

## EVALUATION DE L'ANALYSEUR INFRAROUGE NIRMaste<sup>TM</sup>

Le NIRMaste<sup>TM</sup> est un spectrophotomètre proche infrarouge IRTF fabriqué par la société Buchi (Suisse, groupe Buchi) et commercialisé en France par la filiale française du groupe : Buchi France (SARL). Parmi ses applications disponibles, il permet la détermination des paramètres de composition des produits laitiers solides (poudre, fromage, beurre, yaourt...).

Sur le plan technique, il utilise la réflectance diffuse dans une gamme spectrale 12500-4000  $\text{cm}^{-1}$  avec une résolution de 8  $\text{cm}^{-1}$  et est muni d'un interféromètre à polarisation breveté par BUCHI<sup>®</sup>. Le NIRMaste<sup>TM</sup> existe en configuration IP 54 et IP 65 et peut être installé en zone de production, proche des équipements industriels. 3 types de coupelles sont disponibles : verre, polystyrène et coupelle incassable en quartz.

L'appareil est piloté par un PC intégré au moyen du logiciel de routine NIRWare<sup>®</sup> qui permet l'exportation des résultats. Le client peut également se doter du logiciel NIRCAL<sup>®</sup> qui permet le traitement du signal et la réalisation de calibrages selon des modèles PLS (régression des moindres carrés partiels).



### Les essais :

Les essais d'évaluation ont été menés au laboratoire de physico-chimie d'Actilait-Cecalait (analyses de référence et analyses instrumentales) de juillet à septembre 2011. Après avoir effectué des essais préliminaires de stabilité sur les paramètres matière sèche (MS), matière grasse (MG) et matière azotée totale (MAT), la répétabilité et la justesse sur le fromage pour ces mêmes paramètres ont été évaluées.

Les calibrages utilisés ont été développés par le constructeur au moyen du logiciel NIRCAL<sup>®</sup>, et les paramètres de calcul sont en rapport avec la norme NF ISO 21543 / FIL 201.

### **A- ESSAIS PRELIMINAIRES : EVALUATION DE LA STABILITE A COURT TERME**

#### **A.1- Procédure**

Une série de 3 échantillons de fromage a été analysée, en double consécutifs, toutes les 20 minutes pendant 3 heures environ. Les paramètres MG, MS et MAT ont été relevés.

#### **A.2- Résultats**

Le tableau suivant récapitule les résultats obtenus :

	FROMAGE 1			FROMAGE 2			FROMAGE 3		
	MS	MG	MAT	MS	MG	MAT	MS	MG	MAT
<b>N</b>	8								
<b>M (g/100g)</b>	64,94	33,15	29,04	63,45	33,98	26,59	58,75	31,39	24,21
<b>SR (g/100g)</b>	0,05	0,12	0,60	0,11	0,10	0,55	0,18	0,12	0,29
<b>SR (%)</b>	0,1	0,4	2,1	0,2	0,3	2,1	0,3	0,4	1,2

**Tableau 1 :** Critères de stabilité du NIRMaste pour les paramètres MS, MG et MAT

*N : nombre de résultats ; SR et SR% : écart-type de reproductibilité absolu et relatif ; M : moyenne des résultats*

### A.3- Conclusion

En l'absence de critères normatifs, on remarque que les écarts-types de reproductibilité relatifs obtenus fluctuent entre 0,1% et 2,1%.

## B- EVALUATION DE LA REPETABILITE ET DE LA JUSTESSE

### B.1- Echantillons

Les essais ont été réalisés à partir de 38 échantillons de fromages à pâte pressée cuite commercialisés en GMS (pour le critère matière grasse, seuls 37 échantillons ont été retenus pour l'évaluation). Les échantillons ont été analysés après écrouissage et broyage

### B.2- Procédure

La répétabilité et la justesse de l'appareil ont été évaluées sur l'ensemble des échantillons pour les paramètres MS, MG et MAT. Les dosages ont été effectués par série de 10 échantillons en doublant consécutivement chaque échantillon. Les valeurs instrumentales sont issues des calibrages constructeurs. Les mesures ont été réalisées au travers de boîtes de pétri en verre.

Les méthodes de référence utilisées pour l'évaluation de la justesse ont été les suivantes :

- Matière sèche : méthode par étuvage selon NF EN ISO 5534 (essais en simple) ;
- Matière grasse : méthode par extraction SBR selon NF EN ISO 1735 (essais en simple) ;
- Matière Azotée Totale: méthode Kjeldahl selon NF EN ISO 8968, avec conversion  $MAT = AT \times 6,38$  (essais en simple).

### B.3- Résultats

Les tableaux et figures suivants récapitulent les résultats obtenus :

	<b>n</b>	<b>min</b>	<b>max</b>	<b>M</b>	<b>Sx</b>	<b>Sr</b>	<b>Sr (%)</b>	<b>r</b>
<b>MS (g/100g)</b>	38	48,63	67,97	60,31	5,40	0,12	0,21	0,34
<b>MG (g/100g)</b>	38	23,11	36,81	31,00	3,69	0,11	0,35	0,30
<b>MAT (g/100g)</b>	38	20,56	29,98	25,68	2,37	0,12	0,45	0,32

**Tableau 2** : critères de répétabilité du NIRMasteur pour les paramètres MS, MG et MAT sur échantillons de fromage  
*n* : nombre de résultats ; *min* et *max* : valeur minimum et maximum NIR master ; *M* et *Sx* : moyenne et écart-type des résultats ; *Sr* et *Sr%* : écart-type de répétabilité absolu et relatif ; *r* : écart maximal de répétabilité dans 95% des cas.

	<b>MS (g/100g)</b>	<b>MG (g/100g)</b>	<b>MAT (g/100g)</b>
<b>n</b>	38	37	38
<b>min</b>	48,78	22,21	19,87
<b>max</b>	68,48	35,58	29,96
<b>Y</b>	60,67	30,23	25,44
<b>Sy</b>	5,73	3,63	2,57
<b>d</b>	-0,36	0,66	0,24
<b>Sd</b>	0,46	0,35	0,63
<b>Sy,x</b>	0,342	0,345	0,626
<b>Sy,x %</b>	0,57	1,12	2,44
<b>RMSEP</b>	0,58	0,74	0,67
<b>RMSEP %</b>	0,96	2,46	2,63
<b>b</b>	1,059	0,984	1,056
<b>a</b>	-3,20	-0,15	-1,67

**Tableau 3** : critères de justesse du NIR Master pour les paramètres MS, MG et MAT sur échantillons de fromage  
*n*, *min*, *max* : nombre de résultats, valeur de référence minimum et maximum ; *Y*, *X* : moyenne des résultats par méthode de référence et instrumentale ; *Sy* : écart-type des résultats par méthode de référence ; *d*, *Sd* : moyenne et écart-type des écarts ; *Sy,x* et *Sy,x %* : écart-type résiduel absolu et relatif ; *b*, *a* : pente et ordonnée à l'origine de la régression linéaire ; *RMSEP* et *RMSEP %* : erreur quadratique moyenne de prédiction absolue et relative

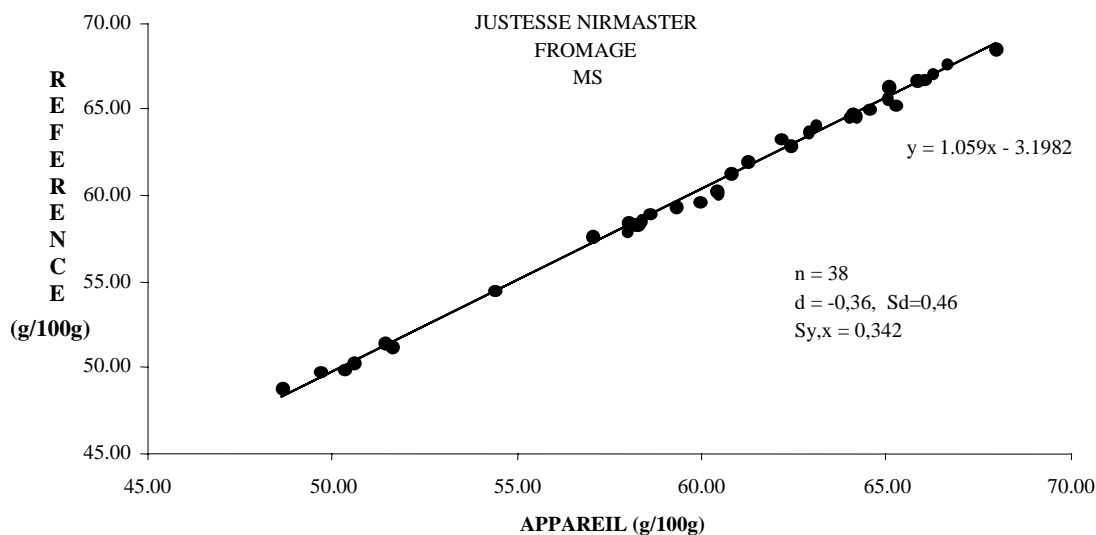


Figure 1 : Relation entre les résultats NIRMasteR et référence pour le paramètre MS sur échantillons de fromage

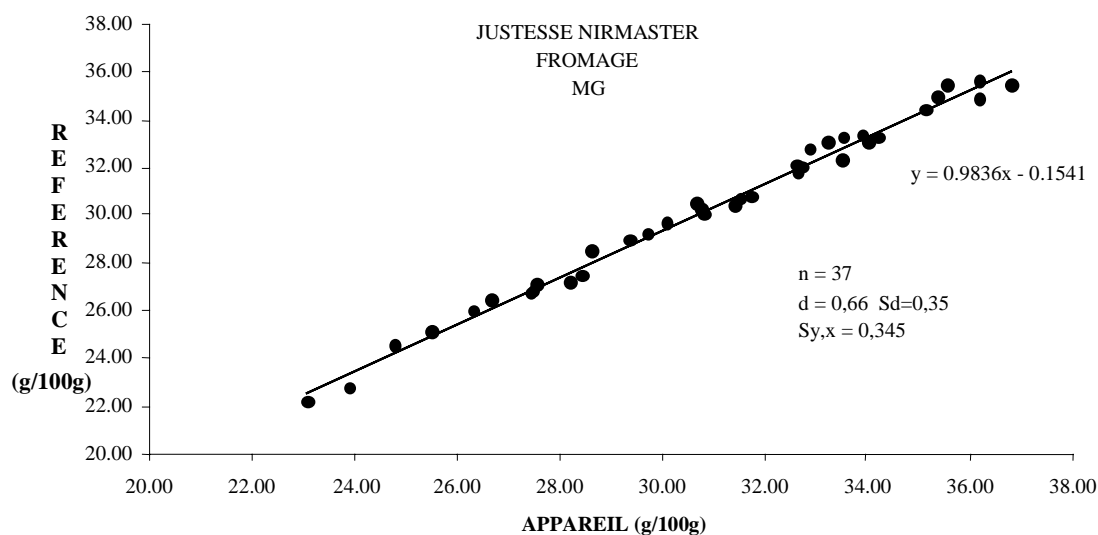


Figure 2 : Relation entre les résultats NIRMasteR et référence pour le paramètre MG sur échantillons de fromage

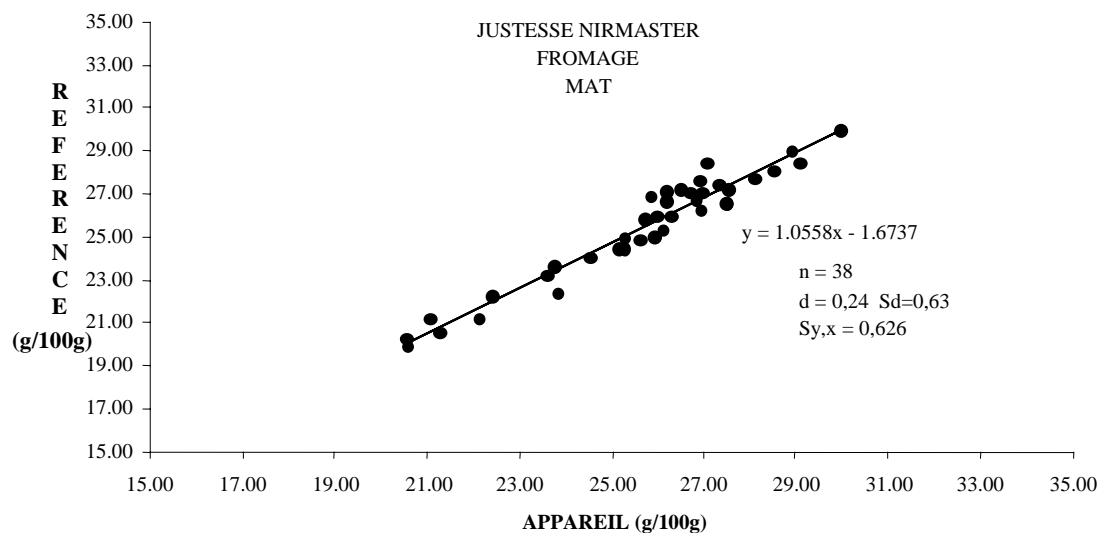


Figure 3 : Relation entre les résultats NIRMasteR et référence pour le paramètre MAT sur échantillons de fromage

On peut remarquer que :

⇒ Pour le paramètre MS, l'écart-type résiduel relatif est égal à 0,57%. La pente est égale à 1,059, significativement différente de 1 (P = 1%). L'erreur relative de prédiction est égale à 0,96%.

⇒ Pour le paramètre MG, l'écart-type résiduel relatif est égal à 1,12%. La pente est égale à 0,984, non significativement différente de 1 (P = 5%). L'erreur relative de prédiction est égale à 2,46%.

⇒ Pour le paramètre MAT, l'écart-type résiduel relatif est égal à 2,44%. La pente est égale à 1,056, non significativement différente de 1 (P = 5%). L'erreur relative de prédiction est égale à 2,63%.

#### **B.4- Conclusion**

Au niveau des performances de répétabilité, en l'absence de critères normatifs spécifiques aux analyseurs proche infra-rouge sur ces matrices, on peut remarquer que les écarts-types de répétabilité obtenus avec l'appareil sont très proches de ceux des méthodes de référence correspondantes (Sr = 0,12 g / 100 g contre 0,13 pour la matière sèche, 0,11 g / 100 g contre 0,11 pour la matière grasse et 0,12 g/100 g contre 0,11 pour la matière azotée).

Au niveau de la justesse, les valeurs observées permettent d'envisager des précisions d'estimation relatives ( $\pm 2 \cdot \text{RMSEP} \%$  au risque 5%) égales à  $\pm 1,9 \%$  pour la matière sèche,  $\pm 4,9 \%$  pour la matière grasse, et  $\pm 5,3 \%$  pour la matière azotée totale.

#### **CONCLUSION GENERALE**

Les performances de répétabilité et de justesse du NIRMaste ne peuvent pas être interprétées en raison de l'absence de critères normatifs sur ce type de méthode (instrumentale proche infra-rouge). Cependant, l'évaluation ayant été réalisée à partir d'un calibrage constructeur dédié à une gamme de fromages (pâte pressée et pâte pressée cuite), un ajustement spécifique de l'équation finale du modèle (pente et ordonnée à l'origine ou ordonnée à l'origine seule) sur les fromages analysés en routine permettrait vraisemblablement une amélioration des valeurs de précisions d'estimation relative observées. Des modèles plus spécifiques peuvent également être développés à partir de la base globale.

*D'après le rapport d'évaluation de l'analyseur infrarouge NIRMaste™ - X. QUERVEL – Octobre 2011*

#### ANNEXE

##### Liste des échantillons de fromage

#### STABILITE

Fromage 1 : Emmental

Fromage 2 : Comté

Fromage 3 : Gouda

#### REPETABILITE ET JUSTESSE

Chaussée aux moines™

Fol épi™

Gouda

Leerdamer™

St Paulin™

Beaufort

Emmental

Edam

Comté

Tomme du Jura

Appenzeller

Tomme de Savoie