

EVALUATION DE L'ANALYSEUR INFRAROUGE PERKINELMER LACTOSCOPE™ 300 FT-IR

L'appareil LactoScope™ 300 est un analyseur moyen infrarouge (400-4000 cm⁻¹) IRTF (interféromètre Dynascan™) fabriqué et commercialisé par la société PerkinElmer. Il permet la détermination des paramètres de composition (matière grasse, protéines, lactose, extrait sec) des produits laitiers liquides comme le lait, la crème et le lactosérum. L'appareil est relié à un ordinateur avec un écran tactile. L'ensemble des opérations (analyse, nettoyage, calibration) est géré via le programme ResultsPlus™. La modification des modèles de prédiction peut être effectuée par un ajustement de la pente et/ou du biais, les calculs sont effectués directement par le logiciel. Le « zéro » est réalisé automatiquement toutes les heures, et le nettoyage est automatique et programmable. Les résultats peuvent être exportés dans différents formats de fichier (.pdf ; .xls ; .csv).

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

- LactoScope™ 300
- Numéro de série : 113207
- ResultsPlus™ version 3.20.21643.0



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 PerkinElmer.

En raison d'un problème appareil, les essais sur la matrice lait de vache ont été réalisés sur un second appareil après vérification de la stabilité à court terme.

Les caractéristiques de cet appareil étaient :

- LactoScope™ 300
- Numéro de série : 300028

L'appareil requiert une solution de nettoyage [40 ml de Cleaning Solution GA00071042 dans 1l d'eau déminéralisée (conductivité < 5 µS/cm), conservation 4 semaines à température ambiante] ainsi qu'une solution zéro [30 ml de ZERO standard GA00271012 dans 1l d'eau déminéralisée (conductivité < 5 µS/cm), conservation 2 semaines à température ambiante].

LES TESTS

Les essais d'évaluation ont été menés au laboratoire de physico-chimie d'ACTALIA Cecalait entre avril et juin 2022. Après avoir effectué des essais sur la stabilité à court terme de l'appareil, la répétabilité et la justesse sur lait de vache cru de citerne, lait de chèvre cru de citerne, crème crue, lactosérum et rétentat de lait 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 méthodes normalisées suivantes :

- | | |
|---|---|
| - Matière grasse dans le lait : | Méthode Gerber selon ISO 19662 FIL 238 |
| - Matière grasse dans le lait de chèvre : | Méthode Gerber selon ISO 19662 FIL 238 |
| - 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 |
| - Matière protéique dans le lait : | Méthode au 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 3 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
Matière grasse (g/l)	38	53	75
Matière protéique (g/l)	32	40	55

Tableau 1 : Niveau de concentration en matière grasse et matière protéique 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/kg)	Niveau 1	37,302	0,1340	0,359%	0,1763	0,473%	0,371	0,488
	Niveau 2	53,058	0,0829	0,156%	0,1869	0,352%	0,230	0,518
	Niveau 3	73,872	0,0825	0,112%	0,2353	0,319%	0,228	0,652
Matière protéique (g/kg)	Niveau 1	32,731	0,0444	0,136%	0,1453	0,444%	0,123	0,403
	Niveau 2	40,043	0,0730	0,182%	0,1604	0,401%	0,202	0,444
	Niveau 3	56,165	0,1281	0,228%	0,2020	0,360%	0,355	0,559
Matière sèche (g/kg)	Niveau 1	124,347	0,2371	0,191%	0,3815	0,307%	0,657	1,057
	Niveau 2	147,864	0,2003	0,135%	0,3844	0,260%	0,555	1,065
	Niveau 3	185,287	0,2348	0,127%	0,4308	0,233%	0,650	1,193

Tableau 2 : Critère de stabilité à court terme de l'appareil LactoScope™ 300 pour les paramètres MG, MP et MS¹

Les résultats, pour les taux 1 et 2, 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/kg) 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 3 sont également inférieurs aux limites applicable au lait ayant une teneur élevée en matière grasse et protéines (0,56 g/kg) 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 (2,00 g/kg).

Suite à un problème appareil, la répétabilité et la justesse sur la matrice lait de vache ont été évaluées sur l'appareil N°300028. La stabilité de cet appareil a préalablement été vérifiée selon les mêmes conditions que pour l'appareil N°113207 (cf 2). Les résultats obtenus sont du même ordre que les résultats obtenus avec l'appareil N°113207 et conformes aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3.

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 : 45 échantillons de lait cru de citerne provenant d'une usine laitière de l'ouest de la France.
- pour le lait de chèvre : 33 échantillons de lait cru de brebis provenant d'une usine laitière du sud-ouest de la France.
- pour la crème : 22 échantillons de crème provenant d'une usine laitière de l'ouest de la France.
- pour le lactosérum : 22 échantillons de lactosérum provenant de 3 fromageries de l'est de la France.
- pour le rétentat : 23 échantillons de rétentat protéique de lait écrémé. Les échantillons ont été 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 100 à 150 g/kg de matière sèche.

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 consécutif.

¹ 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.

ARTICLE

Pour le lait cru de vache et le lait de chèvre, l'appareil a été précalibré à l'aide d'échantillons à teneur garantie (ETG) infrarouge lait gamme médiane commercialisés par ACTALIA Cecalait (ETG 04 LMIR). Pour les autres matrices, les échantillons ont été analysés sans ajustement préalable du modèle de prédiction constructeur (pente à 1 et biais à 0). La répétabilité est calculée à partir de résultats en double obtenus à partir de l'ensemble complet de données ou après élimination des résultats aberrants (test de Cochran au seuil de 5%) pour les critères matière grasse, matière protéique et matière sèche.

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/kg)	45	28,80	45,20	42,08	0,067	0,16%	0,185
	Matière protéique (g/kg)	45	32,60	35,00	33,72	0,078	0,23%	0,217
	Matière sèche (g/kg)	45	119,60	137,20	133,68	0,515	0,39%	1,427
Lait de chèvre	Matière grasse (g/kg)	32	35,70	41,40	38,69	0,139	0,36%	0,386
	Matière protéique (g/kg)	33	31,90	35,00	33,37	0,059	0,18%	0,164
	Matière sèche (g/kg)	33	118,30	126,50	122,64	0,267	0,22%	0,740
Crème	Matière grasse (g/kg)	21	401,70	410,20	404,40	0,440	0,11%	1,218
	Matière sèche (g/kg)	22	453,00	471,90	466,83	0,673	0,14%	1,863
Lactosérum	Matière grasse (g/kg)	22	1,10	8,00	5,00	0,080	1,60%	0,221
	Matière azotée totale (g/kg)	22	8,40	12,70	10,10	0,161	1,59%	0,446
	Matière sèche (g/kg)	21	56,70	71,30	66,53	0,389	0,58%	1,076
Rétentat	Matière azotée totale (g/kg)	23	50,50	101,90	81,17	0,181	0,22%	0,502
	Matière sèche (g/kg)	23	103,10	151,30	132,24	0,354	0,27%	0,979

Tableau 3 : Critère de répétabilité de l'appareil LactoScope™ 300 pour les paramètres MG, MP, MS et MAT sur échantillons de lait de citerne, lait de chèvre, crème, lactosérum et rétentat²

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 de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 ($S_r < 0,14$ g/kg). Pour la matière sèche, on observe que l'écart-type de répétabilité obtenu avec l'appareil est supérieur à ceux obtenus pour les autres critères et il est plus élevé que l'écart-type de répétabilité de la méthode de référence ($S_r = 0,36$ g/kg).
- pour le lait de chèvre : 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 ($S_r < 0,14$ g/kg). Pour la matière sèche, on observe que l'écart-type de répétabilité obtenu avec l'appareil est supérieur à ceux obtenus pour les autres critères et il est inférieur à l'écart-type de répétabilité de la méthode de référence ($S_r = 0,36$ g/kg).
- pour la crème : en l'absence de valeurs normalisées pour la crème, on observe que les écarts-types de répétabilité obtenus avec l'appareil pour la matière grasse et la matière sèche sont plus faibles que ceux de la méthode de référence ($S_r = 0,44$ g/kg contre 0,72 g/kg pour la matière grasse et $S_r = 0,67$ g/kg contre 0,72 g/kg pour la matière sèche).
- pour le lactosérum : en l'absence de valeurs normalisées pour le lactosérum, on observe que les écarts-types de répétabilité obtenus avec l'appareil pour la matière grasse et la matière azotée totale sont plus faibles que ceux de la méthode de référence ($S_r = 0,080$ g/kg contre 0,13 g/kg pour la matière grasse et $S_r = 0,161$ g/kg contre 0,18 g/kg pour la matière azotée totale). Pour la matière sèche, l'écart-type de répétabilité obtenu avec l'appareil est proche de celui de la méthode de référence ($S_r = 0,389$ g/kg contre 0,36 g/kg).
- pour le rétentat : en l'absence de valeurs normalisées pour le rétentat, on observe que le l'écart-type de répétabilité obtenus avec l'appareil, pour le critère matière azotée totale, est équivalent celui de la méthode de référence ($S_r = 0,181$ g/kg contre 0,18 g/kg). 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 ($S_r = 0,354$ g/kg contre 1,08 g/kg).

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.

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

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

		n	min	max	X	Sx	d	Sd	Sy,x	Sy,x%	b	a
Lait cru entier de citerne	MG (g/kg)	43	28,80	45,20	42,03	2,32	1,083	0,279	0,280	0,68%	0,984	-0,408
	MP (g/kg)	43	32,60	34,90	33,74	0,51	1,314	0,269	0,229	0,71%	0,715	8,305
	MS (g/kg)	45	119,70	137,10	133,68	2,57	3,229	0,417	0,378	0,29%	0,928	6,415
Lait de chèvre	MG (g/kg)	30	35,75	41,40	38,66	1,24	1,672	0,332	0,337	0,91%	0,984	-1,053
	MP (g/kg)	29	31,95	35,00	33,44	0,80	1,378	0,152	0,100	0,31%	0,855	3,464
	MS (g/kg)	32	118,35	126,45	122,70	2,00	-0,689	0,457	0,356	0,29%	0,853	18,729
Crème	MG (g/kg)	19	402,00	410,20	404,27	2,28	-21,474	3,412	3,135	0,74%	0,325	294,323
	MS (g/kg)	20	454,20	470,20	466,56	3,18	-11,503	3,534	1,361	0,28%	-0,029	491,722
Lacto-sérum	MG (g/kg)	21	1,10	7,15	4,86	1,71	0,445	0,597	0,605	13,72%	0,920	-0,055
	MAT(g/kg)	20	8,60	12,40	10,27	1,18	0,497	0,597	0,467	4,78%	0,670	2,889
	MS (g/kg)	19	56,80	70,75	66,23	4,19	-3,154	0,950	0,678	0,98%	0,836	13,991
Rétenant	MAT(g/kg)	20	50,55	101,65	83,46	15,84	4,158	1,164	0,336	0,42%	0,929	1,728
	MS (g/kg)	22	103,40	150,85	132,99	14,99	-3,561	0,513	0,505	0,37%	1,009	2,299

Tableau 4 : Critère de justesse de l'appareil LactoScope™ 300 pour les paramètres MG, MP, MS et MAT sur les échantillons de lait de citerne, lait de chèvre, crème, lactosérum et rétenant³

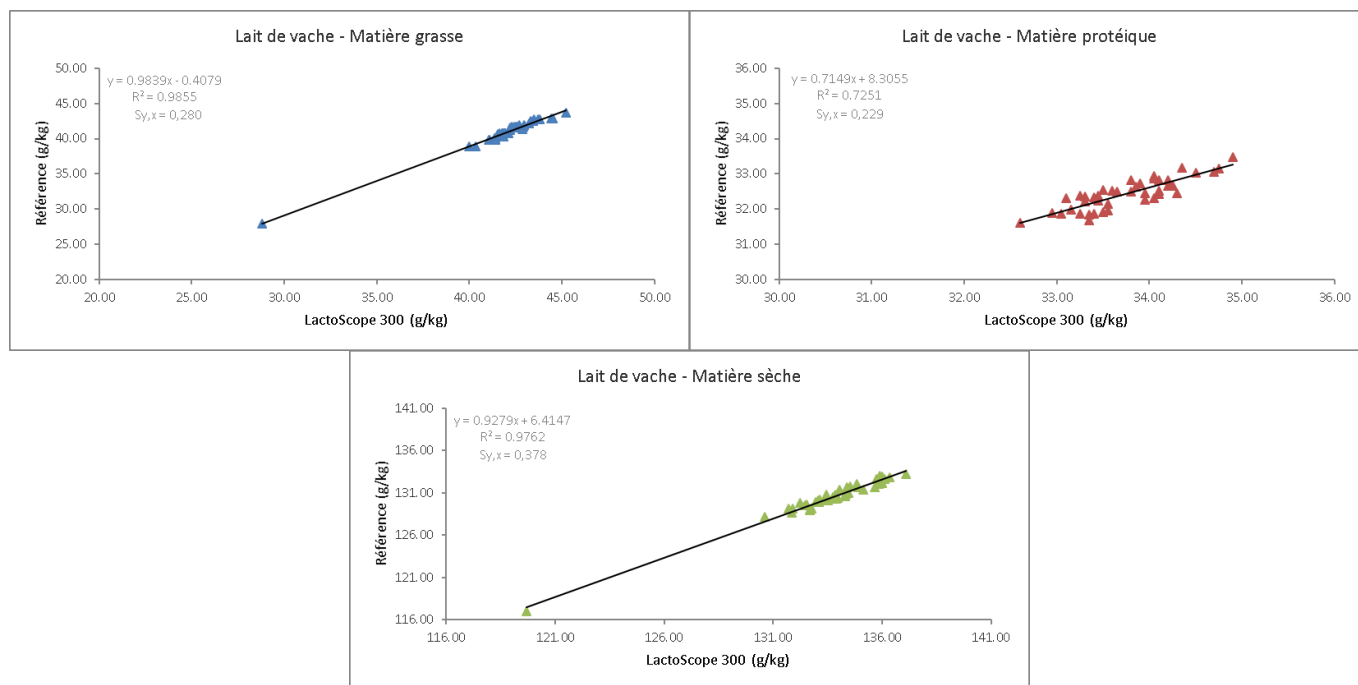
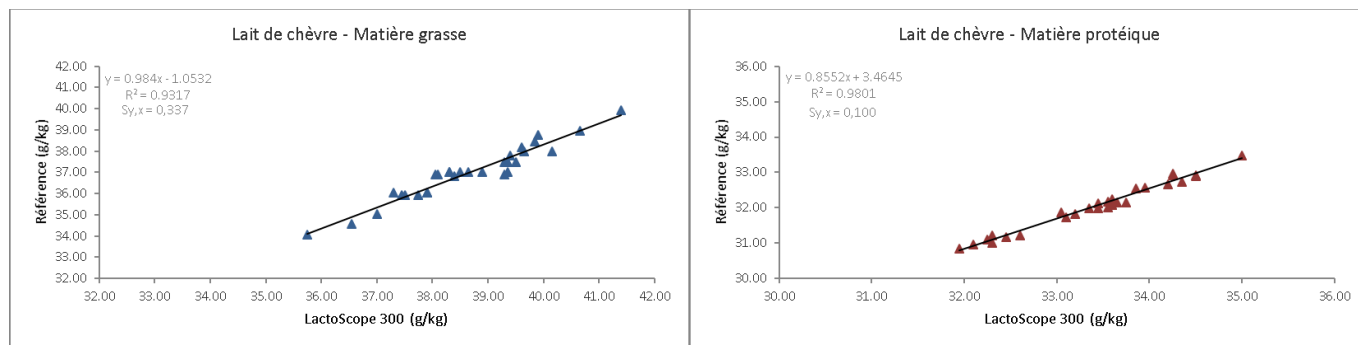


Figure 1 : Relation entre les résultats LactoScope™ 300 et de référence pour les paramètres MG, MP et MS dans le lait cru de citerne



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

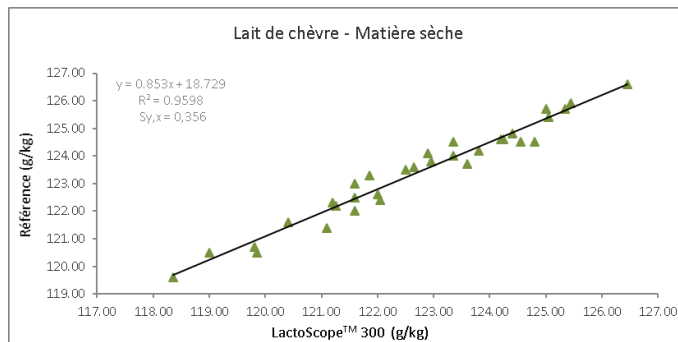


Figure 2 : Relation entre les résultats LactoScope™ 300 et de référence pour les paramètres MG, MP et MS dans le lait de chèvre

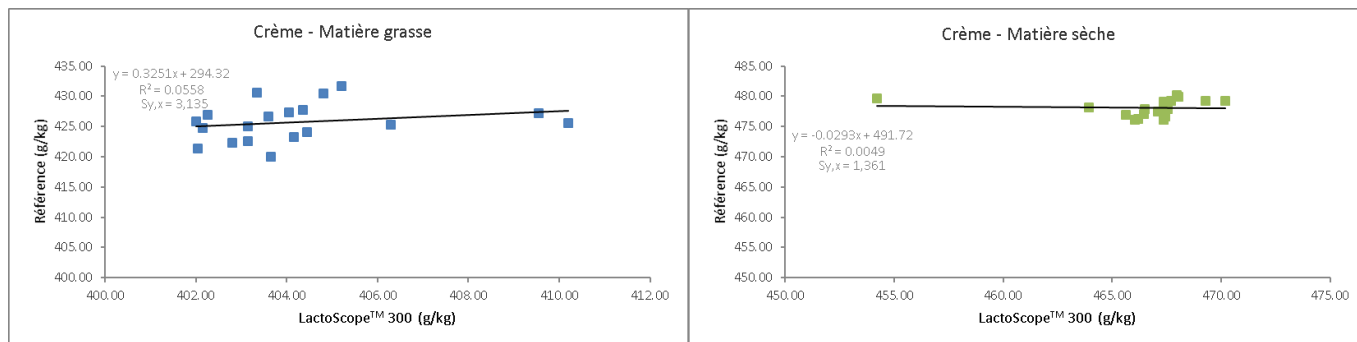


Figure 3 : Relation entre les résultats LactoScope™ 300 et de référence pour les paramètres MG et MS dans la crème

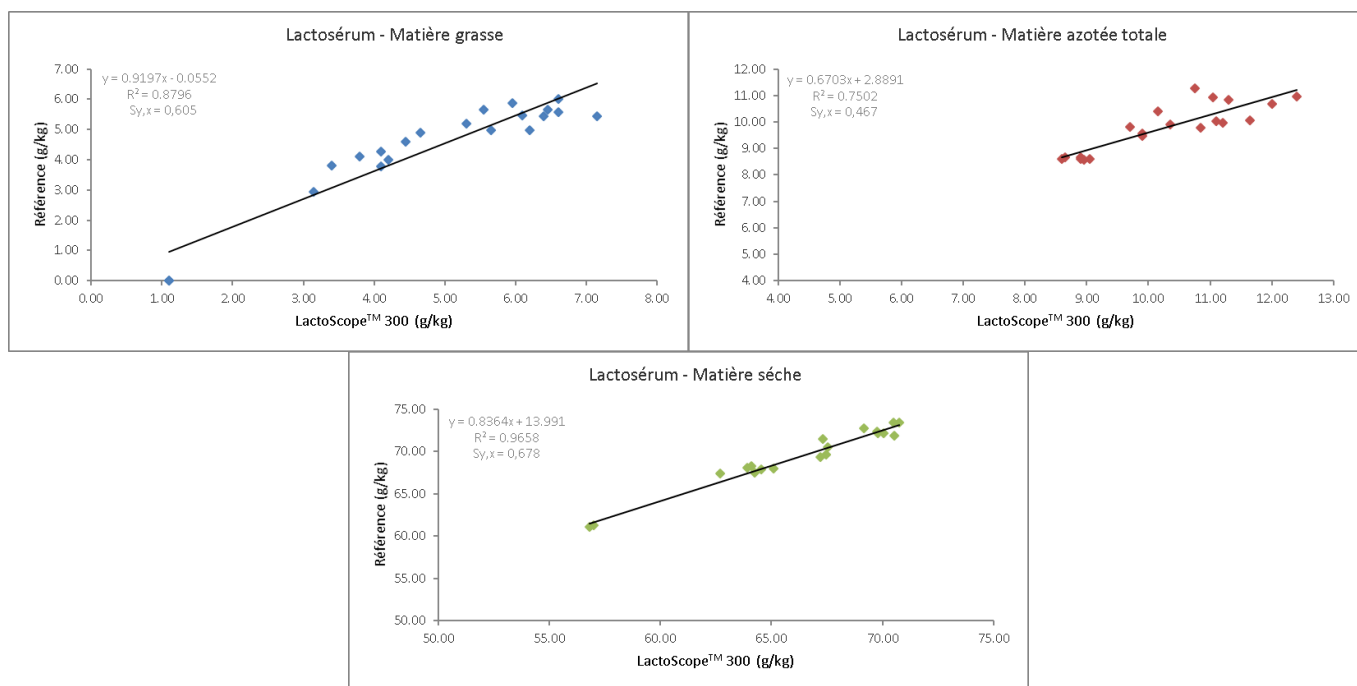


Figure 4 : Relation entre les résultats LactoScope™ 300 et de référence pour les paramètres MG, MAT et MS dans le lactosérum

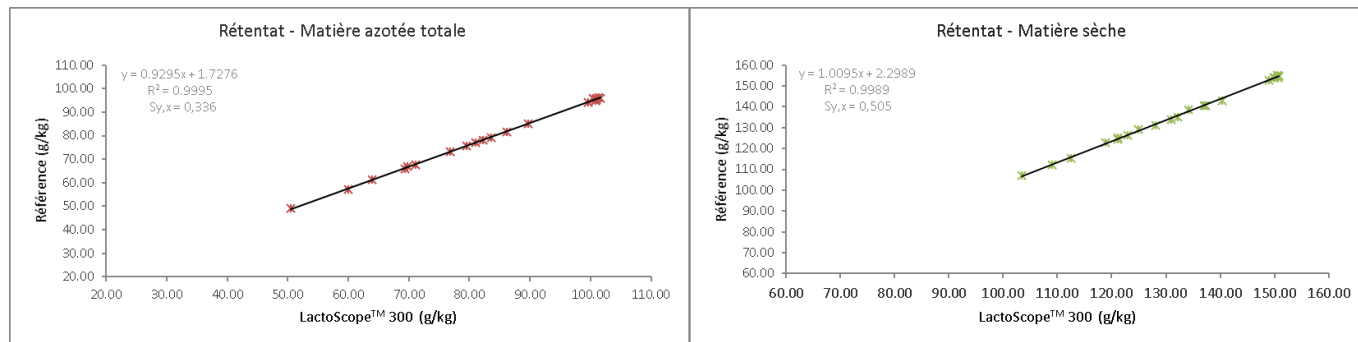


Figure 5 : Relation entre les résultats LactoScope™ 300 et de référence pour les paramètres MAT et MS dans le rétentat

En ce qui concerne la relation entre les résultats de la méthode LactoScope™ 300 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 0,280 g de MG/kg, 0,229 g de MP/kg, et 0,378 g de MS/kg. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,56$ g/kg ($\pm 2 \times 0,280$ g/kg) pour la matière grasse, $\pm 0,46$ g/kg ($\pm 2 \times 0,229$ g/kg) pour la matière protéique et $\pm 0,76$ g/kg ($\pm 2 \times 0,378$ g/kg) pour la matière sèche.

- pour le lait de chèvre :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,337 g de MG/kg, 0,100 g de MP/kg, et 0,356 g de MS/kg. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,67$ g/kg ($\pm 2 \times 0,337$ g/kg) pour la matière grasse, $\pm 0,20$ g/kg ($\pm 2 \times 0,100$ g/kg) pour la matière protéique et $\pm 0,712$ g/kg ($\pm 2 \times 0,356$ g/kg) pour la matière sèche.

- pour la crème :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 3,135 g de MG/kg et 1,361 g de MS/kg. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 6,27$ g/kg ($\pm 2 \times 3,135$ g/kg) pour la matière grasse et $\pm 2,72$ g/kg ($\pm 2 \times 1,361$ g/kg) pour la matière sèche.

- pour le lactosérum :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,605 g de MG/kg, 0,467 g de MAT/kg, et 0,678 g de MS/kg. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 1,21$ g/kg ($\pm 2 \times 0,605$ g/kg) pour la matière grasse, $\pm 0,934$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,467$ g/kg) pour la matière azotée totale et $\pm 1,356$ g/kg ($\pm 2 \times 0,678$ g/kg) pour la matière sèche.

- pour le rétentat :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,336 g de MAT/kg, et 0,505 g de MS/kg. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,672$ g/kg ($\pm 2 \times 0,336$ g/kg) pour la matière azotée totale et $\pm 1,01$ g/kg ($\pm 2 \times 0,505$ g/kg) 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 (quand elles existent dans ce document) 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 chèvre, crème, lactosérum et rétentat de lait).

D'après le rapport d'évaluation de l'analyseur LactoScope™ 300 – M. ESTEVES, A. OUDOTTE et Ph. TROSSAT – Avril-Juin 2022