

EVALUATION DE L'ANALYSEUR INFRAROUGE MIRA®

L'analyseur MIRA® est un spectrophotomètre fabriqué par la société Bruker. Il permet la détermination des paramètres de composition (matière grasse, matière sèche, lactose et en option le point de congélation) de produits laitiers liquides.

L'appareil est piloté par un PC et le traitement du signal est assuré par le logiciel OPUS/LSM2. Le nettoyage et la mesure du zéro sont complètement automatisés. Le spectrophotomètre utilise un détecteur de type DLaTGS. Différents filtres peuvent être utilisés pour la détermination d'un paramètre. Ils présentent des facteurs de correction différents de zéro.

Les caractéristiques de l'appareil utilisé pour cette étude étaient :

- MIRA®
- Numéro interne Bruker : 1804289
- Numéro de série : 100036
- Version du logiciel : OPUS 8.2.21



L'appareil a été installé dans une pièce à température contrôlée (20-23 °C – climatisation), sans lumière directe du soleil. La procédure d'installation a été effectuée par Bruker.

L'appareil requiert une solution de nettoyage (solution de Decon à 4%) ainsi qu'une solution zéro (Solution de triton X100 à 0.1%) fournies avec l'instrument.

LES TESTS

Les essais ont été menés au laboratoire de physico-chimie d'ACTALIA Cecalait de septembre 2019 à février 2020. Après avoir effectué des essais sur la stabilité de l'appareil, la répétabilité et la justesse sur lait cru de vache, crème et lait écrémé ou demi-écrémé pour les paramètres matière grasse (MG), matière protéique (MP) et matière sèche (MS) ont été évaluées.

L'évaluation de la justesse de l'appareil a été réalisée selon les normes suivantes :

- Matière grasse dans le lait : Méthode Gerber selon ISO 19662|FIL 238 : 2018
- Matière grasse dans le lait écrémé : Méthode Röse-Gottlieb selon ISO 1211|FIL 1 : 2010
- Matière grasse dans la crème : Méthode Röse-Gottlieb selon ISO 2450|FIL 16 : 2008
- matière protéique dans le lait et le lait écrémé : Méthode noir amido selon NF V04-216 : 2011
- Matière sèche dans le lait, le lait écrémé et la crème : Méthode par étuvage selon ISO 6731|FIL 21 : 2011

1. EVALUATION DE LA REPRODUCTIBILITE A COURT-TERME

La reproductibilité à court-terme a été évaluée en analysant 3 échantillons de lait, avec différents taux de matière grasse et matière protéique, en triple, toutes les 15 minutes afin d'obtenir au moins 20 séquences.

Pour évaluer la stabilité de l'appareil, la répétabilité et la reproductibilité ont été calculés pour chaque taux.

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
Matière grasse (g/100 g)	2,2	3,7	5,1
Matière protéique (g/100 g)	2,3	3,1	3,9

Tableau 1 : Teneur des échantillons utilisés pour l'évaluation de la reproductibilité à court-terme

ARTICLE

Le tableau suivant présente les résultats obtenus :

		M	Sr	Sr(%)	SR	SR(%)	r	R
Matière grasse (g/100 g)	Niveau 1	2,159	0,0081	0,374%	0,0229	1,060%	0,022	0,063
	Niveau 2	3,671	0,0066	0,179%	0,0204	0,555%	0,018	0,056
	Niveau 3	5,135	0,0085	0,166%	0,0174	0,339%	0,024	0,048
Matière protéique (g/100 g)	Niveau 1	2,341	0,0087	0,372%	0,0252	1,078%	0,024	0,070
	Niveau 2	3,143	0,0073	0,234%	0,0218	0,696%	0,020	0,060
	Niveau 3	3,928	0,0069	0,176%	0,0196	0,499%	0,019	0,054
Matière sèche (g/100 g)	Niveau 1	10,294	0,0199	0,193%	0,0494	0,480%	0,055	0,137
	Niveau 2	12,258	0,0190	0,155%	0,0447	0,365%	0,053	0,124
	Niveau 3	14,187	0,0187	0,132%	0,0336	0,271%	0,052	0,107

Tableau 2 : Critère de stabilité de l'appareil MIRA® pour les paramètres MG, MP et MS¹

Les résultats indiquent que les écarts-types de reproductibilité pour la matière grasse et la matière protéique sont inférieurs aux limites (0,028 g/100g) recommandées dans la norme ISO 8196-3|FIL 128-3.

En l'absence de valeurs normalisées pour la matière sèche, on peut également noter que la reproductibilité de l'instrument est inférieure à la reproductibilité de la méthode de référence (0,20 g/100g).

2. EVALUATION DE LA REPETABILITE

La répétabilité de l'appareil a été réalisée par l'analyse de :

- pour le lait cru entier de citerne : 44 échantillons de lait de citerne provenant d'une usine de l'ouest de la France.
- pour la crème : 34 échantillons de crème provenant d'une usine de l'ouest de la France.
- pour le lait écrémé et demi-écrémé : 20 échantillons de lait écrémé et demi-écrémé. Les échantillons ont été reconstitués à partir de lait écrémé et entier afin d'obtenir une gamme de 0,05 à 1,6 g de matière grasse / 100 g.

Les échantillons additionnés de conservateur (Bronopol 0,02%) ont été analysés en double selon la séquence suivante : Série 1 rép 1 – Série 2 rép 2 - ... - Série n rép n.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

		n	min	max	M	S _r	S _r %	r
Lait cru entier de citerne	Matière grasse (g/100 g)	44	3,98	4,44	4,20	0,006	0,14%	0,016
	Matière protéique (g/100 g)	44	3,26	3,51	3,36	0,005	0,14%	0,013
	Matière sèche (g/100 g)	44	12,70	13,24	12,95	0,008	0,06%	0,023
Crème	Matière grasse (g/100 g)	34	31,69	34,90	33,81	0,113	0,33%	0,313
	Matière sèche (g/100 g)	34	44,10	48,65	47,11	0,150	0,32%	0,414
Lait écrémé et demi-écrémé	Matière grasse (g/100 g)	19	-0,10	2,27	1,07	0,009	0,83%	0,025
	Matière protéique (g/100 g)	19	3,33	3,48	3,42	0,009	0,25%	0,024
	Matière sèche (g/100 g)	19	9,08	11,27	10,19	0,018	0,17%	0,049

Tableau 3 : Critère de répétabilité de l'appareil MIRA® pour les paramètres MG, MP et MS sur échantillons de lait de citerne, la crème et le lait écrémé et demi-écrémé²

On peut observer :

- pour le lait cru entier de citerne : pour la matière grasse et la matière protéique, les écarts-types de répétabilité sont conformes aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 ($S_r < 0,014$ g/100 g). L'écart-type de répétabilité, pour la matière sèche, est du même ordre que pour les autres critères et significativement inférieur à l'écart-type de répétabilité de la méthode de référence ($S_r = 0,036$ g/100 g).
- pour la crème : pour la matière grasse, l'écart-type de répétabilité relatif est conforme aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 ($S_r\% < 0,35$ %). L'écart-type de répétabilité relatif pour la matière sèche est équivalent aux résultats obtenus pour la matière grasse et l'écart-type absolu est supérieur à la limite de la méthode de référence ($S_r = 0,072$ g/100 g).

¹ M : moyenne ; S_r et S_R (S_r% et S_R%) : écart-type de répétabilité et reproductibilité absolu (et relatif) ; r et R : écart maximal de répétabilité et de reproductibilité dans 95 % des cas.

² N : nombre de résultats ; min et max : valeurs minimum et maximum ; M : moyenne des résultats ; S_r (S_r%) : écart-type absolu (et relatif) ; r : écart maximum de répétabilité dans 95 % des cas

• pour le lait écrémé et demi-écrémé : pour la matière grasse et la matière protéique, l'écart-type de répétabilité est conforme aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 (Sr < 0,014 g/100 g). L'écart-type de répétabilité, pour la matière sèche, est significativement inférieur aux limites de la méthode de référence (Sr = 0,036 g/100 g).

3. EVALUATION DE LA JUSTESSE

La justesse de l'appareil a été évaluée en utilisant la moyenne des résultats obtenus lors de l'évaluation de la répétabilité. Les échantillons présentant des valeurs aberrantes (sur la base des résidus à la régression supérieurs à 2 x écart type des écarts des résidus à la régression : seuil de 5%) ont été éliminés.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

		n	min	max	Y	Sy	d	Sd	Sy,x	Sy,x%
Lait cru entier de citerne	Matière grasse (g/100 g)	41	3,98	4,43	4,14	0,09	0,068	0,028	0,022	0,52%
	Matière protéique (g/100 g)	40	3,26	3,51	3,21	0,05	0,15	0,018	0,017	0,53%
	Matière sèche (g/100 g)	42	12,71	13,24	13,03	0,05	-0,08	0,049	0,046	0,35%
Crème	Matière grasse (g/100 g)	30	31,78	34,82	41,97	0,93	-8,16	0,190	0,194	0,46%
	Matière protéique (g/100 g)	33	44,22	48,59	47,40	1,01	-0,21	0,216	0,219	0,46%
Lait demi-écrémé et écrémé	Matière grasse (g/100 g)	19	-0,10	2,26	0,84	0,53	0,229	0,024	0,025	2,99%
	Matière protéique (g/100 g)	18	3,34	3,47	3,42	0,03	-0,003	0,013	0,014	0,40%
	Matière sèche (g/100 g)	18	9,09	11,27	10,13	0,45	0,105	0,060	0,062	0,61%

Tableau 4 : Critère de justesse de l'appareil MIRA® pour les paramètres MG, MP et MS sur échantillons de lait de citerne, la crème et le lait écrémé et demi-écrémé³

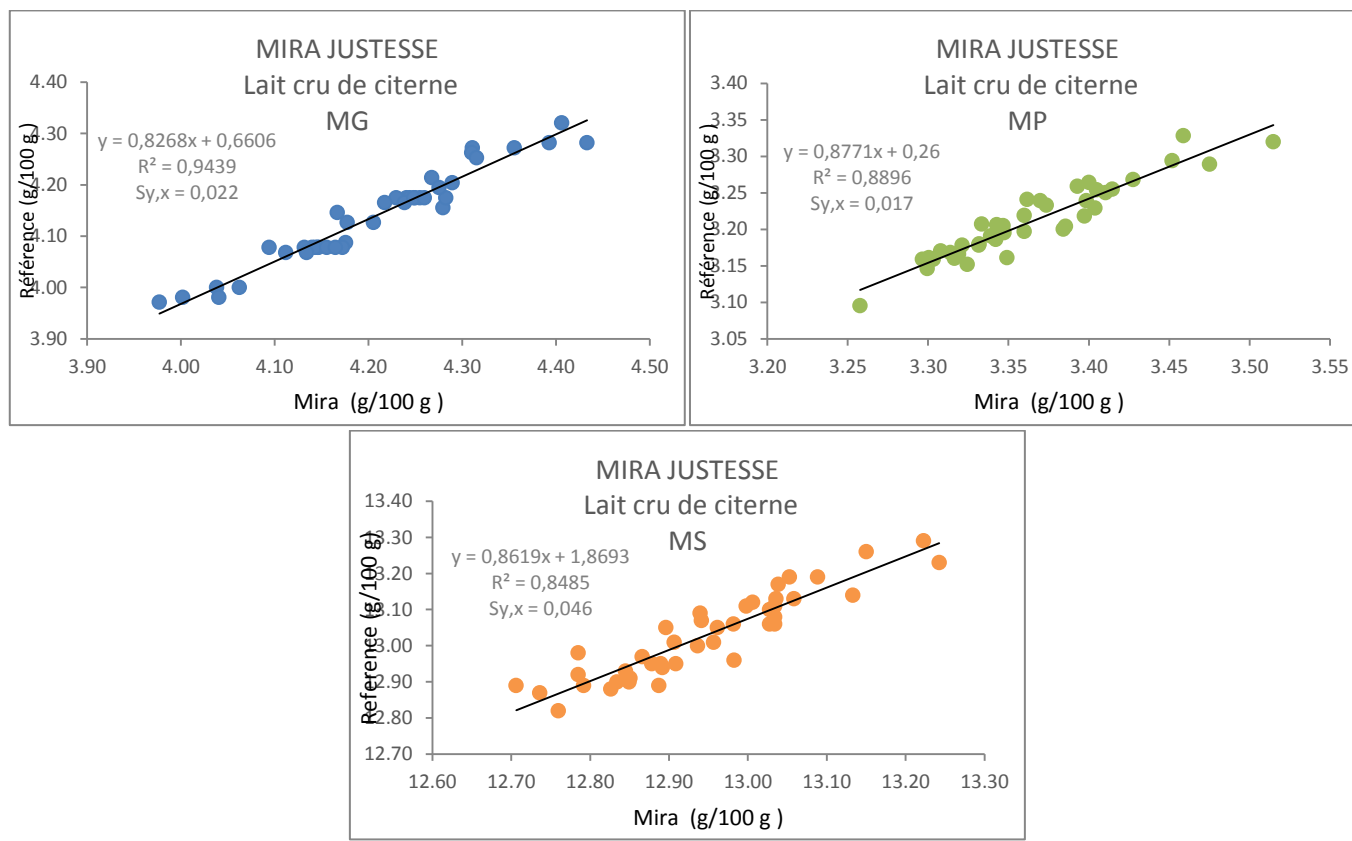


Figure 1 : Relation entre les résultats MIRA® et de référence pour les paramètres MG, MP et MS dans le lait cru de citerne

³ n, min, max : nombre de résultats, valeur minimum et maximum ; Y : moyenne des résultats par méthode de référence ; Sy : écart-type des résultats par méthode de référence ; d, Sd : moyenne et écart-type des écarts ; Sy,x (Sy,x%) : écart-type résiduel (relatif).

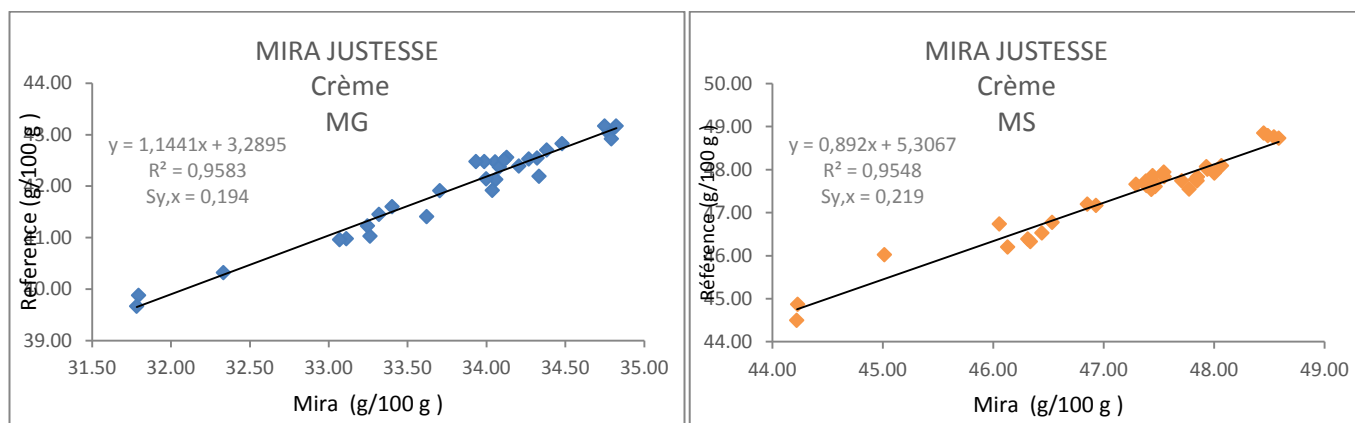


Figure 2 : Relation entre les résultats MIRA® et de référence pour les paramètres MG et MS dans la crème

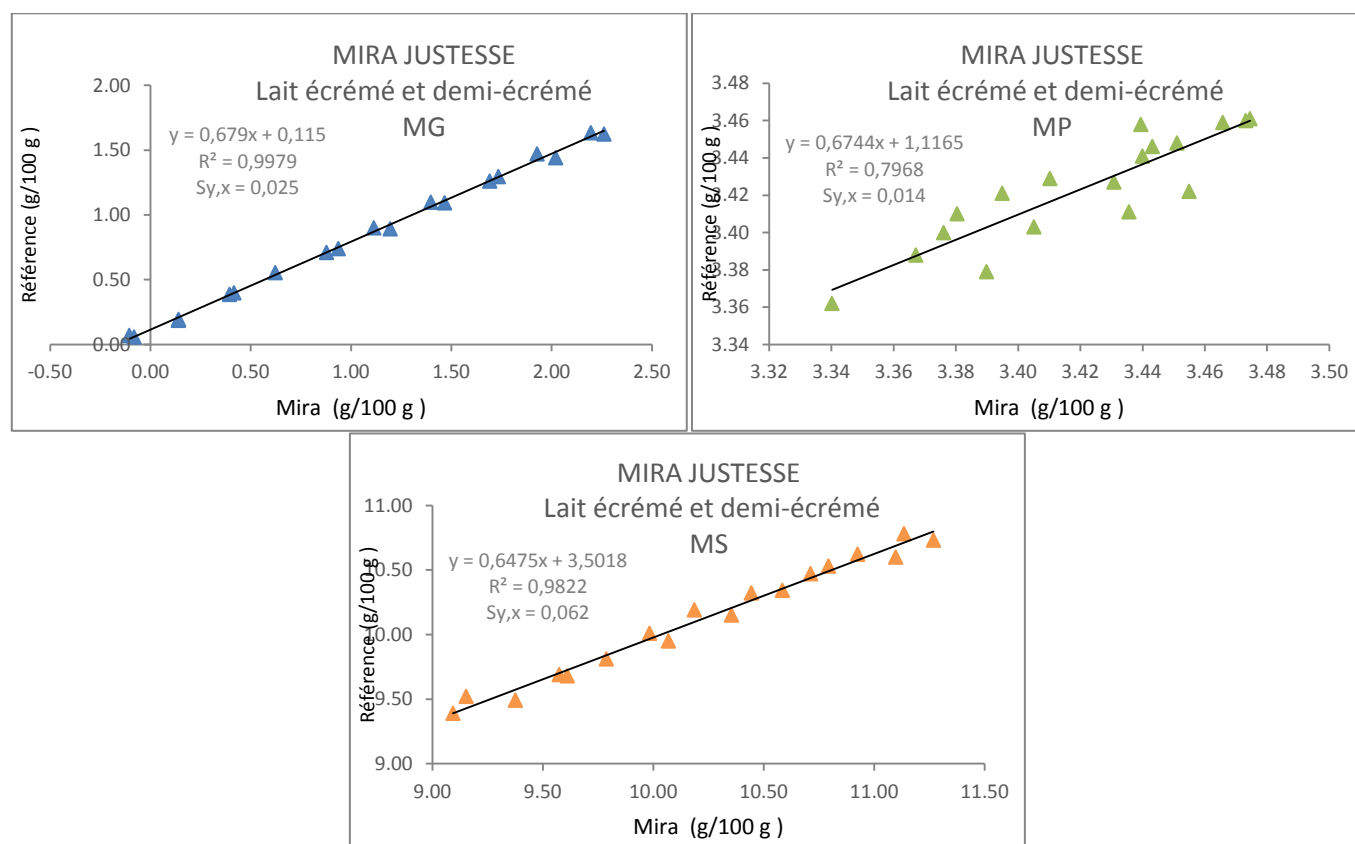


Figure 3 : Relation entre les résultats MIRA® et de référence pour les paramètres MG, MP et MS dans le lait écrémé et demi-écrémé

En ce qui concerne la relation entre les résultats de la méthode MIRA® et la méthode de référence, on peut observer :

- pour le lait cru entier de citerne :

Les moyennes et écarts-types de déviation sont respectivement égaux à 0,068 et 0,028 g de matière grasse/100 g, 0,154 et 0,018 g de matière protéique/100 g, et - 0,082 et 0,049 g de matière sèche/100 g.

Les pentes de régression (MG : 0,827 ; MP : 0,877 ; MS : 0,862) sont significativement différentes de 1,00. Les ordonnées à l'origine pour la MG (0,661), la MP (0,260) et la MS (1,869) sont significativement différentes de 0,00. Ces résultats peuvent s'expliquer par les laits utilisés pour cette évaluation qui peuvent présenter une composition fine différente de ceux utilisés pour calibrer l'instrument ainsi que la gamme de teneurs des échantillons testés qui n'est pas très étendue.

Les écarts-types résiduels de régression linéaire sont égaux à 0,022 g de MG/100 g, 0,017 g de MP/100 g, et 0,046 g de MS/100 g.

ARTICLE

- pour la crème :

Les moyennes et écarts-types de déviation sont respectivement égaux à -8,16 et 0,190 g de matière grasse/100 g, et - 0,21 et 0,216 g de matière sèche/100 g.

Les pentes de régression (MG : 1,144 ; MS : 0,892) et les ordonnées à l'origine (MG : 3,289 ; MS : 5,307) sont significativement différentes de 1,00 et 0,00 (P = 5 %). Ces résultats peuvent s'expliquer par les crèmes utilisées pour cette évaluation qui peuvent présenter une composition fine différente des crèmes utilisées pour réaliser le modèle ainsi que la gamme des teneurs en matière grasse des échantillons testés qui n'est pas très étendue.

Les écarts-types résiduels de régression linéaire sont égaux à 0,19 g de MG/100 g, et 0,22 g de MS/100 g.

- pour le lait écrémé et demi-écrémé :

Les moyennes et écarts-types de déviation sont respectivement égaux à 0,229 et 0,024 g de matière grasse/100 g, -0,003 et 0,013 g de matière protéique/100 g, et 0,105 et 0,060 g de matière sèche/100 g.

Les pentes de régression (MG : 0,679 ; MP : 0,674 ; MS : 0,647) et les ordonnées à l'origine (MG : 0,115 ; MP : 1,117 ; MS : 3,502) sont significativement différentes de 1,00 et 0,00 (P = 5 %). Ces résultats peuvent s'expliquer par les laits utilisés pour cette évaluation qui peuvent présenter une composition fine différente des laits utilisées pour réaliser le modèle ainsi que la gamme des teneurs en matière grasse des échantillons testés qui n'est pas très étendue.

Les écarts-types résiduels de régression linéaire sont égaux à 0,025 g de MG/100 g, 0,014 g de MP/100 g, et 0,062 g de MS/100 g.

4. CONCLUSION

A l'issue de cette évaluation, nous pouvons conclure que la stabilité de l'instrument est conforme aux prescriptions de la norme ISO 8196-3.

Concernant la répétabilité de l'appareil, les résultats pour la matière grasse et la matière protéique du lait sont conformes aux limites de la norme ISO 9622.

La performance de l'analyseur concernant la détermination de la matière grasse sur crème est conforme avec l'écart-type relatif (0,35 %) de la norme ISO 9622.

Comme il n'existe pas de méthode normalisée pour le paramètre matière sèche, les valeurs de reproductibilité de l'instrument ont été comparées aux valeurs de reproductibilité des méthodes de référence.

Concernant la justesse de l'appareil, il n'existe pas de spécifications normalisées pour ces types de produits laitiers (lait de citerne, crème et lait écrémé).

D'après le rapport d'évaluation de l'analyseur MIRA® - A. OUDOTTE et Ph. TROSSAT – Septembre 2019 – Février 2020