

EVALUATION DE L'APPAREIL « MOPLANT »

L'appareil Moplant, fabriqué par la société Hettich Benelux (Pays-Bas), permet la réalisation de certaines étapes des modes opératoires de détermination de la matière grasse (MG) par extraction selon les méthodes RG ou SBR du lait et des produits laitiers.

Cet appareil combine une centrifugeuse à Mojonner (16 places), 2 compartiments avec plaques chauffantes pour l'évaporation des solvants, 2 enceintes pour le séchage et 2 enceintes de refroidissement à température ambiante. Un système d'aspiration permet de capter les vapeurs et de les évacuer vers l'extérieur au moyen d'une gaine d'évacuation nécessairement placée sous une sorbonne à solvants. Une pompe à vide permet de réduire la pression à l'intérieur des enceintes.

L'objectif de cette étude est d'évaluer la possibilité de remplacer les étapes d'évaporation et d'étuvage (à poids constant) des méthodes RG et SBR par le Moplant, devenant ainsi des méthodes alternatives.

**Les essais**

Les essais d'évaluation ont été menés au laboratoire de physico-chimie d'Actalia Cevalait (analyses de référence et analyses instrumentales) en octobre et novembre 2016. La répétabilité et de la justesse de ces méthodes alternatives ont été évaluées pour la détermination de la matière grasse du lait (selon la norme ISO 1211), de la crème (ISO 2450), du lait sec (ISO 1736) et du fromage (ISO 1735).

1- MATERIELS ET METHODES UTILISEES**1.1- Matériel**

Le matériel utilisé pour la méthode de référence est conforme aux normes ISO. Le laboratoire utilise des tubes en verre pour l'extraction et les tests ont été réalisés en utilisant des capsules aluminium de 90 x 30 mm munies de couvercles pour collecter le solvant.

Aucun consommable spécifique pour la méthode « Mo Plant » n'est nécessaire. Les extractions ont été réalisées au moyen de tubes en verre, ce qui n'a pas permis d'utiliser la centrifugeuse à Mojonner.

1.2- Procédure

Principe général : Chaque échantillon a été analysé en double pour chaque méthode (alternative et référence).

Les essais ont été menés en parallèle pour chaque échantillon : dans la même série, 4 tubes ont été réalisés pour chaque échantillon, 2 tubes ont suivi la fin de la procédure de la méthode de référence et les 2 autres ont suivi la procédure de la méthode alternative.

Le début de la procédure (extraction et prise d'essai) était la même pour les deux méthodes.

Procédure d'évaporation – séchage de la méthode alternative utilisant Moplant :

- Placer les capsules vides dans l'enceinte à 110 °C sous pression réduite (-0,8 bars) pendant 5 minutes.
- Placer les capsules dans l'enceinte à température ambiante et laisser refroidir pendant 7 minutes.
- Peser les capsules à 0,1 mg près.
- Après transfert des solvants dans les capsules, placer les capsules sur les plaques chauffantes à 110 °C le temps nécessaire à l'évaporation complète du solvant dans chaque capsule (environ 10-15 mn). Procéder par contact progressif avec la plaque pour éviter les éventuelles projections. Procéder de manière identique pour les 3 extractions.
- Placer les capsules dans l'enceinte à 110 °C sous pression réduite (-0,8 bars) pendant 5 minutes.
- Placer les capsules dans l'enceinte à température ambiante et laisser refroidir pendant 7 minutes.
- Peser les capsules à 0,1 mg près (1 blanc a été effectué également par série selon ce principe).

Calculer la teneur en MG selon la formule suivante :

$$MG (\%) = 100 \times [(M2_e - M0_e) - (M2_b - M0_b)]/M1$$

$M0_e$ et $M0_b$: masse de la capsule vide après séchage de l'échantillon et du blanc respectivement (à 0,1 mg près)

$M1$: masse de la prise d'essai (à 0,1 mg près)

$M2_e$ et $M2_b$: masse de la capsule avec le résidu après séchage de l'échantillon et du blanc respectivement (à 0,1 mg près).

2- RESULTATS

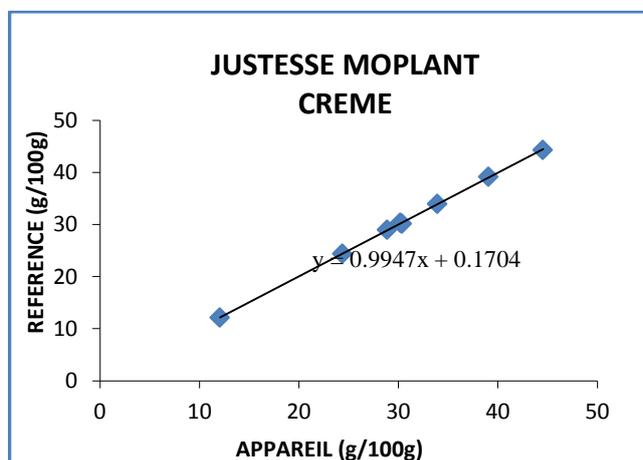
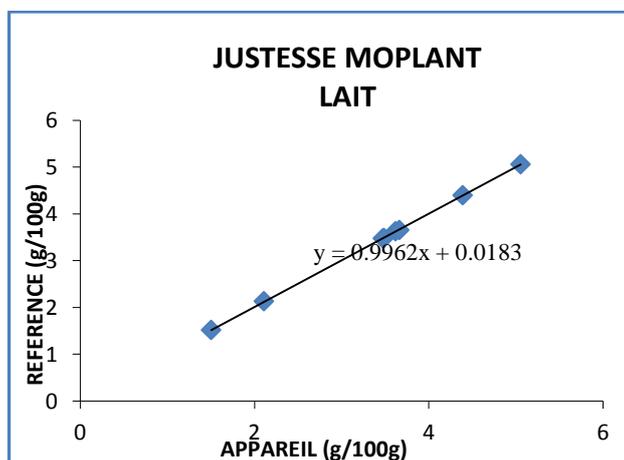
Les essais ont été réalisés à partir de 8 échantillons de lait cru et lait UHT, 8 échantillons de crème crue et crème UHT, 9 échantillons de lait sec et 9 échantillons de fromage.

Le tableau suivant présente les résultats obtenus :

Critère	LAIT		CREME		LAIT SEC		FROMAGE	
	Appareil	Référence	Appareil	Référence	Appareil	Référence	Appareil	Référence
n	8		8		9		9	
M (g/100g)	3,41	3,42	30,43	30,44	16,47	16,49	22,34	22,14
Sx (g/100g)	1,14	1,14	9,73	9,68	10,18	10,22	11,35	11,35
Sr (g/100g)	0,007	0,009	0,23	0,23	0,05	0,08	0,08	0,06
d (g/100g)	-0,005*		-0,01*		-0,02*		0,20*	
Sd (g/100g)	0,009		0,15		0,07		0,13	

Tableau 1: Critères de répétabilité et de justesse du Moplant sur les échantillons de lait, crème, lait sec et fromage
n : nombre de résultats, *M* et *Sx* : moyenne et écart-type des résultats, *Sr* : écart-type de répétabilité, *d* et *Sd* : moyenne et écart-type des écarts (instrumental-référence).

*différence non significative à 5% près



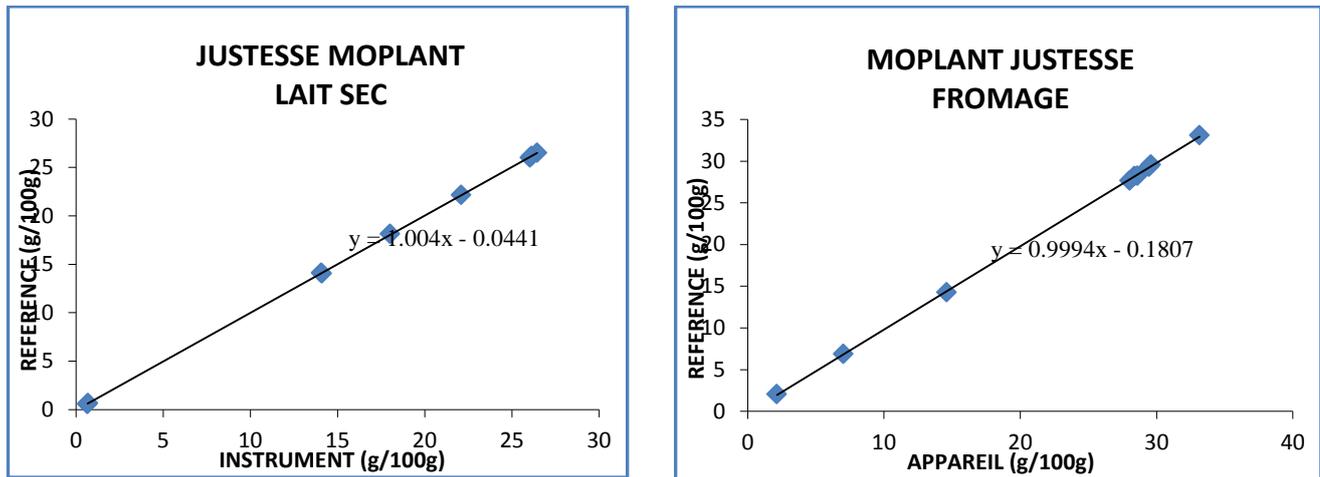


Figure 1 : Relation entre les résultats « Moplant » et les résultats « référence » sur les échantillons de lait, crème, lait sec et fromage

Pour le lait, l'écart-type de répétabilité observé sur la méthode alternative est inférieur à la valeur limite normative de la méthode ISO 1211 ($S_r \leq 0,015$ g/100g). L'écart moyen entre les 2 séries de résultats est très faible (-0,005 g/100g) et non significatif.

Pour la crème, l'écart-type de répétabilité relative observé pour la méthode alternative est inférieur à la valeur limite normative de la méthode ISO 2450 ($S_r \leq 0,5$ %). L'écart moyen entre les 2 séries est très faible (-0.01 g/100g) et non significatif.

Pour le lait sec, l'écart-type de répétabilité observé pour la méthode alternative est inférieur à la valeur limite normative de la méthode ISO 1736 ($S_r \leq 0,20$ g/100g). L'écart moyen entre les 2 séries de résultats est très faible (-0,02 g/100g) et non significatif.

Pour le fromage, l'écart-type de répétabilité observé pour la méthode alternative est inférieur à la valeur limite normative de la méthode ISO 1735 ($S_r \leq 0,30$ g/100g). L'écart moyen entre les 2 séries de résultats est de 0,20 g/100g (différence non significative au seuil de 5 %).

Traitement global

Le tableau suivant présente les résultats obtenus toutes les matrices confondues :

Critère	Appareil	Référence
n	34	
M (g/100g)	18,24	18,19
Sx (g/100g)	13,09	13,08
d (g/100g)	0,04	
Sd (g/100g)	0,14	
Sy,x (g/100g)	0,14	
Sy,x (%)	0,75	

Tableau 2 : Critères de justesse du Moplant sur lait et produits laitiers

n : nombre de résultats, M et S_x : moyenne et écart-type des résultats, S_r : écart-type de répétabilité, d et S_d : moyenne et écart-type des écarts (instrumental-référence), $S_{y,x}$ et $S_{y,x}$ (%) : écart-type résiduel absolu et relatif de la régression linéaire = $f(\text{appareil})$.

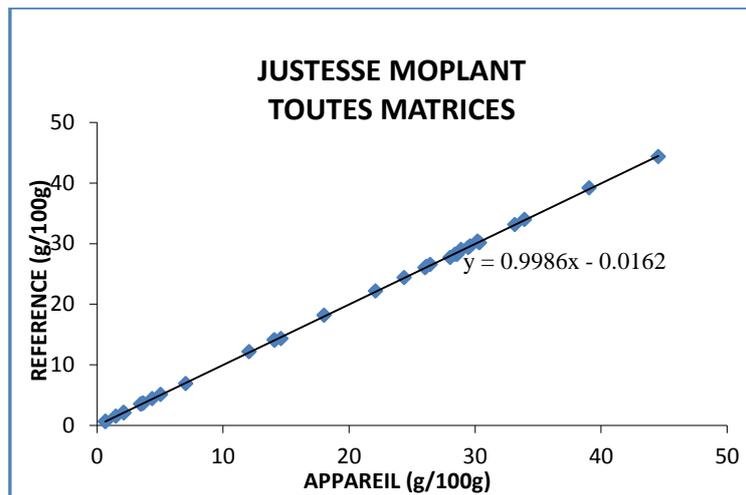


Figure 2: Relation entre les résultats « Moplant » et les résultats « référence » sur lait et produits laitiers

On remarque que la moyenne et l'écart-type des écarts sont respectivement égaux à 0,04 et 0,14 g/100g. La pente (0,999) et l'ordonnée à l'origine (-0,02) de régression ne sont pas significativement différents de 1 et 0 respectivement (P=5%). L'écart-type résiduel est égal à 0,14 g/100g.

CONCLUSION

A l'issue de l'évaluation du Moplant, on remarque que les résultats obtenus pour les différents essais réalisés sur lait, crème, lait sec et fromage ne sont pas significativement différents des valeurs de référence obtenues par les méthodes normalisées.

Cette méthode alternative donne des résultats équivalents aux résultats des méthodes de référence sur lait et produits laitier.

L'utilisation de l'appareil Moplant peut donc constituer une méthode alternative intéressante en raison du gain de temps notable concernant les étapes de séchage des capsules et d'évaporation du solvant.

Pour des raisons de sécurité, la gaine d'évacuation des solvants du Moplant doit être placée soit sous une sorbonne à solvants ou à travers une fenêtre extérieure.

