

EVALUATION DE L'ANALYSEUR INFRAROUGE MPA™ SUR LAIT CRU

Le MPA™ est un spectrophotomètre proche infrarouge TF fabriqué par la société Bruker Optik (Allemagne, groupe Bruker Corporation) et commercialisé en France par la société Bruker Optics. Il permet la détermination des paramètres de composition du lait et des produits laitiers liquides (rétentat, sérum, crème, boissons lactées...) et solides (poudre, fromage, beurre, yaourts...).

Sur le plan technique, il permet d'analyser :

- des échantillons liquides dans un compartiment échantillon avec un détecteur InGaAs refroidi thermo-électriquement (gamme 12800 – 4000 cm⁻¹) et,
- des échantillons solides, soit par transmission avec un détecteur Si à température ambiante (gamme 15500 – 9000 cm⁻¹), soit par réflexion avec un détecteur PbS (gamme 12800-3600 cm⁻¹). Des sondes fibres optiques peuvent aussi être installées. Le coeur de l'instrument est un interféromètre à alignement permanent qui est équipé de miroirs dorés coin de cube.

L'appareil est piloté par un PC au moyen du logiciel OPUS. Ce logiciel permet le traitement du signal et la réalisation de calibrages PLS.

L'appareil ayant déjà fait l'objet d'une évaluation sur la matrice lait homogénéisé, un module complémentaire adapté à l'analyse du lait cru a été installé. Il comprend un système de pipetage, un réchauffeur, une pompe HP et un homogénéisateur.



Les essais d'évaluation ont été menés au laboratoire de physico-chimie d'Actilait-Cecalait® (analyses de référence et analyses instrumentales) de mars à septembre 2012. Après avoir effectué des essais préliminaires de contamination entre échantillons pour les paramètres matière grasse (MG) et matière azotée totale (MAT), la répétabilité et la justesse sur lait cru pour les paramètres MG, matière sèche (MS) et MAT ont été évaluées.

Les modèles de prédiction utilisés ont été développés par le constructeur au moyen du logiciel OPUS.

Les calculs ont été effectués conformément à la norme NF ISO 21543/FIL 201.

A – ESSAIS PRELIMINAIRES

Ces essais avaient pour but d'évaluer la contamination entre échantillons. Pour cela, dix séries de lait cru entier ont été analysées selon la séquence (Lait 1 – Lait 2 – Lo1 – Lo2) sur 2 niveaux de taux différents. Les paramètres MG et MAT ont été relevés. Des échantillons Lo (15 g/l en MG et MAT environ) ont été utilisés à la place d'échantillons d'eau afin de pouvoir travailler à gain constant.

Le tableau suivant récapitule les résultats obtenus :

	LAIT A		LAIT B	
	MG	MAT	MG	MAT
M (g/l)	37,88	31,13	58,6	39,70
Tc (%)	0,25	0,86	0,44	0,68

Tableau 1 : Critères de contamination du MPA pour les paramètres MG et MAT sur échantillons de lait cru

M : moyenne des résultats, *Tc* : taux de contamination

Le taux de contamination a été calculé selon la formule :

$$Tc(\%) = 100 * [somme(Lo1)-somme(Lo2)] / [somme(Lo2)-somme(Lo2)]$$

En l'absence de critères normatifs, on remarque que les taux de contamination relatifs obtenus fluctuent entre 0,25% et 0,86%. Les valeurs obtenues sont en accord avec la limite maximale fixée à 1% dans la norme NF ISO 9622/FIL 141 concernant les performances des analyseurs moyen infrarouge.

B – EVALUATION DE LA REPETABILITE ET DE LA JUSTESSE

B.1 – Echantillons

Les essais ont été réalisés à partir de 30 échantillons de lait de citerne en provenance de la région Rhône-Alpes. Les échantillons ont été additionnés de bronopol à 0,02% final.

B.2 – Procédure

La répétabilité et la justesse de l'appareil ont été évaluées sur l'ensemble des échantillons pour les paramètres MG, MS et MAT. Les dosages ont été effectués en doublant consécutivement chaque échantillon. Les valeurs instrumentales sont issues d'un étalonnage et ajustage constructeur optimisé par intégration de 10 échantillons spécifiques.

Les méthodes de référence utilisées ont été les suivantes :

- Matière sèche : méthode par étuvage selon NF EN ISO 6731/FIL 21 (essais en simple) ;
- Matière grasse : méthode acido-butyrométrique selon NF V 04-210 (essais en simple) ;
- Matière azotée totale : méthode Kjeldahl selon NF EN ISO 8968/FIL 20 (essais en simple), avec conversion $MAT = AT \times 6,38$

B.3 – Résultats

Les tableaux et figures suivants récapitulent les résultats obtenus :

	n	min	max	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
MS (g/100g)	30	12,36	12,96	12,776	0,127	0,013	0,11	0,04
MG (g/l)	30	37,60	44,95	42,872	1,568	0,094	0,22	0,26
MAT (g/kg)	30	32,68	34,91	33,834	0,475	0,064	0,19	0,18

Tableau 2 : critères de répétabilité du MPA pour les paramètres MS, MG et MAT sur échantillons de lait cru

n : nombre de résultats ; *min* et *max* : valeur minimum et maximum ; *M* et *Sx* : moyenne et écart-type des résultats ; *Sr* et *Sr%* : écart-type de répétabilité absolu et relatif ; *r* : écart maximal de répétabilité (95% des cas)

	n	min	max	Y	Sy	d	Sd	Sy,x	Sy,x%	b	a
MS (g/100g)	30	12,30	13,00	12,79	0,16	-0,02	0,07	0,066	0,51	1,168	-2,12
MG (g/l)	30	35,50	42,60	40,78	1,57	2,09	0,29	0,298	0,69	0,985	-1,47
MAT (g/kg)	30	32,39	34,77	33,71	0,55	0,12	0,23	0,230	0,68	1,059	-2,12

Tableau 3 : critères de justesse du MPA pour les paramètres MS, MG et MAT sur échantillons de lait cru

n, *min*, *max* : nombre de résultats, valeur 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.

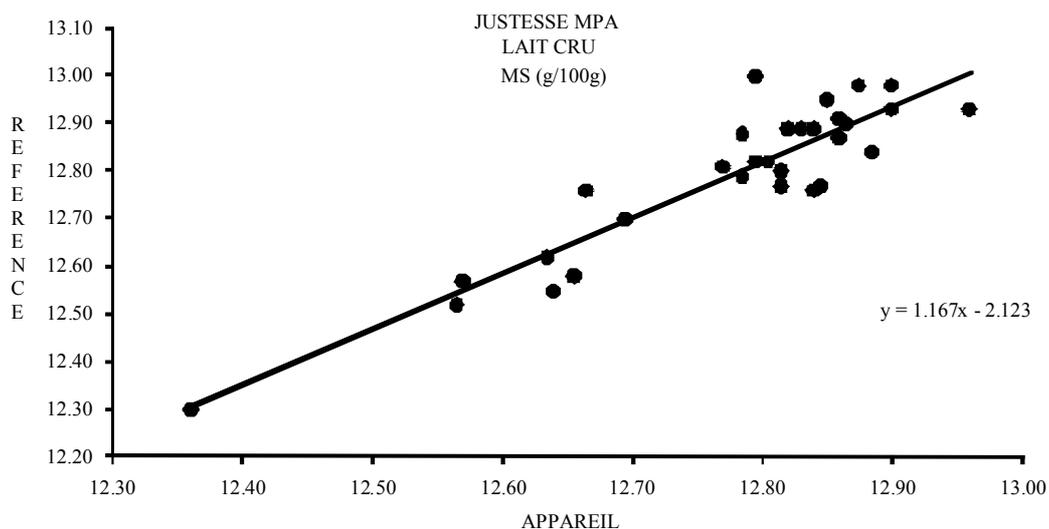


Figure 1 : Relation entre les résultats MPA et référence pour le paramètre MS sur échantillons de lait cru

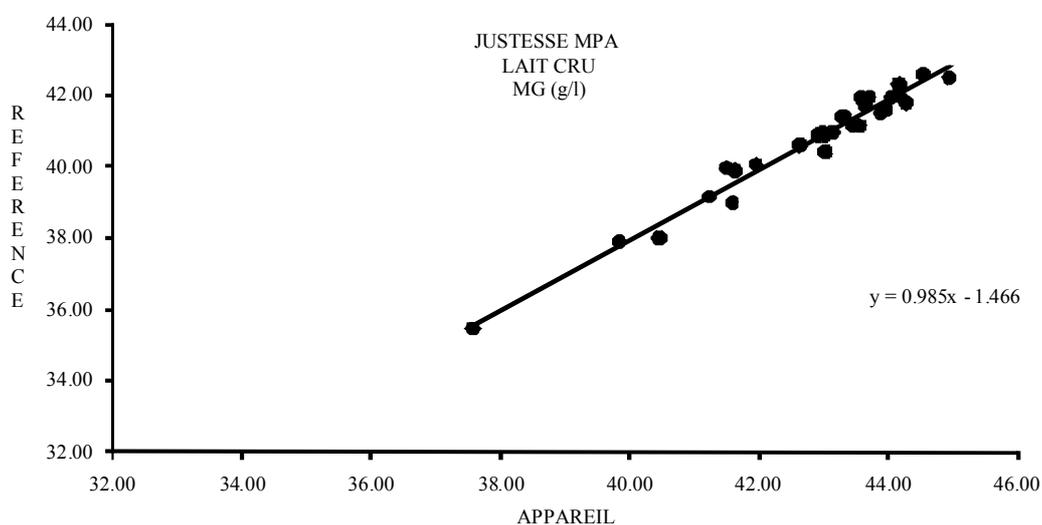


Figure 2 : Relation entre les résultats MPA et référence pour le paramètre MG sur échantillons de lait cru

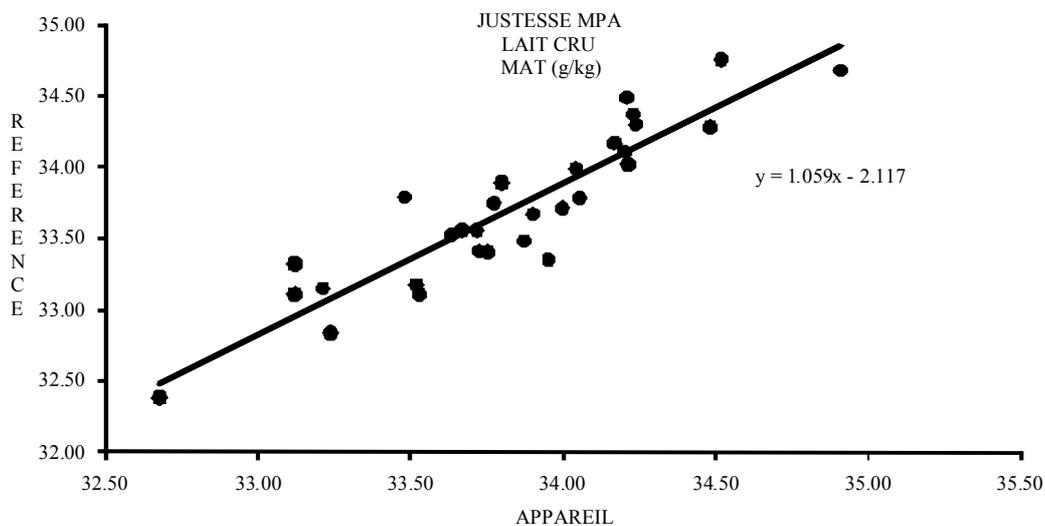


Figure 3 : Relation entre les résultats MPA et référence pour le paramètre MAT sur échantillons de lait cru

On peut remarquer que :

- ⇒ pour le paramètre MS, l'écart-type résiduel est égal à 0,066 g/100 g. La pente est égale à 1,167 mais n'est pas significativement différente de 1.00 (P = 5%),
- ⇒ pour le paramètre MG, l'écart-type résiduel est égal à 0,298 g/l. La pente est égale à 0,985 mais n'est pas significativement différente de 1.00 (P = 5%),
- ⇒ pour le paramètre MAT, l'écart-type résiduel est égal à 0,230 g/kg. La pente est égale à 1,059 et n'est pas significativement différente de 1.00 (P = 5%).

B.4 - Conclusion

Au niveau de la répétabilité, les écarts-types de répétabilité sont respectivement égaux à 0,013 g/100 g, 0,064 g/l et 0,094 g/kg pour les paramètres MS, MG et MAT. Malgré l'absence de critères normatifs pour l'analyse du lait par méthode proche infrarouge, on peut observer que les résultats obtenus sont en accord avec la norme NF ISO 9622/FIL 141 concernant les performances des analyseurs moyen infrarouge sur du lait cru, fixant à 0,14 g/l la limite maximale pour les écarts-types de répétabilité des paramètres MG et MP (matière protéique).

Au niveau des performances de la justesse, les écarts-types résiduels de régression observés permettent d'envisager des précisions d'estimation (égales à $2.Sy,x$ au risque de 5%) de 0,132 g/100 g pour la matière sèche, 0,596 g/l pour la matière grasse et 0,460 g/kg pour la matière azotée totale. Malgré l'absence de critères normatifs pour l'analyse du lait par une méthode proche infrarouge, on peut remarquer que les valeurs obtenues pour le paramètre MG sont en accord avec la limite maximale d'écart-type des écarts (fixée à 0,7 g/l) de la norme NF ISO 9622/FIL 141 concernant les performances des analyseurs moyen infrarouge sur du lait cru.

CONCLUSION GENERALE

De manière générale, les performances de répétabilité et de justesse du MPA peuvent difficilement être interprétées en raison de l'absence de critères normatifs spécifiques à une méthode proche infrarouge. Cependant, on peut noter que les performances obtenues pour le paramètre MG sont en accord avec les limites normalisées (ISO 9622/FIL 141) se rapportant aux appareils moyen infrarouge pour l'analyse du lait cru et proches des performances des appareils de ce type. De plus, l'évaluation ayant été réalisée à partir d'un étalonnage général « constructeur », on peut raisonnablement penser que les critères de répétabilité et justesse observés constituent des maxima et peuvent être améliorés par enrichissement du modèle avec des échantillons appropriés.

D'après le rapport d'évaluation de l'analyseur infrarouge MPA™ (lait cru) – X. QUERVEL et Ph. TROSSAT – Décembre 2012