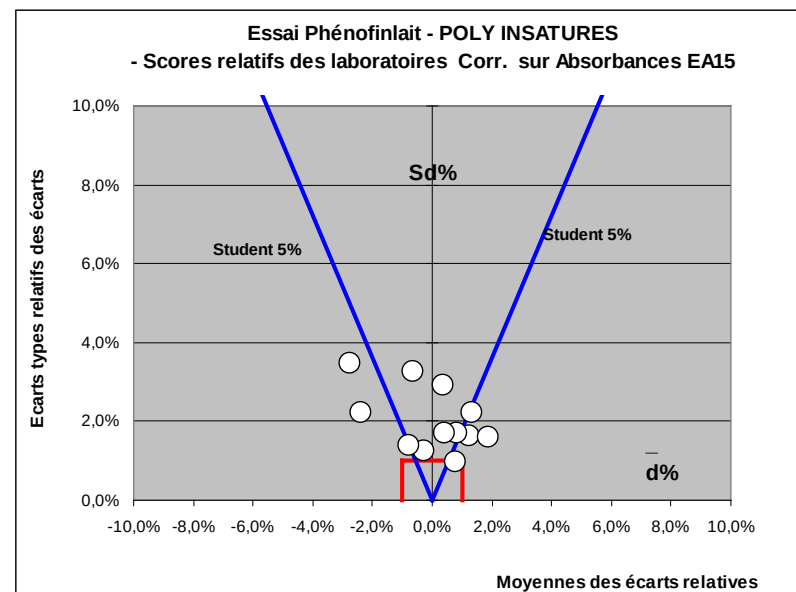
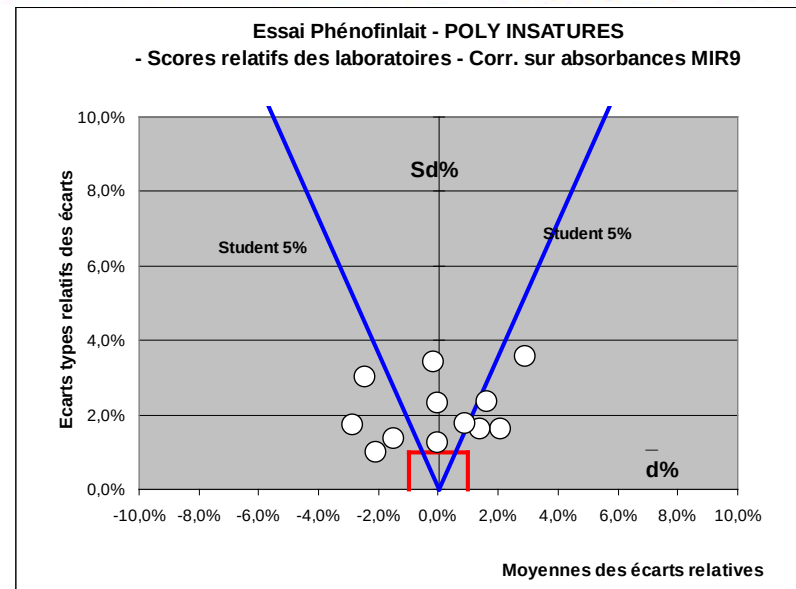
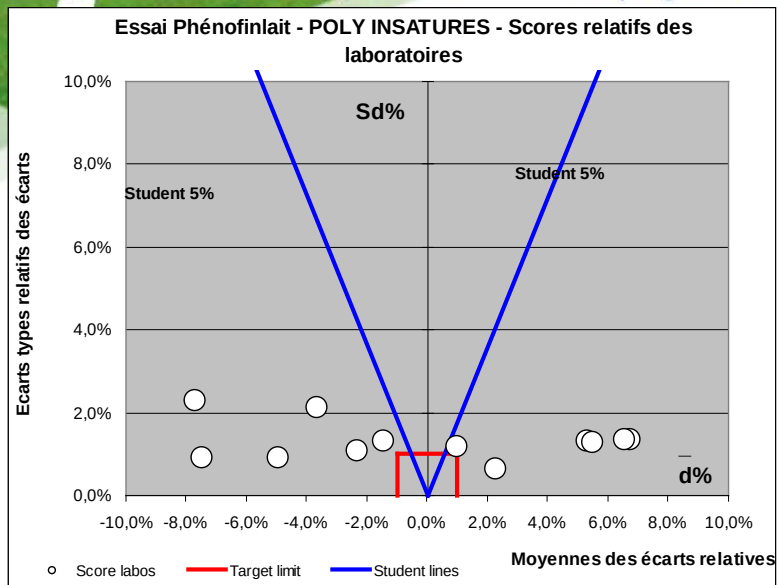
Taux butyreux - Correction sur absorbance



AG POLY INSAT - Correction sur absorbances

Un programme R&D pour les filières laitières de demain

Phénofinlait



Conclusion

- 1- **Equation + standardisation spectrale constructeur ne permettent pas une reproductibilité suffisante**
- 2- **Gamme de calibrage standard** (type ETG MIR) permet de **réduire la dispersion** des prédictions d'AG => optimum
- 3- **Ajustements simplifiés sur un point permet une réduction équivalente ou presque** (lait naturel, lait de calibrage commercial, congelés à -80°C ou conservé à +4°C).
- 4- La **congélation à -80°C** est un outil possible pour la conservation de laits de contrôle ou de calibrage sur le long terme
- 5- **Correction sur absorbances** permet de **réduire la dispersion** entre appareils malgré
 - des exceptions : C18:1 trans et C18:2 9c,11t (CLA)
 - une augmentation de la répétabilité

Suivi appareils (octobre 2009 ->)

Traçabilité et raccordement centralisé par analyse de laits de contrôle commun à tous les appareils :

-> LC = Lait **Congelé** -80°C

⇒ ajustement

-> LT = Lait Témoin bronopolé à 4°C

⇒ contrôle et doublage sécurité

Raccordement par maillage dans l'espace (appareils=> labos) et dans la temps (mensuel, bimensuel)

Mois	12/09		01/10		02/10		03/10		04/10		05/10		06/10		07/10		08/10		09/10		10/10		11/10		12/10	
Appareil	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q
1	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
2	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
3	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
4	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
5	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
6	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
7	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
8	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
9	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
10	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
11	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
12	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT
...	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT	LT LC	LT

Suivi appareils (octobre 2009 ->)

Traçabilité et raccordement centralisé par analyse de laits de contrôle commun à tous les appareils :

-> LC = Lait **Congelé** -80°C

⇒ ajustement

-> LT = Lait Témoin bronopolé à 4°C

⇒ contrôle et doublage sécurité

Raccordement par maillage dans l'espace (appareils=> labos) et dans la temps (mensuel, bimensuel)

Mois	12/09		01/10		02/10		03/10		04/10		05/10		06/10		07/10		08/10		09/10		10/10		11/10		12/10	
Appareil	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q
1	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
2	LC	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
3	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
4	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
5	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
6	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
7	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
8	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
9	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
10	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
11	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
12	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
...	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT

Appareil Maître

Suivi appareils (octobre 2009 ->)

Traçabilité et raccordement centralisé par analyse de laits de contrôle commun à tous les appareils :

-> LC = Lait **Congelé** -80°C

⇒ ajustement

-> LT = Lait Témoin bronopolé à 4°C

⇒ contrôle et doublage sécurité

Raccordement par maillage dans l'espace (appareils=> labos) et dans la temps (mensuel, bimensuel)

Mois	12/09		01/10		02/10		03/10		04/10		05/10		06/10		07/10		08/10		09/10		10/10		11/10		12/10	
Appareil	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q
1	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
2	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT
3	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
4	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
5	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
6	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
7	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
8	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
9	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
10	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
11	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
12	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
...	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT

Appareil Maître

Suivi appareils (octobre 2009 ->)

Traçabilité et raccordement centralisé par analyse de laits de contrôle commun à tous les appareils :

-> LC = Lait **Congelé** -80°C

⇒ ajustement

-> LT = Lait Témoin bronopolé à 4°C

⇒ contrôle et doublage sécurité

Raccordement par maillage dans l'espace (appareils=> labos) et dans la temps (mensuel, bimensuel)

Mois	12/09		01/10		02/10		03/10		04/10		05/10		06/10		07/10		08/10		09/10		10/10		11/10		12/10	
Appareil	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q	1q	2q
1	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
2	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT	LC	LT
3	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
4	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
5	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
6	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
7	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
8	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
9	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
10	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
11	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
12	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT
...	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT	LT

Appareil Maître

Harmonisation & raccordement

1- Sélection des points de maillage valides :

sur la base des taux butyreux (répétabilité, biais entre flacons)

2- Harmonisation des prédictions :

par **correction** des données (spectres ou prédictions) sur un **appareil de référence** « maître »:

⇒ Choix du chemin le plus court (Nb points de maillage minimal)

3- Raccordement de l'appareil de référence :

- Analyses CPG des 13 laits de contrôle (1 LC+12 LT)
- Détermination de la relation d'ajustement du calibrage
- Ajustement des prédictions FTMIR harmonisées

MERCI DE VOTRE ATTENTION !