

EVALUATION

LE BENTLEY B 2000

Le Bentley 2000 (B 2000) est un appareil automatique d'analyse par spectrométrie infra-rouge (MIR), pour la détermination des taux de matière grasse, protéines et lactose dans le lait. Il est fabriqué par la compagnie américaine BENTLEY INSTRUMENTS INCORPORATED et commercialisé en France par la société TRUE TEST.

L'appareil a été évalué en banc d'essai par CECALAIT, entre Novembre 1992 et Janvier 1993 dans le cadre d'une demande d'agrément aux fins du contrôle laitier et du paiement du lait.

PRINCIPE

L'appareil utilise trois longueurs d'onde, chacune spécifique de liaisons ou de groupements caractéristiques des composants à doser, à savoir la matière grasse, les protéines et le lactose. Une quatrième longueur d'onde, commune à ces trois canaux d'analyse sert de référence.

Avant la mesure, le lait à analyser est réchauffé à 40°C, puis prélevé par pompage; il passe dans un homogénéisateur, destiné à réduire la taille des globules gras et arrive dans une cellule de mesure traversée par le faisceau infra rouge. Pour chaque composant analysé, la différence d'énergie transmise entre longueur d'onde spécifique et longueur d'onde référence dépend de sa teneur dans le lait.

La mise en mémoire d'un étalonnage préalable permet d'indiquer directement la valeur de cette teneur.

DESCRIPTION

L'appareil comprend :

- ★ un dispositif de prélèvement du lait, par pompage,
- ★ un homogénéisateur,
- ★ un système optique monofaisceau, muni de filtres interférentiels, permettant de sélectionner les longueurs d'onde suivantes :
 - Référence : 5,58 µm,
 - Matière grasse : 5,73 µm,
 - protéines : 6,46 µm,
 - Lactose : 9,53 µm,
- ★ un passeur d'échantillons,
- ★ un microordinateur pour assurer le pilotage de l'instrument et le traitement numérique du signal analytique.

La cadence analytique théorique est de 320 échantillons par heure.

LES ESSAIS

Ils ont porté sur les points suivants :

- ★ évaluation de la contamination entre échantillons,
- ★ mesure de l'influence du type de conservateur,
- ★ évaluation de la linéarité,
- ★ évaluation de la répétabilité,
- ★ évaluation de la justesse.

Les méthodes et critères d'appréciation de ces différents paramètres proviennent de :

- ★ la norme FIL 141A:1990 (Guide pour l'utilisation des appareils de dosage par absorption dans le moyen infra rouge),
- ★ de la norme FIL 128:1985 (Définition et évaluation de la précision globale des méthodes indirectes d'analyse du lait - Application au calibrage et au contrôle de qualité),
- ★ de la norme d'utilisation des appareils infra rouge dans le cadre du paiement du lait et du contrôle laitier en France.

① EVALUATION DE LA CONTAMINATION ENTRE ECHANTILLONS

Ce critère a été évalué en mode d'analyse automatique, par le passage d'un même lait individuel de vache et d'eau distillée, selon la séquence "Lait-Lait-Eau-Eau" répétée vingt fois. Le taux de contamination a été estimé par la formule :

$$Tc = [(S(\text{Eau } 1) - S(\text{Eau } 2)) / (S(\text{Lait } 2) - S(\text{Eau } 2))] \times 100$$

Les résultats montrent que le système de purge du B 2000 laisse apparaître des contaminations de l'ordre de 0,4%. Ce taux reste très inférieur à la limite d'acceptabilité de 1%, établie dans le cadre du paiement du lait et du contrôle laitier.

② INFLUENCE DU CONSERVATEUR

Pour cette étude, on a utilisé du Bronopol liquide, préparé à partir d'une solution mère à 120 g/l (1 goutte pour 30 ml) et du dichromate de potassium Merck en pastilles (1 pastille pour 30 ml)

Quatre modes de conservation ont été comparés, sur 30 laits individuels de vache :

- ★ absence de conservateur et conservation à 4°C
- ★ dichromate de potassium à 0,1% à 4°C

★ bronopol à 0,02% à 4°C

★ bronopol à 0,02% à 20°C

Aucune influence du mode de conservation n'a été mise en évidence dans le cas du dosage de la matière grasse. En revanche, lors du dosage des protéines, on observe une différence hautement significative entre le lait additionné de bronopol et le lait additionné de dichromate de potassium.

Dans ce dernier cas, le taux protéique est sousestimé par rapport aux laits additionnés de bronopol. La différence est d'environ - 0,35 g/kg en moyenne, soit un écart relatif de - 1,2% pour un niveau moyen de 29,7 g de protéines par kg. Cet écart est bien plus important que celui qui avait été constaté lors des essais sur les conservateurs effectués par l'INRA de Poligny en 1979 (0,10 g/kg en moyenne).

Quelle que soit l'origine de cette différence, il reste qu'il faudra tenir compte de cet effet du conservateur lors des étalonnages;

③ EVALUATION DE LA LINEARITE

Ce critère a été testé pour chacun des canaux analytiques à l'aide de gammes d'échantillons de teneurs variant respectivement :

★ de 0 à 86 g de matière grasse par kg, gamme constituée à partir de mélanges proportionnels de crème et de lait écrémé,

★ de 18 à 82 g de protéines par kg, gamme constituée à partir de mélanges proportionnels d'une solution de caséinate de sodium et d'eau distillée,

★ de 10 à 80 g de lactose par kg, gamme constituée à partir de mélanges proportionnels d'une solution de lactose monohydraté et d'eau distillée.

Ces gammes ont été analysées sur le B 2000 en mode manuel, sans agitateur et en données brutes, non corrigées des interactions entre composants. Les analyses ont été effectuées en double, dans l'ordre croissant, puis décroissant, des différents taux, le tout deux fois à une semaine d'intervalle.

Les résultats obtenus montrent que l'ajustement de la linéarité proposé par le constructeur convient pour les laits de teneurs courantes en matière grasse, protéines ou lactose. Cependant, l'ajustement de la linéarité peut être optimisé par calcul (régression selon un polynôme d'ordre 3), en cas d'analyse de laits à teneurs plus élevées, tels que les laits de brebis, de vaches jersiaises, les gammes de laits reconstitués, les rétentats, les laits concentrés ou enrichis...

④ EVALUATION DE LA REPETABILITE

La répétabilité du Bentley 2000 a été testée, en mode d'analyse automatique, à partir de 120 laits individuels, conservés avec du bronopol à 0,02%, et dont les taux étaient répartis de :

★ 19 à 65 g de matière grasse par kg,

★ de 24 à 45 g de protéines par kg,

★ de 40 à 52 g de lactose par kg.

Les résultats obtenus sont repris dans le tableau 1.

Tableau 1

	MATIERE GRASSE	MATIERE PROTEIQUE	LACTOSE
n	120	120	120
\bar{X}	38,31	34,80	46,02
Sx	8,96	4,44	2,69
Sr	0,42	0,08	0,11
Sr %	0,30	0,24	0,24
r	0,33	0,23	0,31

avec n: nombre d'échantillons

Sr : écart-type de répétabilité

Sx : écart-type de série (séries de 30 échantillons)

\bar{X} : moyenne

r : estimation de la répétabilité

Quels que soient les composants, les valeurs d'écart-type et d'écart critique de répétabilité observées sont inférieures aux valeurs de :

$Sr = 0,14$ g/kg et $r = 0,4$ g/kg

L'appareil apparaît donc conforme aux recommandations de la norme FIL 141A:1990.

⑤ EVALUATION DE LA JUSTESSE

La justesse de l'appareil a été évaluée sur les critères matière grasse et protéines :

★ d'une part, au moyen de 95 échantillons de laits individuels, provenant de 4 élevages du Jura (étude de la conformité pour le contrôle laitier)

★ d'autre part, au moyen de 51 laits de troupeaux provenant de la région Franche-Comté (étude de la conformité pour le paiement du lait).

Les méthodes de référence utilisées sont les méthodes officielles du paiement du lait et du contrôle laitier, à savoir, la méthode Gerber pour la matière grasse (analyses en simple, avec confirmation en cas de résidu important, après régression linéaire) et la méthode au Noir Amido pour les protéines (analyses en double).

L'appareil a été calibré à l'aide d'une gamme de 11 échantillons de laits reconstitués en réseau orthogonal de TB TP, selon la technique décrite par O. LERAY (1989). Les analyses ont été réalisées en double, avec vérification de la stabilité du signal de l'appareil à l'aide d'un lait de contrôle tous les 20 échantillons. .

Le tableau 2 présente les paramètres utilisés pour évaluer la justesse, à savoir la moyenne des écarts appareil-référence (\bar{d}),

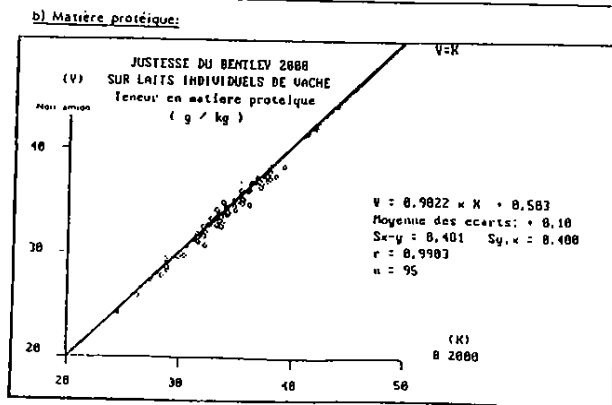
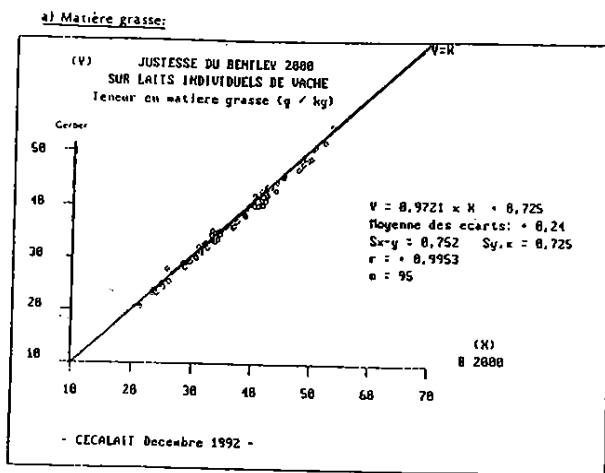
les écarts-types des écarts (Sd), les écarts-types résiduels (Sy,x) et les pentes (b) et ordonnée à l'origine (a) des droites de régression linéaires liant la réponse instrumentale aux valeurs de référence.

Tableau 2

	LAITS INDIVIDUELS		LAITS DE TROUPEAUX	
	MG	MP	MG	MP
\bar{Y}	36,68	33,98	36,71	30,05
\bar{X}	36,93	34,08	36,95	29,24
Sy	7,45	3,43	3,12	1,76
$\bar{d} = \bar{X} - \bar{Y}$	+0,24	+0,10	+0,24	-0,29
Sd	0,752	0,481	0,555	0,298
Sy,x	0,725	0,480	0,555	0,299
b	0,9721**	0,9822 NS	0,9759 NS	1,0209 NS
a	0,787	0,503	0,649	-0,33
n	95	95	51	51

Le tableau 2, ainsi que les fig. 1a et 1b, montrent, pour les laits individuels, des biais moyens faibles : +0,24g/kg en MG et +0,10g/kg en MP, conformes ou proches des tolérances admises en France (+/- 0,15 g/kg) lors des étalonnages dans le cadre du paiement du lait. Les pentes des droites de régression sont proches de 1,00; la valeur légèrement faible de 0,9721 observée pour la matière grasse est tout à fait satisfaisante, compte tenu des écarts entre élevages, susceptibles d'orienter la pente dans un sens ou l'autre, dans le cas d'un nombre faible d'élevages, comme c'est le cas ici.

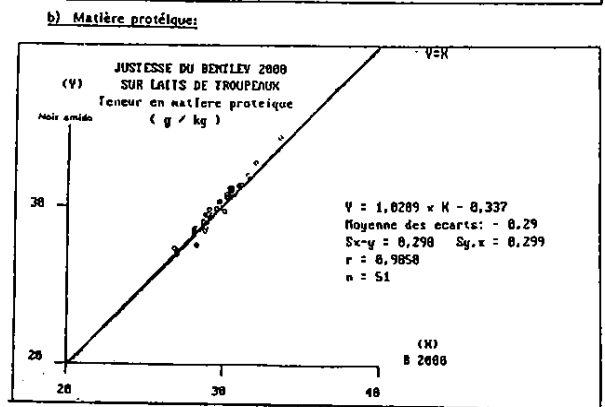
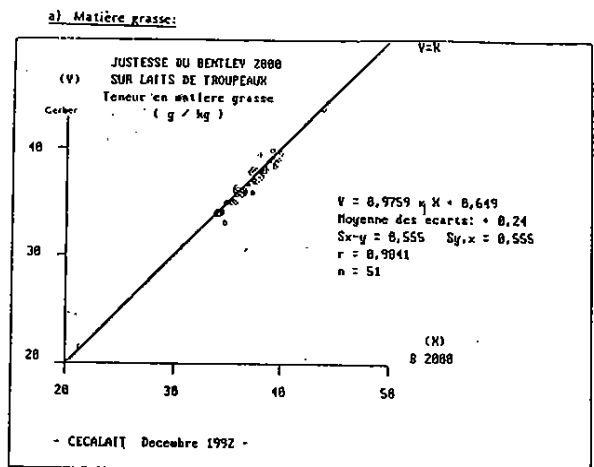
Fig. 1 a et b



Le tableau 2, ainsi que les fig. 2a et 2b présentent les mêmes paramètres, mesurés sur des laits de troupeaux.

Les pentes des équations de régression sont également proches de 1,00. Les biais moyens par rapport à la référence, +0,24g/kg en MG et -0,29 g/kg en MP, légèrement supérieurs aux tolérances admises, n'ont toutefois pas appelé de commentaires particuliers, compte tenu d'un étalonnage initial relativement éloigné de la date de prélèvement des laits de troupeaux. Ils restent au demeurant, comparables à ceux observés au cours d'essais complémentaires, dans des conditions similaires, avec des appareils de type Milkoscan et Multispec.

Fig. 2a et b



Les écarts-types résiduels observés, respectivement :

- ★ 0,725 g/kg en MG et 0,480 g/kg en MP, pour les laits individuels,
- ★ 0,555 g/kg en MG et 0,299 g/kg en MP, pour les laits de troupeaux,

sont conformes aux exigences de la norme FIL 141A:1990 (1,0 g/kg dans les laits individuels et 0,7 g/kg dans les laits de mélange).

CONCLUSION GENERALE

Les caractéristiques de précision du BENTLEY 2000 sont comparables à celles des appareils MIR, fonctionnant déjà dans les laboratoires laitiers. Le BENTLEY 2000 correspond aux spécifications requises dans le cadre du paiement du lait et du contrôle laitier en France.