

# EVALUATION DE L'ANALYSEUR INFRA-ROUGE FT 6000 ® CRITERE UREE

(d'après le rapport d'évaluation -phase I- de CECALAIT)

L'analyseur infrarouge, à transformée de Fourier, FT 6000 fabriqué et commercialisé par la société FOSS a été précédemment évalué par CECALAIT sur les critères teneurs en matière grasse, en matière protéique et en lactose du lait ainsi que sur la détermination d'un équivalent point de congélation (FPD) (voir Lettre de Cecalait n° 33). En juillet 2002 l'appareil a été évalué sur le critère de la détermination de la teneur en urée. Les valeurs de répétabilité et de justesse, tant pour les laits individuels que pour les laits de troupeaux, confirment les spécifications du constructeur et l'amélioration des performances par rapport au MSC 4000.

## PRINCIPE ET DESCRIPTION

Le FT 6000 utilise un système infrarouge mono faisceau basé sur la technique à transformée de Fourier (IRTF). Il est couplé à un micro-ordinateur qui assure le pilotage et le traitement du signal. Il permet deux types de calculs mathématiques : PLS traditionnel pour les composants majeurs et PLS spectrum pour tous les composants.

## LES ESSAIS

Les essais d'évaluation ont été menés au laboratoire de physico-chimie de CECALAIT, qui a effectué aussi bien les analyses de référence que les analyses infra-rouge. Ils ont concerné le critère urée et ont porté sur les points suivants:

- Evaluation de la répétabilité
- Evaluation de la justesse

### ① Répétabilité

La répétabilité de l'appareil a été évaluée en mode d'analyse automatique à partir de 146 laits individuels de vache prélevés dans sept élevages du Jura et de 55 laits de troupeaux en provenance de la région de Franche-Comté. Cet ensemble couvrirait une plage de taux allant de 172 à 696 mg/l en urée. Les dosages ont été effectués en doublant chaque série de 20 échantillons.

Les échantillons ont été conservés à l'aide de bronopol (0,02 %).

Tableau/Table 1 : Evaluation de la répétabilité/repeatability

lait	n	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
individuel individual milks	146	444	98,1	9,2	2,06	25,4
troupeau herd milks	55	369	62,2	8,7	2,35	24,0
		UREE (mg/l)		UREA (mg/l)		

Avec / with : n: nombre de résultats / number of samples

M : moyenne des résultats / mean

Sx : écart-type des résultats / standard deviation of the results

Sr et Sr% : écart-type de répétabilité absolu et relatif / relative and absolute standard deviation of repeatability

r : écart maximal de répétabilité dans 95% des cas / maximal difference between duplicates in 95% of occurrences

L'écart-type de répétabilité Sr est conforme aux spécifications du constructeur (Sr < 15 mg/l). Pour mémoire, l'écart-type de

répétabilité de la méthode de référence spécifié dans le projet de la norme ISO / FIL 195 est Sr = 5,4 mg/l (r = 15 mg/l).

### ② Justesse

L'appareil a été évalué à partir des mêmes échantillons de laits individuels et de troupeaux que ceux utilisés pour l'évaluation de la répétabilité.

Les analyses infra-rouge ont été réalisées en double non consécutifs. Un lait témoin a été intercalé tous les 20 échantillons de manière à vérifier la stabilité du signal. La valeur prise en compte pour l'évaluation de ce critère correspond à la moyenne des deux répétitions non consécutives.

L'évaluation a porté sur les valeurs obtenues à partir du calibrage réalisé par la société FOSS **non ajustés** avec des laits locaux.

La méthode utilisée ici pour la détermination du taux d'urée est la méthode enzymatique par pH-métrie différentielle selon le projet de norme ISO FIL 195.

La valeur prise comme référence correspond à la moyenne des deux répétitions.

La justesse est appréciée en utilisant les moyennes des écarts, écarts types des écarts, des écarts types résiduels et des équations des régressions linéaires estimés en prenant en variable expliquée Y, la méthode de référence et en variable explicative X, le Milkoscan FT 6000.

Tableau/ Table 2 : évaluation de la justesse / accuracy

laits / milks	individuel / individual	troupeau / herd
n	146	55
min (mg/l)	172	151
max (mg/l)	696	436
Y (mg/l)	347.0	309.3
X (mg/l)	444.1	369.2
Sy (mg/l)	98.4	67.6
d (mg/l)	97.1	59.8
Sd (mg/l)	33.8	15.7
Sy,x (mg/l)	33.5	15.4
b	0.943	1.058
a	- 72	- 81

n : nombre de résultats

min : valeur minimum

max : valeur maximum

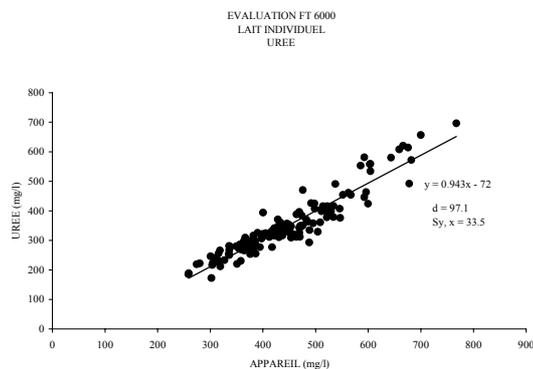
Y,X : moyenne des résultats par méthode de référence et instrumentale

Sy : écart-type des résultats par méthode de référence

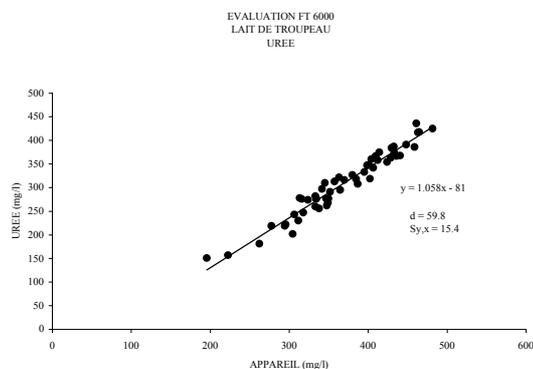
d, Sd : moyenne et écart-type des écarts

$S_{y,x}$  : écart-type résiduel  
 $b$ ,  $a$  : pente et ordonnée à l'origine de la régression linéaire.

**Figure 1 : Lait individuel / individual milk**



**Figure 2 : Lait de troupeau / herd milk**



Le tableau 2 et les figures 1 et 2 présentent les résultats et les droites des régressions sur l'ensemble des laits individuels et laits de troupeaux. En ce qui concerne :

- les laits individuels, la pente et l'ordonnée à l'origine de la régression obtenues ( $b = 0,943$  ;  $a = - 72$ ) sont significativement différentes de 1 et 0 ( $P=1\%$ ). L'écart type résiduel de régression est de 33,5 mg/l.
- les laits de troupeaux, la pente et l'ordonnée à l'origine de la régression obtenues ( $b = 1,058$  ;  $a = - 81$ ) sont significativement différentes de 1 ( $P = 5\%$ ) et de zéro ( $P = 1\%$ ). L'écart type résiduel de régression est de 15,4 mg/l.

Les écarts-types résiduels de régression obtenus sont conformes aux spécifications du constructeur (lait individuel  $S_{y,x} < 35$  mg/l ; lait de mélange  $S_{y,x} < 30$  mg/l). Le décalage moyen observé de - 70 à - 80 mg/l sur les laits individuels et les laits de troupeaux entre l'infra-rouge et la méthode de référence vient vraisemblablement soit de l'origine des laits pour la construction du calibrage par la société FOSS, soit de la méthode chimique utilisée pour la détermination des valeurs de référence.

## CONCLUSION GENERALE

Les résultats de l'évaluation de l'analyseur infra-rouge FT 6000 confirment les spécifications annoncées par la société FOSS en matière de répétabilité et de justesse.

En utilisation de routine, un ajustement sur des laits locaux semble nécessaire pour une amélioration de la justesse du calibrage.

Enfin, l'amélioration des performances de justesse par rapport au MSC 4000 (voir : Lettre de CECALAIT, n° 21) est sensible puisque les écarts-types résiduels de régression diminuent de 48,3 à 33,5 mg/l pour les laits individuels et de 37,9 à 15,4 mg/l pour les laits de troupeaux.

## Abréviations

-

FPD : Freezing Point Detection / point de congélation

IRTF : infra-rouge à transformée de Fourier /

FTIR : Fourier Transformed Infra Red

PLS : Partial Least Square / moindres carrés partiels

## Bibliographie

### ▪ **Projet de norme ISO / FIL 195 -**

**Lait - Détermination de la teneur en urée - Méthode enzymatique par pHmétrie différentielle (Méthode de référence)**

Milk - Determination of urea content - Enzymatic method using the difference in pH measurement (Reference method)

### ▪ **Evaluation : le MILKOSCAN 4000 (lactose, urée, point de congélation).** La Lettre de CECALAIT, n° 21, janvier 1997, p.1-4

### ▪ **Evaluation : le MILKOSCAN 6000 (matière grasse, protéines, lactose, point de congélation).** La Lettre de CECALAIT, n° 33, 2ème trim. 2000, p. 2-7.

### ▪ **QUERVEL, X. TROSSAT, P. - Rapport d'évaluation de l'analyseur infra-rouge FT 6000 ® critère urée, CECALAIT, 2002, Poligny, 5 p.**

