

EVALUATION DE L'ANALYSEUR INFRAROUGE FOSS MILKOSCAN™ FT3

L'appareil MilkoScan™ FT3 est un analyseur moyen infrarouge IRTF fabriqué par la société Foss Analytical A/S (Danemark) et commercialisé en France par Foss France SAS. Il permet la détermination des composés majeurs et mineurs des produits laitiers liquides et semi-solides comme le lait, la crème, le lactosérum, le rétentat, le lait chocolaté...

L'appareil est piloté par un PC et le traitement du signal est assuré par le logiciel Nova™. Il possède un mini écran qui permet le démarrage d'une mesure sans passer par l'ordinateur. Le contrôle de l'humidité dans le bloc optique est réalisé grâce à un système de séchage automatique breveté. Le « zéro » et la standardisation sont réalisées simultanément et de façon automatique. Le nettoyage est défini en fonction des propriétés des matrices programmées. Le système fluide a été conçu pour gérer une gamme complète de produits laitiers à analyser, du lait aux produits épais et visqueux comme le yaourt ou le lait chocolaté avec des particules non dissoutes. Toutefois, cela signifie que pour chaque produit à mesurer, certains réglages sont requis en sélectionnant une ou des fonctionnalités spéciales dans le logiciel (dilution de l'échantillon, viscosité, mélange).

Dans le cadre de cette évaluation aucune analyse n'a été effectuée avec dilution.

L'ajustement des modèles de prédiction peut être effectuée via le programme « ajustement » qui est conçu comme un assistant de calibrage, les calculs sont proposés directement par l'assistant.

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

- MilkoScan™ FT3
- Numéro de série : 91850730
- Part : 60093229
- Environnement Windows : Windows 10 Pro
- Logiciel : Nova™ MilkoScan™ FT3



L'appareil dispose de modèles de prédiction pour les différentes matrices.

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 Foss.

L'appareil requiert une solution de nettoyage [Solution Msc W-960 Cleaning Agent (24 g Msc W-960 dans 5 l d'eau déminéralisée ISO 3696 grade 3)] ainsi qu'une solution zéro [Solution Msc Zero (5 ml Msc Zero dans 5 l d'eau déminéralisée ISO 3696 grade 3)]. L'appareil contrôle automatiquement l'utilisation des solutions : l'utilisateur est prévenu à l'écran lorsque les contenants sont vides et doivent être remplis.

LES TESTS

Les essais ont été menés au laboratoire de physico-chimie d'ACTALIA Cecalait de mai à septembre 2020. Après avoir effectué des essais sur la stabilité de l'appareil, la répétabilité et la justesse sur lait de vache cru de citerne, lait de brebis cru de citerne, crème crue, lactosérum et rétentat pour les paramètres matière grasse (MG), matière protéique (MP), matière sèche (MS) et matière azotée totale (MAT) ont été évaluées.

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

- | | |
|---|---|
| - Matière grasse dans le lait : | Méthode Gerber selon ISO 19662 FIL 238 |
| - Matière grasse dans le lait de brebis : | Méthode acido-butyrométrique selon NF V04-155 |
| - Matière grasse dans la crème : | Méthode Röse-Gottlieb selon ISO 2450 FIL 16 |
| - Matière grasse dans le lactosérum : | Méthode Röse-Gottlieb selon ISO 1211 FIL 1 |

ARTICLE

- Matière protéique dans le lait : Méthode noir amido selon NF V04-216
- Matière azotée totale : Méthode Kjeldahl selon ISO 8968-1|FIL 20-1
- Matière sèche : Méthode par étuvage selon ISO 6731|FIL 21

1. EVALUATION DE LA STABILITE A COURT-TERME

La stabilité à court-terme a été évaluée en analysant 4 échantillons de lait cru additionné de conservateur (Bronopol 0,02 % final), à des niveaux de concentration différents en matière grasse et matière protéique, en triple, toutes les 15-20 minutes afin d'obtenir au moins 20 cycles de mesure.

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

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Matière grasse (g/l)	22	38	54	75
Matière protéique (g/l)	24	35	39	55

Tableau 2 : Teneur des échantillons utilisés pour l'évaluation de la reproductibilité à court-terme

Le tableau suivant présente les résultats obtenus :

		M	Sr	Sr(%)	SR	SR(%)	r	R
Matière grasse (g/l)	Niveau 1	22,121	0,0507	0,229%	0,0693	0,313%	0,141	0,192
	Niveau 2	38,079	0,0565	0,148%	0,0849	0,223%	0,157	0,235
	Niveau 3	53,858	0,0611	0,114%	0,0970	0,180%	0,169	0,269
	Niveau 4	77,526	0,0703	0,091%	0,1039	0,134%	0,195	0,288
Matière protéique (g/l)	Niveau 1	25,548	0,0665	0,271%	0,0792	0,323%	0,184	0,219
	Niveau 2	31,693	0,0410	0,129%	0,0546	0,172%	0,114	0,151
	Niveau 3	39,061	0,0657	0,168%	0,0861	0,221%	0,182	0,239
	Niveau 4	54,343	0,0843	0,155%	0,1019	0,188%	0,233	0,282
Matière sèche (g/100 g)	Niveau 1	10,319	0,0171	0,166%	0,0193	0,187%	0,047	0,054
	Niveau 2	12,490	0,0071	0,057%	0,0092	0,074%	0,020	0,025
	Niveau 3	14,640	0,0101	0,069%	0,0133	0,091%	0,028	0,037
	Niveau 4	18,252	0,0114	0,062%	0,0177	0,097%	0,032	0,049

Tableau 2 : Critère de stabilité à court terme de l'appareil MilkoScan™ FT3 pour les paramètres MG, MP et MS⁴

Les résultats pour les taux 1 à 3 montrent que les écarts-types de reproductibilité pour la matière grasse et la matière protéique sont inférieurs aux limites applicables au lait ayant une teneur moyenne en matière grasse et protéines (0,28 g/l) recommandées dans la norme ISO 8196-3|FIL 128-3. Les écarts-types de reproductibilité pour la matière grasse et la matière protéique du taux 4 sont également inférieurs aux limites applicables au lait ayant une teneur élevée en matière grasse et protéines (0,56 g/l) recommandées dans la norme ISO 8196-3|FIL 128-3.

Pour la matière sèche, en l'absence de valeurs normalisées, on peut noter que la reproductibilité de l'appareil (R) est inférieure à la reproductibilité de la méthode de référence (0,20 g/100 g).

2. EVALUATION DE LA REPETABILITE

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

- pour le lait de vache cru entier de citerne : 39 échantillons de lait cru de citerne provenant d'une usine laitière de l'ouest de la France.
- pour le lait de brebis : 33 échantillons de lait cru de brebis provenant d'une usine laitière du sud-ouest de la France.
- pour le lactosérum : 24 échantillons de lactosérum écrémé provenant d'un site laitier du centre est de la France.
- pour la crème : 24 échantillons de crème provenant d'une usine laitière de l'ouest de la France.
- pour le rétentat : 20 échantillons de rétentat protéique de lait. Echantillons reconstitués à partir de 5 échantillons de rétentat provenant d'un site laitier de l'ouest de la France et de lait écrémé afin d'obtenir une gamme de 10 à 15 g/ 100 g de matière sèche.

⁴ M : moyenne ; Sr et SR (Sr% et SR%) : écart-type de répétabilité et reproductibilité absolu (et relatif) ; r et R : écart maximal de répétabilité et de reproductibilité dans 95 % des cas.

Les échantillons additionnés de conservateur (Bronopol 0,02%) ont été analysés (après chauffage à 40 ± 2 °C et 37 ± 2 °C pour la crème) en double non consécutif selon la séquence suivante : Série 1 rép 1 – Série 2 rép 2 - ... - Série n rép n.

La répétabilité est calculée à partir de résultats en double obtenus à partir de l'ensemble des données et pour les critères suivants :

- matière grasse pour toutes les matrices sauf le rétentat,
- matière sèche pour toutes les matrices,
- matière protéique pour le lait cru de citerne et le lait de brebis,
- matière azotée totale pour la lactosérum et le rétentat.

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/l)	39	37,43	41,39	39,85	0,064	0,16%	0,177
	Matière protéique (g/l)	39	31,18	33,46	32,25	0,051	0,16%	0,141
	Matière sèche (g/100g)	39	12,46	12,91	12,66	0,009	0,07%	0,026
Lait de brebis	Matière grasse (g/l)	33	72,15	85,60	80,57	0,084	0,10%	0,232
	Matière protéique (g/l)	33	55,94	64,99	61,03	0,083	0,14%	0,230
	Matière sèche (g/100g)	33	18,19	19,77	19,25	0,014	0,07%	0,039
Lactosérum	Matière grasse (g/100g)	24	0,034	0,055	0,040	0,001	3,09%	0,003
	Matière azotée totale (g/100 g)	24	0,60	0,92	0,87	0,004	0,50%	0,012
	Matière sèche (g/100g)	24	5,01	6,56	6,26	0,006	0,10%	0,018
Crème	Matière grasse (g/100 g)	24	40,81	41,76	41,42	0,072	0,17%	0,200
	Matière sèche (g/100g)	24	46,08	46,85	46,61	0,067	0,14%	0,186
Rétentat	Matière azotée totale (g/100 g)	20	4,60	9,01	7,03	0,009	0,13%	0,025
	Matière sèche (g/100g)	20	10,60	14,45	12,71	0,009	0,07%	0,025

Tableau 3 : Critère de répétabilité de l'appareil MilkoScan™ FT3 pour les paramètres MG, MP, MS et MAT sur échantillons de lait de citerne, lait de brebis, lactosérum, crème et rétentat⁵

On peut observer :

- pour le lait de vache cru entier de citerne : pour la matière grasse et la matière protéique, les écarts-types de répétabilité sont inférieurs aux prescriptions des normes ISO 8196-3|FIL 128-3 et ISO 9622|FIL 141 (Sr < 0,14 g/l). L'écart-type de répétabilité, pour la matière sèche, est du même ordre que pour les autres critères et inférieur à l'écart-type de répétabilité de la méthode de référence (Sr = 0,036 g/100 g).
- pour le lait de brebis : pour la matière grasse et la matière protéique, les écarts-types de répétabilité sont inférieurs aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 (Sr < 0,28 g/l). L'écart-type de répétabilité, pour la matière sèche, est du même ordre que pour les autres critères et inférieur à l'écart-type de répétabilité de la méthode de référence (Sr = 0,036 g/100 g).
- pour le lactosérum : l'écart-type de répétabilité est équivalent pour l'ensemble des critères. En l'absence de valeurs normalisées pour le lactosérum, on observe que les écarts-types de répétabilité obtenus avec l'appareil sont plus faibles ou proches que ceux des méthodes de référence quand elles existent (Sr = 0,001 g/100g contre 0,013 g/100g pour la matière grasse ; 0,006 g/100g contre 0,036 g/100g pour la matière sèche).
- pour la crème : l'écart-type de répétabilité est équivalent pour l'ensemble des critères. Pour la matière grasse, l'écart-type relatif (Sr%) est conforme aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 pour le lait à teneur élevée (Sr% < 0,35 %).
En l'absence de valeurs normalisées pour la matière sèche, on observe que l'écart-type de répétabilité obtenu avec l'appareil est plus faible que celui de la méthode de référence (Sr = 0,067 g/100 g contre 0,072 g/100 g).
- pour le rétentat : l'écart-type de répétabilité est équivalent pour l'ensemble des critères. Pour la matière azotée totale, on observe que l'écart-type relatif (Sr%) de l'appareil est en accord avec les recommandations de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 pour le lait à teneur élevée (Sr% < 0,40% pour les protéines).
En l'absence de valeurs normalisées pour le critère matière sèche, on observe que l'écart-type de répétabilité obtenus avec l'appareil est plus faible que celui de la méthode de référence (Sr = 0,025 g/100g contre 0,108 g/100g).

⁵ N : nombre de résultats ; min et max : valeurs minimum et maximum ; M : moyenne des résultats ; Sr (Sr%) : écart-type absolu (et relatif) ; r : écart maximum de répétabilité dans 95 % des cas

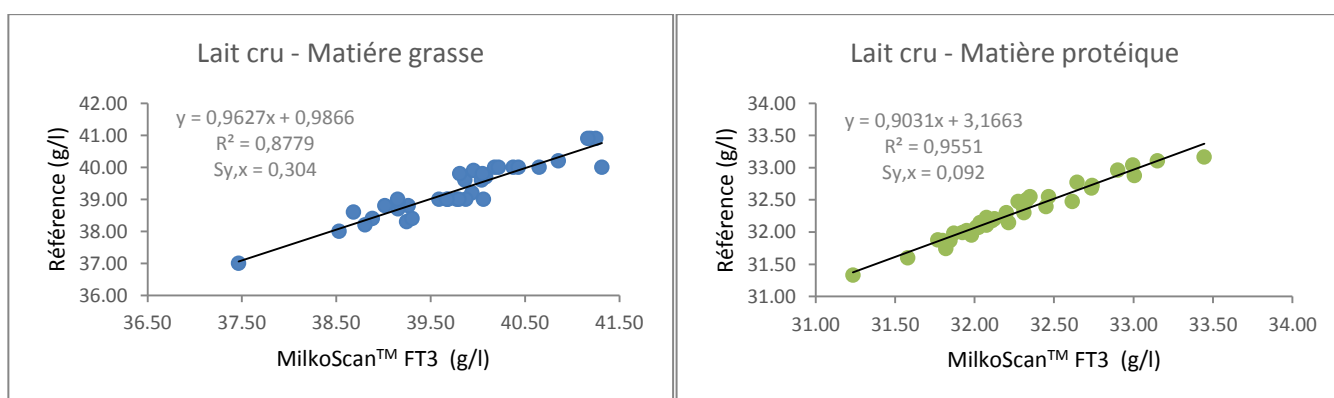
3. EVALUATION DE LA JUSTESSE

La justesse de l'appareil a été évaluée en utilisant les mêmes échantillons que ceux utilisés pour l'évaluation de la répétabilité. La moyenne des doubles des résultats obtenus lors de l'évaluation de la répétabilité a été utilisée pour le calcul des résultats. 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	X	Sx	Sy,x	Sy,x%	b	a
Lait cru entier de citerne	Matière grasse (g/l)	36	37,47	41,32	39,79	0,83	0,304	0,77%	0,963	0,987
	Matière protéique (g/l)	37	31,24	33,45	32,26	0,46	0,092	0,28%	0,903	3,166
	Matière sèche (g/100 g)	37	12,46	12,90	12,66	0,12	0,031	0,24%	0,855	1,808
Lait de brebis	Matière grasse (g/l)	33	72,21	85,57	80,57	3,36	0,463	0,57%	1,017	-1,231
	Matière protéique (g/l)	30	56,01	64,95	61,24	2,09	0,207	0,34%	1,091	-6,294
	Matière sèche (g/100 g)	31	18,20	19,76	19,25	0,43	0,033	0,17%	1,019	-0,406
Lactosérum	Matière grasse (g/100g)	21	0,036	0,054	0,040	0,005	0,006	16,78%	0,466	0,015
	Matière azotée totale (g/100g)	22	0,61	0,92	0,87	0,08	0,033	3,91%	0,879	0,087
	Matière sèche (g/100 g)	22	5,02	6,56	6,26	0,36	0,023	0,36%	0,922	0,455
Crème	Matière grasse (g/100 g)	22	40,99	41,69	41,41	0,16	0,183	0,44%	0,884	0,986
	Matière sèche (g/100 g)	23	46,33	46,84	46,62	0,13	0,104	0,22%	0,986	1,147
Rétentat	Matière azotée totale (g/100g)	19	4,60	9,01	7,00	1,44	0,015	0,20%	1,064	0,205
	Matière sèche (g/100 g)	18	11,00	14,44	12,85	1,18	0,039	0,28%	1,159	-1,040

Tableau 4 : Critère de justesse de l'appareil MilkoScan™ FT3 pour les paramètres MG, MP, MS et MAT sur échantillons de lait de citerne, lait de brebis, lactosérum, crème et rétentat⁶



⁶ 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) ; b,a : pente et ordonnée à l'origine de la régression linéaire

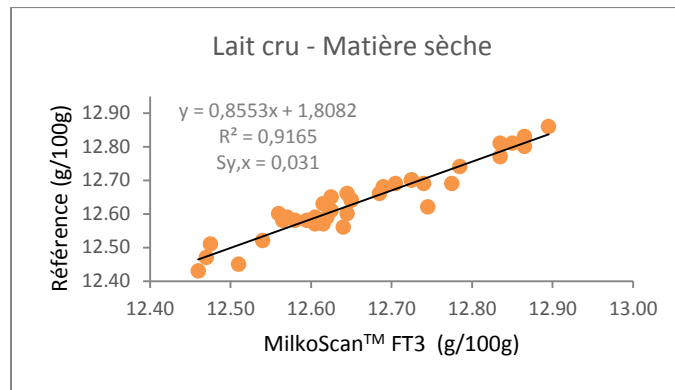


Figure 1 : Relation entre les résultats MilkoScan™ FT3 et de référence pour les paramètres MG, MP et MS dans le lait cru de citerne

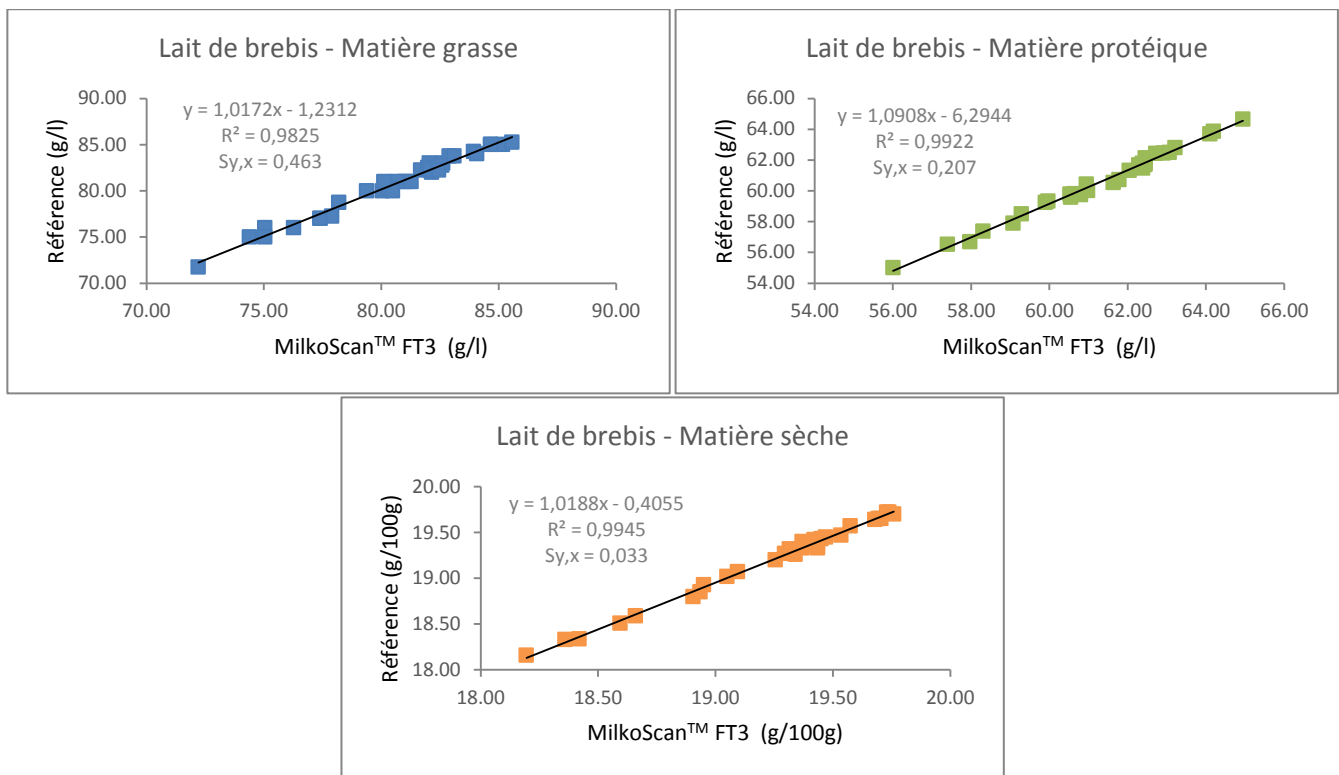
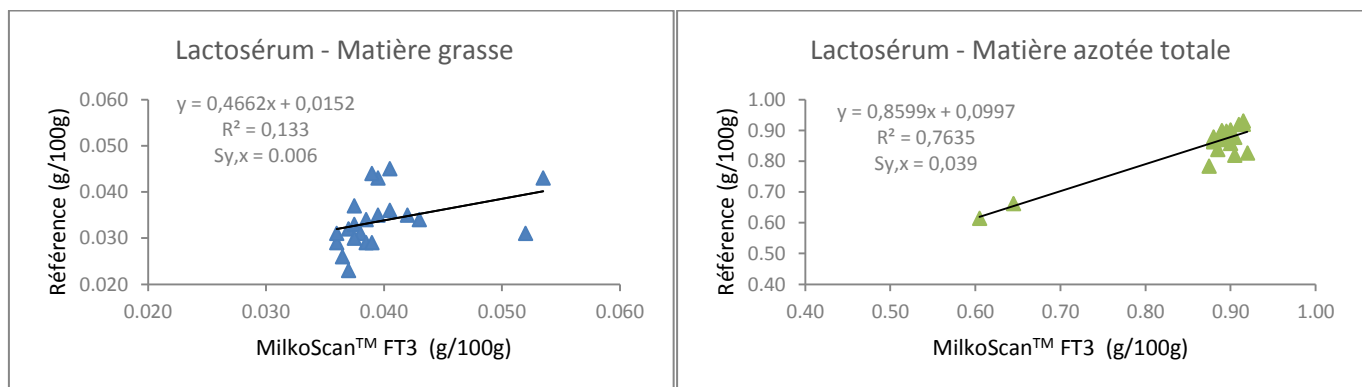


Figure 2 : Relation entre les résultats MilkoScan™ Mars et de référence pour les paramètres MG, MP et MS dans le lait de brebis



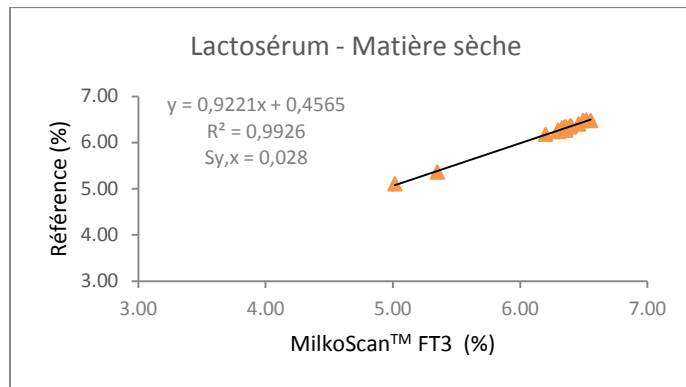


Figure 3 : Relation entre les résultats MilkoScan™ FT3 et de référence pour les paramètres MG, MAT et MS dans le lactosérum

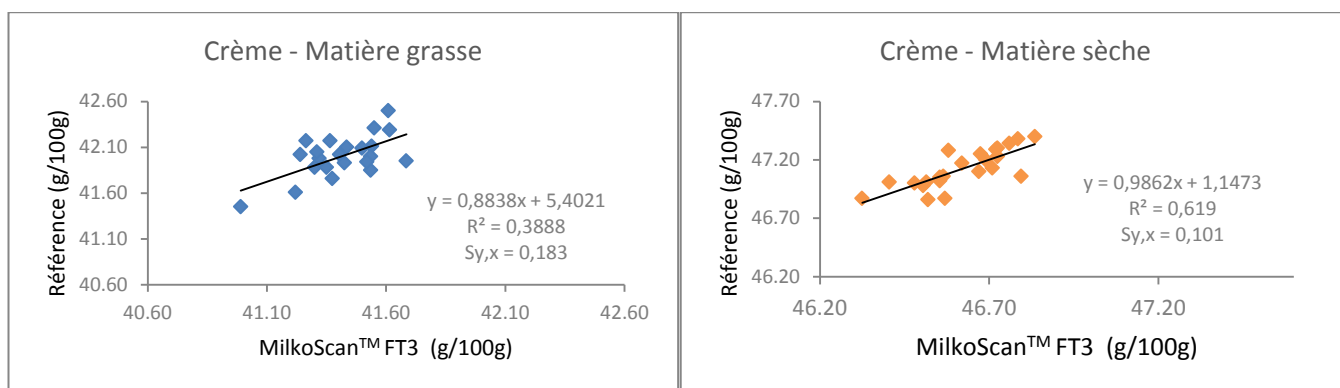


Figure 4 : Relation entre les résultats MilkoScan™ FT3 et de référence pour les paramètres MG et MS dans la crème

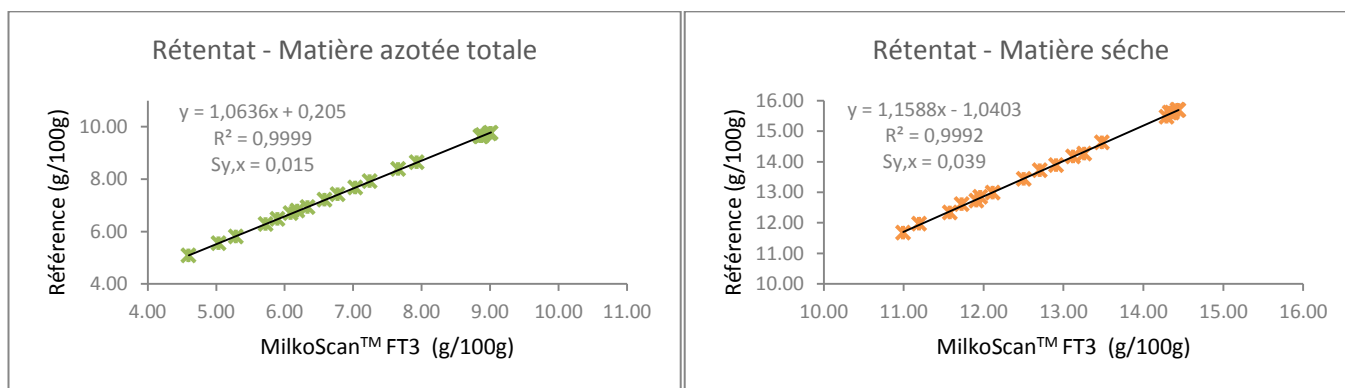


Figure 5 : Relation entre les résultats MilkoScan™ FT3 et de référence pour les paramètres MAT et MS dans le rétentat

En ce qui concerne la relation entre les résultats de la méthode MilkoScan™ FT3 et la méthode de référence, on peut observer :

- pour le lait de vache cru entier de citerne :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,304 g de MG/l, 0,092 g de MP/l, et 0,031 g de MS/100 g. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,61$ g/l ($\pm 2 \times 0,304$ g/l) pour la matière grasse, $\pm 0,18$ g/l ($\pm 2 \times 0,092$ g/l) pour la matière protéique et $\pm 0,062$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,031$ g/100 g) pour la matière sèche.

- pour le lait de brebis :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,463 g de MG/l, 0,207 g de MP/l, et 0,033 g de MS/100 g. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,93$ g/l ($\pm 2 \times 0,463$ g/l) pour la matière grasse, $\pm 0,41$ g/l ($\pm 2 \times 0,207$ g/l) pour la matière protéique et $\pm 0,066$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,033$ g/100 g) pour la matière sèche.

ARTICLE

- pour le lactosérum :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,006 g de MG/100 g, 0,033 g de MAT/100 g, et 0,023 g de MS/100 g. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,012$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,006$ g/100 g) pour la matière grasse, $\pm 0,066$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,033$ g/100 g) pour la matière azotée totale et $\pm 0,046$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,023$ g/100g) pour la matière sèche.

- pour la crème :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,183 g de MG/100 g et 0,104 g de MS/100 g. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,37$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,183$ g/100 g) pour la matière grasse et $\pm 0,21$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,104$ g/100g) pour la matière sèche.

- pour le rétentat :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,015 g de MAT/100 g et 0,039 g de MS/100 g. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,030$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,015$ g/100 g) pour la matière azotée totale et $\pm 0,078$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,039$ g/100g) pour la matière sèche.

4. CONCLUSION

A l'issue de cette évaluation, nous pouvons conclure que la stabilité à court terme de l'instrument est conforme aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3.

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|FIL 141. Pour les autres produits et critères, les résultats obtenus sont en accord avec les prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 ou sont inférieures ou proches des performances de répétabilité de la méthode de référence correspondante.

En ce qui concerne la précision, il n'existe pas de limites normalisées pour les produits testés lors de cette évaluation (lait de citerne, lait de brebis, lactosérum et crème).

D'après le rapport d'évaluation de l'analyseur MilkoScan™ FT3 – M. ESTEVES, A. OUDOTTE et Ph. TROSSAT – Mai-Septembre 2020