

Comité du Lait ASBL	Feuille d'enregistrement	FEU-ASQ-00002(1)
Signatures des responsables (document N° 2653)		

### 0.1 Généralités

Code et version           INT-MOP-00007(10)  
Titre du document        Epreuve de la filtration - Propreté visible du lait  
Type de document        Instruction technique  
Date d'impression        6/11/2018

### 0.2 Résumé

Instruction technique décrivant comment vérifier la propreté visible du lait (présence de saletés macroscopiques)

### 0.3 Modification par rapport à la version précédente

Révision de la codification / expression des résultats

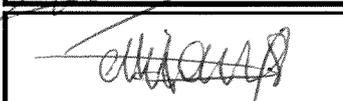
- Négatif
- Détectable
- Défavorable

§ 6.3, 6.6.1, 6.7.1 et 6.7.2

§ 6.7.4 : mise à jours des performances avec les données de 2019

### 0.4 Dates et Signatures

Approbateur    PIRAUX Emile  
                    Directeur  
Auteur           VESELKO Didier  
                    Responsable technique  
Vérificateur    DELLICOUR Stephanie  
                    Responsable laboratoire

6/11/19   
6/11/2018   
6/11/2019 



## Epreuve de la filtration - Propreté visible du lait

### 1 Objet et domaine d'application

Cette instruction technique décrit une méthode pour l'examen de la propreté visible du lait cru de vaches par une épreuve de filtration

### 2 Définitions

- **BDD** : "Blanc De Démarrage" : contrôle servant à vérifier le bon état de propreté de l'appareil en début de journée.
- **BDF** : "Blanc De Fin" : analyse servant à vérifier le bon état de propreté de l'appareil en fin de journée
- **BDC** : "Blanc De Contrôle" : analyse servant à vérifier le bon état de propreté de l'appareil en cours de journée
- **Filtres de référence** : filtres préparés par la « guidance scientifique » présentant différents niveaux d'encrassement et à utiliser pour juger de l'état d'encrassement des filtres analysés.

### 3 Références

- NOT-ASQ-00001 : « Glossaire Général »
- FEU-LCB-00001 : « Liste détaillée des analyses à effectuer sur un lot »
- FEU-FIL-00001 : « Résultat défavorable lors de l'épreuve de filtration »
- FEU-FIL-00002 : « Check-List : épreuve de la filtration »

### 4 Principe de l'analyse

La détermination de la propreté visible est réalisée par une épreuve de filtration.

Celle-ci consiste à filtrer entre 30 et 40 ml de lait au travers le filtre d'ouate sur une surface de 32.2 mm<sup>2</sup> (diamètre de 6,4 mm).

La lecture du résultat s'effectue par comparaison avec les filtres de référence établis par la « Guidance Scientifique ».

### 5 Matériel et réactifs

#### 5.1 Matériel et Maintenance

##### 5.1.1 Appareil de filtration

Un appareil de filtration (fabrication spéciale) est conçu pour pouvoir filtrer 44 échantillons à la fois sur des filtres rectangulaires. Cet appareil est entretenu une fois par an par changement de toute la tuyauterie, et nettoyage des parties fixes à l'air comprimé.

Il est connecté à une pompe à vide réglé sur une pression de vide de -40 à -60 kPa.

#### 5.2 Réactifs

##### 5.2.1 Solution de rinçage

Cette solution est constituée d'eau du robinet chaude additionnée d'un détergent ménager classique.

##### 5.2.2 Filtre

Ce sont des filtres d'ouate livrés en rouleau et dont la largeur est prévue afin de s'ajuster à la surface de filtrage de l'appareil et qu'un lot d'échantillons (44 pots) puisse tenir sur un seul filtre. Un espace doit également être réservé sur cette page pour permettre l'identification des échantillons positifs.

**Epreuve de la filtration - Propreté visible du lait**

## 6 Analyses

### 6.1 Préparation des échantillons

Juste avant le passage sur l'appareil, les échantillons doivent être convenablement homogénéisés par une série de minimum 3 retournements. Pour faciliter le mélange, les échantillons peuvent éventuellement être réchauffés dans un bain-marie.

### 6.2 Phase de démarrage

Un rinçage de l'appareil est réalisé avec un volume minimum de 3L de solution de rinçage  
Compléter la check-list FEU-FIL-00002.

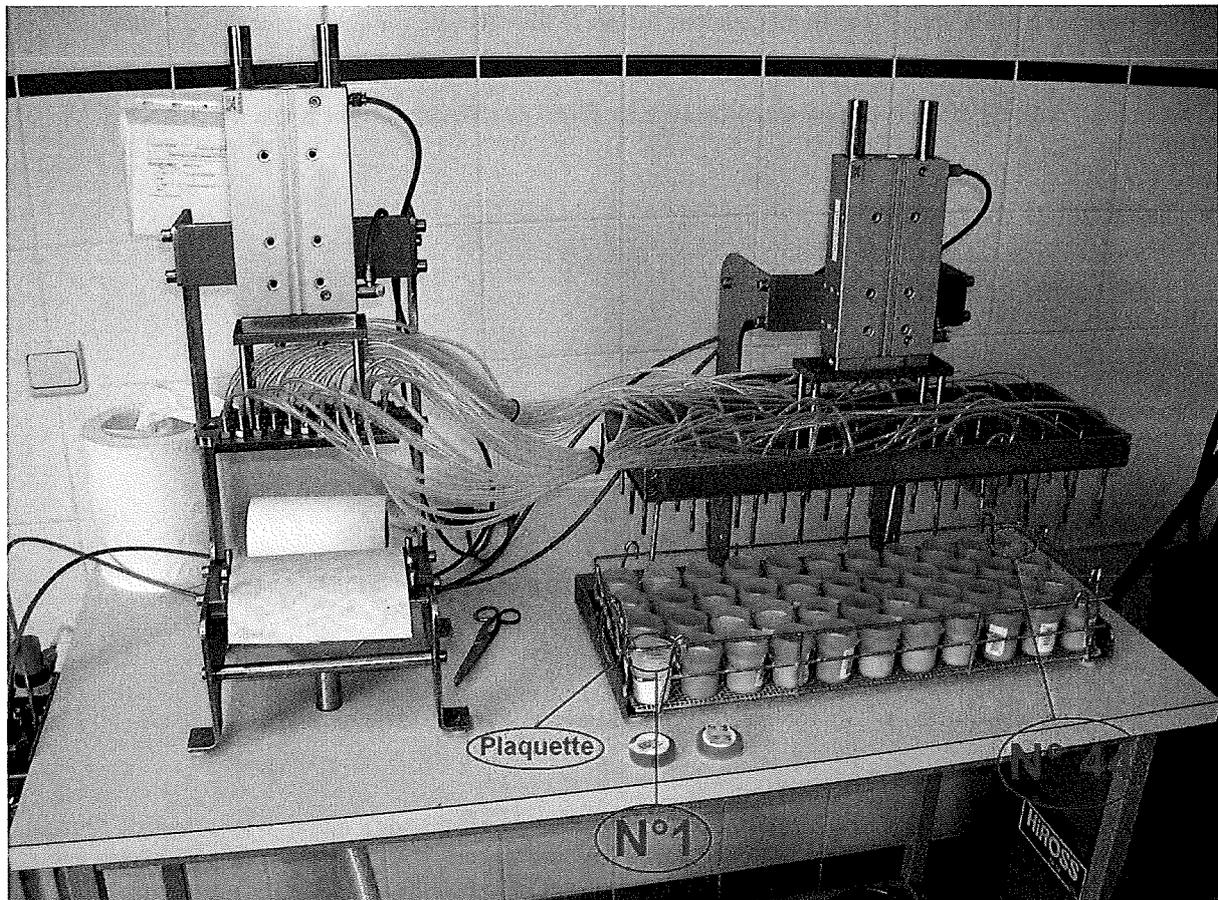
On analyse ensuite minimum 2L de solution de rinçage avec un filtre propre afin de s'assurer de la propreté de l'appareil (test blanc). Ce filtre est daté et identifié comme le contrôle « blanc de démarrage » (BDD)

Si le résultat est défavorable (voir §6.6.1), un nettoyage complet de l'appareil est effectué et le blanc de démarrages est refait jusqu'à ce qu'il soit bon.

### 6.3 Phase d'analyse (routine)

L'opérateur doit :

- Enlever les bouchons et mettre le panier en position sur la partie aspirante de l'appareil (voir photo).
- Mettre un nouveau filtre sur le porte filtre et l'identifier par le numéro de lot du panier ainsi que le numéro du panier..
- Lancer l'analyse.



## Epreuve de la filtration - Propreté visible du lait

Immédiatement après la fin du pompage, l'opérateur effectue une première interprétation du filtre (de manière analogue au point 6.7.1, mais sur filtre humide). Si un échantillon donne un résultat défavorable ou détectable (§ 6.7.1), un nettoyage complet de l'appareil est effectué avant d'analyser le panier suivant (2 L de liquide de nettoyage minimum).

Après utilisation, les filtres sont séchés par évaporation naturelle (il est impératif d'éviter le brunissement par la chaleur) puis interprété selon le point 6.7.1. L'opérateur consignera tous ces résultats sur la feuille d'enregistrement FEU-LCB-00001 « Liste détaillée des analyses à effectuer sur un lot » qui accompagne le casier. Il notera entre autre :

- Son identification
- La date d'analyse si elle est différente de la date d'impression de la feuille
- Il entourera le symbole « Fi » en entête de colonne afin de montrer l'analyse effectuée
- « D » dans la case correspondant à un échantillon défavorable (§ 6.7.1).
- « L » dans la case correspondant à un échantillon légèrement contaminé (détectable, présence d'impuretés mais en quantité insuffisante pour justifier la pénalisation) (§ 6.7.1)
- Il laissera vide les cases correspondant à des échantillons négatifs
- Il consignera tout problème éventuellement rencontré (problème, analyse refaite, analyse pas faite, ...)

A intervalle régulier, l'opérateur analysera un blanc de contrôle afin de s'assurer du bon état de son appareil (voir § 6.6.1).

### 6.4 Phase d'arrêt

Un rinçage de l'appareil est réalisé avec un volume minimum de 5L de solution de rinçage (BDF)  
Compléter la check-list FEU-FIL-00002.

L'opérateur transférera ses résultats au responsable du laboratoire qualité, celui-ci les validera puis les transmettra au service administratif pour encodage.

### 6.5 Etalonnages

#### 6.5.1 Etalonnages

Aucun étalonnage n'est nécessaire

#### 6.5.2 Réétalonnages

Aucun réétalonnage n'est nécessaire

### 6.6 Contrôles

#### 6.6.1 Contrôles internes

On effectue des blancs afin de contrôler la propreté de l'appareil

- BDD : blanc de démarrage en début de journée
- BDC : blanc de contrôle tous les 10 paniers
- BDF : blanc de fin de journée

La procédure est la suivante :

- Analyser minimum 2L de solution de rinçage sur un filtre propre selon la procédure habituelle (§6.3)
- Le résultat du test sera jugé défavorable si au minimum une des buses de pompage a donné un résultat non négatif (>0.10 US, voir 6.7.1 pour l'interprétation, avec une interprétation immédiate sur filtre humide).

#### 6.6.2 Contrôles externes

La justesse est contrôlée par la « Guidance Scientifique ».

## Epreuve de la filtration - Propreté visible du lait

### 6.7 Expression du résultat

#### 6.7.1 Interprétation du résultat

L'interprétation a lieu sur les disques secs.

La classification se fait par comparaison visuelle de l'encrassement du filtre par rapport aux filtres de référence.

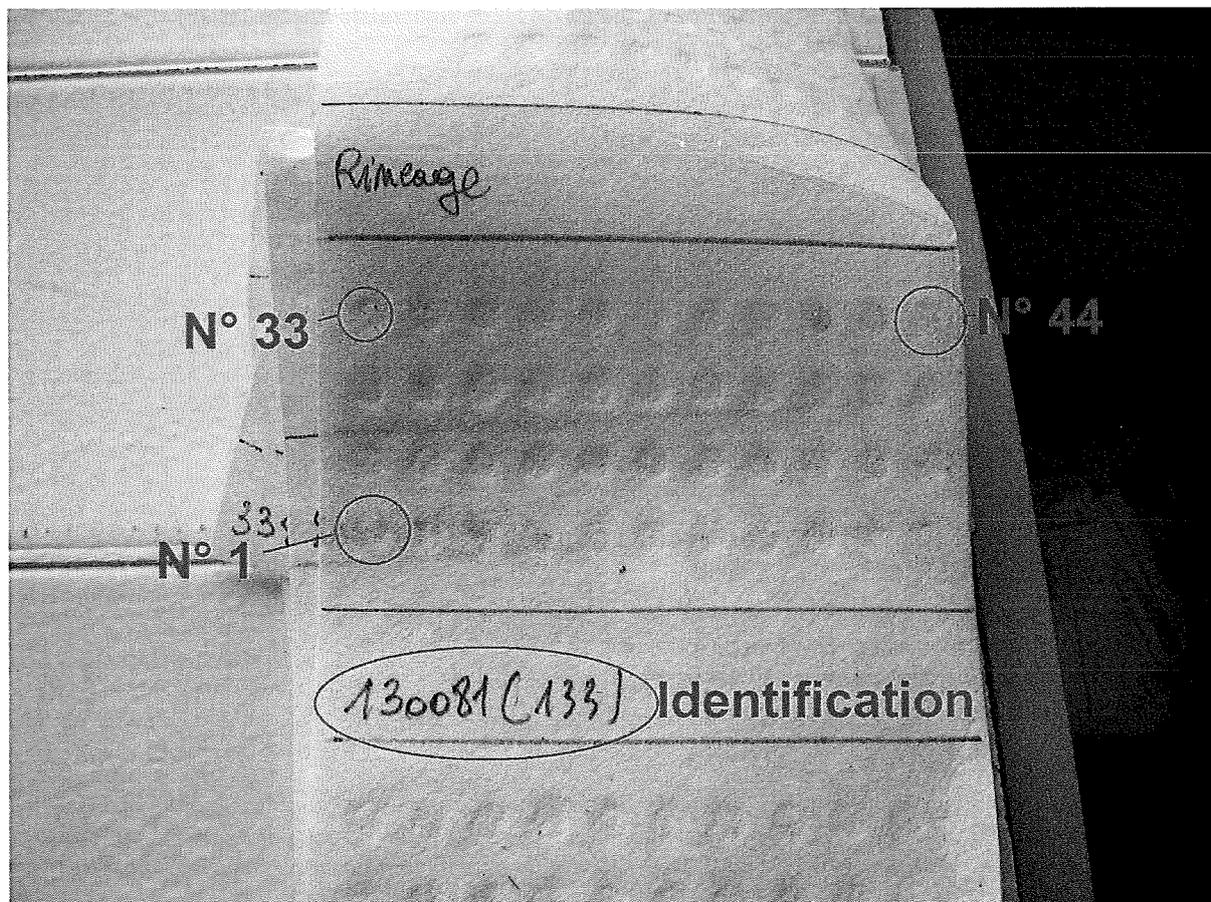
Le tableau ci-dessus permet à l'opérateur d'interpréter le filtre.

Niveau d'encrassement estimé du filtre par comparaison aux filtres de référence (US)	Lettre code servant à enregistrer le résultat	Classement	Explication	Pénalisation du client
$\leq 0.10$	B	Négatif	Pas d'impuretés trouvées	NON
$>0.10$ et $<0.25$	L	Délectable	Présence faible d'impuretés	NON
$\geq 0.25$	D	Défavorable	Présence avérée d'impuretés	OUI

En cas de présence faible ou avérée d'impuretés sur le filtre, on note alors sur le filtre et au marqueur indélébile

- la position de l'échantillon dans le panier 44
- L'identification du client (coller l'étiquette du pot si disponible).

La photo ci-dessous montre un exemple d'identification d'un filtre (voir 6.3) ainsi que la position de certains échantillons clefs du lot analysé sur le filtre.



#### 6.7.2 Domaine de mesures – Limites

Un résultat est exprimé selon l'un des trois lettres codes décrites dans le tableau du §6.7.1 : B / L / D

Sur le rapport d'essai FEU-ADM-00020 le résultat est exprimé de la manière suivante

- Résultat : B=Négatif / L=Négatif / D=Défavorable
- Limite inférieure : sans objet

## Epreuve de la filtration - Propreté visible du lait

- Limite supérieure : sans objet

### 6.7.3 Sensibilité du résultat

La propreté de la machine doit être irréprochable afin d'éviter toute contamination extérieure à l'échantillon.

### 6.7.4 Performances

L'analyse de 44 échantillons prend une trentaine de secondes.

La validation de méthode réalisée en septembre 2003 a donné les résultats suivants :

- Le laboratoire ne présente pas de déviations systématiques par rapport à ce qui est attendu (ni sous-estimation, ni surestimation).
- Le laboratoire obtient un taux de correspondance entre la mesure et la valeur attendue de
  - 80% lors de l'essai de novembre 2002
  - 94% lors de l'essai de juin 2003
  - 95.8% lors des essais inter laboratoires de 2010.
  - 96.7% lors des essais inter laboratoires de 2019 (58/60).
- Afin d'éviter tout problème de carry-over, il est impératif d'effectuer un rinçage de l'appareil après analyse d'un échantillon présentant des traces d'impuretés.

### 6.8 Administration

Après les analyses, le responsable du laboratoire qualité transmettra ses résultats au service administratif qui procédera à l'encodage des résultats à l'aide du programme LABOBA. Tout résultat d'un échantillon pour lequel l'appareil d'analyse matière grasse a donné un code « échantillon vide » (XE) sera désofficialisé (X) (quantité de lait insuffisante dans l'échantillon).

Le service administratif enverra également par poste une lettre d'avertissement au producteur concerné en utilisant le formulaire FEU-FIL-00001.

### 6.9 Classements et archivage

Le service administratif archivera les feuilles d'enregistrement dans une farde puis dans des boîtes d'archivage durant 3 ans.

### 6.10 Anomalies usuelles

Description	Solution	Enregistrement	Resp
Un blanc de démarrage n'est pas conforme	Nettoyer l'appareil et recommencer un blanc jusqu'à obtention d'un bon résultat	Le noter sur le blanc mauvais	Opérateur
Un blanc de contrôle (BDC) ou le blanc de fin de journée (BDF) ne sont pas conforme.	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Annuler les résultats depuis le dernier blanc conforme</li> <li>• Procéder à un nettoyage complet de l'appareil avant de poursuivre les analyses</li> </ul>	-	Opérateur
L'aspiration ne se fait pas correctement	Vérifier le bouchage éventuel de la tuyauterie de l'appareil.	-	Opérateur

