

EVALUATION DE L'ANALYSEUR INFRA-ROUGE ADVANCED LACTOSCOPE FTIR™ SUR LA MATRICE FROMAGE

Le Lactoscope FTIR™ a été évalué par Actilait-Cecalait sur les paramètres de composition : matière grasse, matière protéique, matière sèche et point de congélation sur lait cru et matière grasse sur crème, dont les résultats sont présentés dans La Lettre de Cecalait n° 70. La présente évaluation concerne la matière grasse, la matière sèche et la matière azotée totale sur le fromage.



Le Lactoscope FTIR™, fabriqué par la société Delta Instruments (Pays-Bas, groupe Advanced) et commercialisé en France par la société Laboratoires Humeau, est un spectrophotomètre moyen infra-rouge qui permet la détermination des paramètres de composition majeurs (matière grasse, matière protéique, matière sèche, point de congélation et matière azotée totale) du lait, de la crème et du fromage.

Il utilise un système infra-rouge mono faisceau à transformée de Fourier. L'appareil, couplé à un PC, assure le pilotage et le traitement du signal, et permet deux types de calculs mathématiques : PLS traditionnel (MLR) et PLS.

Les consommables :

Les consommables suivant ont été utilisés pour cette évaluation :

- Solution "zéro" : eau + triton à 0,1%
- Solution de nettoyage: solution aqueuse de Decon 90™ à 4%.

Les essais :

Les essais d'évaluation ont été menés au laboratoire de physico-chimie d'Actilait-Cecalait (analyses de référence et analyses infra-rouge) en août et septembre 2009 et ont concerné l'évaluation de la répétabilité et de la justesse des paramètres matière grasse (MG), matière sèche (MS) et matière azotée totale (MAT) sur le fromage.

Les critères d'appréciation des paramètres estimés sont issus, soit de la norme NF ISO 9622/FIL 141 C:2000 "Guide pour l'utilisation des appareils de dosage par absorption dans le moyen infra-rouge", soit des manuels CNIEL/IE d'utilisation des appareils infra-rouge dans le cadre du paiement du lait et du contrôle laitier en France.

L'appareil était paramétré de la façon suivante :

- Essais manuels à une cadence d'environ 120 éch/h ;
- Correction de contamination nulle ;
- Calibrage MLR (MG et MAT) ;
- Calibrage PLS (MS).

Les échantillons

Les essais ont été réalisés à partir d'échantillons de fromages commercialisés en GMS. Vingt échantillons ont été analysés : 6 échantillons de fromage frais (3 commercialisés en l'état et 3 constitués artificiellement), 7 échantillons de fromage à pâte molle et 7 échantillons de fromage à pâte pressée. Les échantillons de fromage frais ont été additionnés de bronopol à 0.02% final.

Les échantillons ont été préparés conformément aux préconisations du constructeur : Ecroûtage et broyage de l'échantillon pour essai, réalisation d'une suspension à 10% en présence de réactif « fromage » et broyage pendant une minute par action d'un broyeur à couteaux.

1- EVALUATION DE LA REPETABILITE

1.1- Procédure

La répétabilité de l'appareil a été évaluée sur l'ensemble des échantillons pour les paramètres matière grasse, matière sèche et matière protéique. Les dosages ont été effectués en doublant consécutivement chaque échantillon (une suspension par échantillon).

1.2- Résultats

Le tableau suivant récapitule les résultats obtenus :

	n	min	max	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
Matière grasse (g/100g)	20	0,10	35,58	20,21	12,40	0,04	0,18	0,10
Matière sèche (g/100g)	20	14,26	67,47	43,98	19,35	0,07	0,15	0,18
Matière azotée totale (g/100g)	20	7,42	32,76	19,30	8,34	0,04	0,21	0,11

Tableau 1 : critères de répétabilité du Lactoscope FTIR pour les paramètres matière grasse, matière sèche et matière azotée totale sur des échantillons de fromage

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 dans 95% des cas.

1.3- Conclusion

En absence de critères normatifs et de spécifications du constructeur, pour les paramètres matière grasse, matière sèche et matière azotée totale, le Lactoscope FTIR présente des écarts-types de répétabilité inférieurs aux limites maximales admissibles pour les méthodes de référence respectives NF EN ISO 1735, NF EN ISO 5534 et ISO 8968/FIL 20 (projet ISO en cours WD 2008) égaux à 0,07 g/100g, 0,13 g/100g et 0,05 g/100g.

2- EVALUATION DE LA JUSTESSE

2.1- Procédure

La justesse de l'appareil a été évaluée sur l'ensemble des échantillons de fromage pour les paramètres matière grasse, matière sèche et matière protéique. Les dosages ont été réalisés conformément à l'évaluation de la répétabilité (cf 1.2). Les valeurs instrumentales sont issues d'un calibrage constructeur.

Les méthodes de référence utilisées étaient :

- Matière grasse par extraction SBR selon NF EN ISO 1735 (essai en simple) ;
- Matière sèche par étuvage selon NF EN ISO 5534 (essai en simple) ;
- Matière azotée totale par azote Kjeldahl selon NF EN ISO 8968 (essai en simple). Conversion par le calcul $MAT = NT \times 6,38$

2.2- Résultats

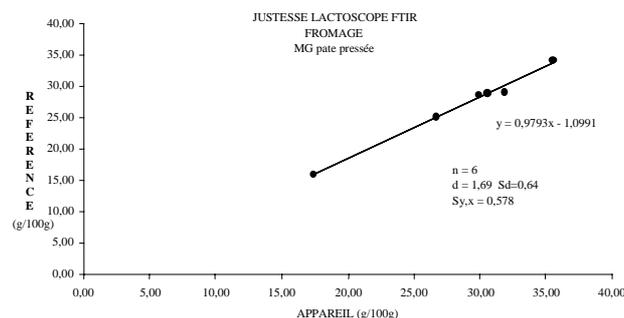
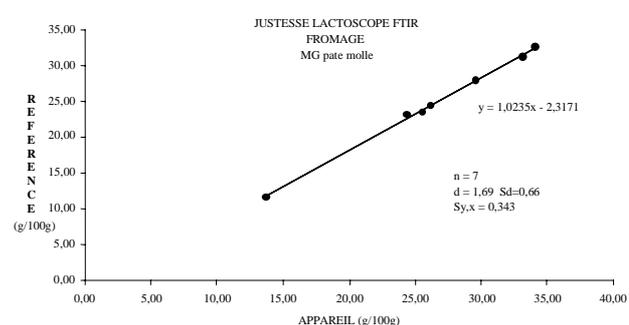
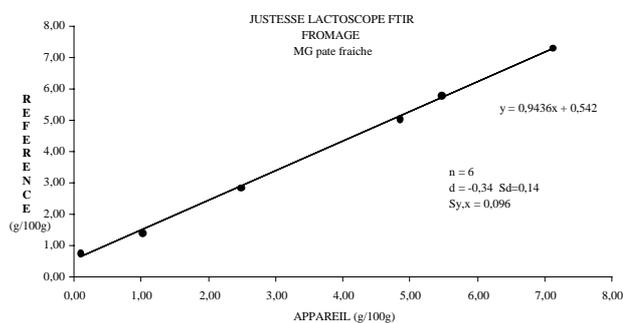
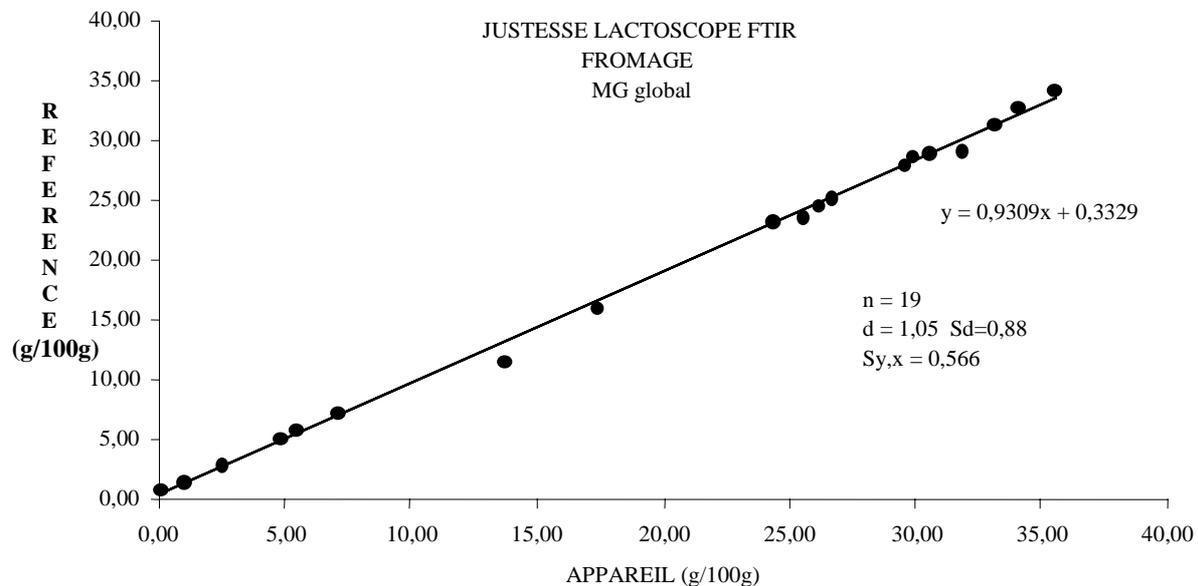
2.2.1- Matière grasse

Les tableaux et figures suivants récapitulent les résultats obtenus.

	n	min	max	Y	Sy	d	Sd	Sy,x	Sy,x %	b	a
MG (g/100g) global	19	0,75	34,08	18,93	11,83	1,05	0,88	0,566	3,0	0,931	0,33
MG (g/100g) Pâte fraîche	6	0,75	7,29	3,85	2,59	-0,34	0,14	0,096	2,5	0,944	0,54
MG (g/100g) Pâte molle	7	11,59	32,68	24,96	6,99	1,69	0,66	0,343	1,4	1,024	-2,32
MG (g/100g) Pâte pressée	6	15,91	34,08	26,97	6,12	1,69	0,64	0,578	2,1	0,979	-1,10

Tableau 2 : critères de justesse du Lactoscope FTIR pour le paramètre matière grasse sur échantillons de fromage

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* et *Sy,x %* : écart-type résiduel absolu et relatif ; *b*, *a* : pente et ordonnée à l'origine de la régression linéaire.



Figures 1, 2, 3 et 4 : Relation entre les résultats Lactoscope FTIR et la référence pour le paramètre matière grasse sur des échantillons de fromage à pâte fraîche, molle et pressée

On remarque que :

- Globalement, les moyenne et écart-type des écarts sont respectivement égaux à 1,05 et 0,88 g/100g. La pente de régression obtenue est significativement différente de 1 ($P = 1\%$) et l'ordonnée à l'origine est significativement différente de zéro ($P = 1\%$). L'écart type résiduel de régression est égal à 0,566 g/100g.
- En fonction du type de fromage, les valeurs de pente fluctuent entre 0,94 et 1,02 ce qui traduit la nécessité d'ajustements spécifiques.

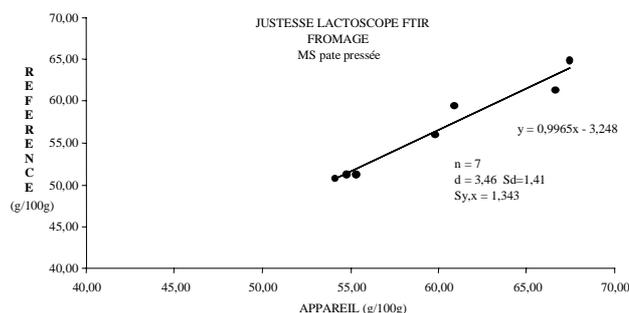
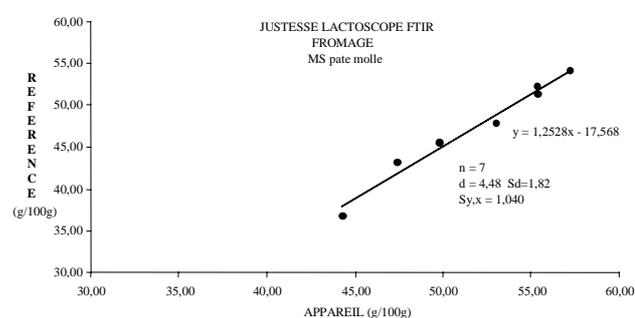
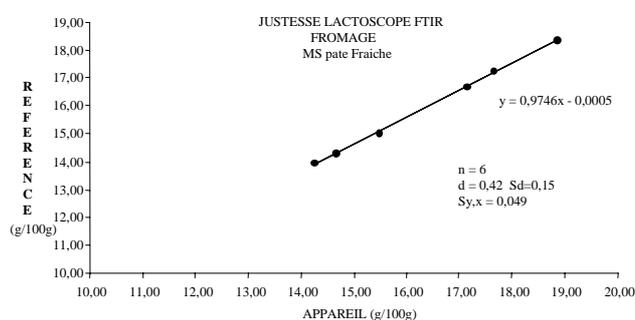
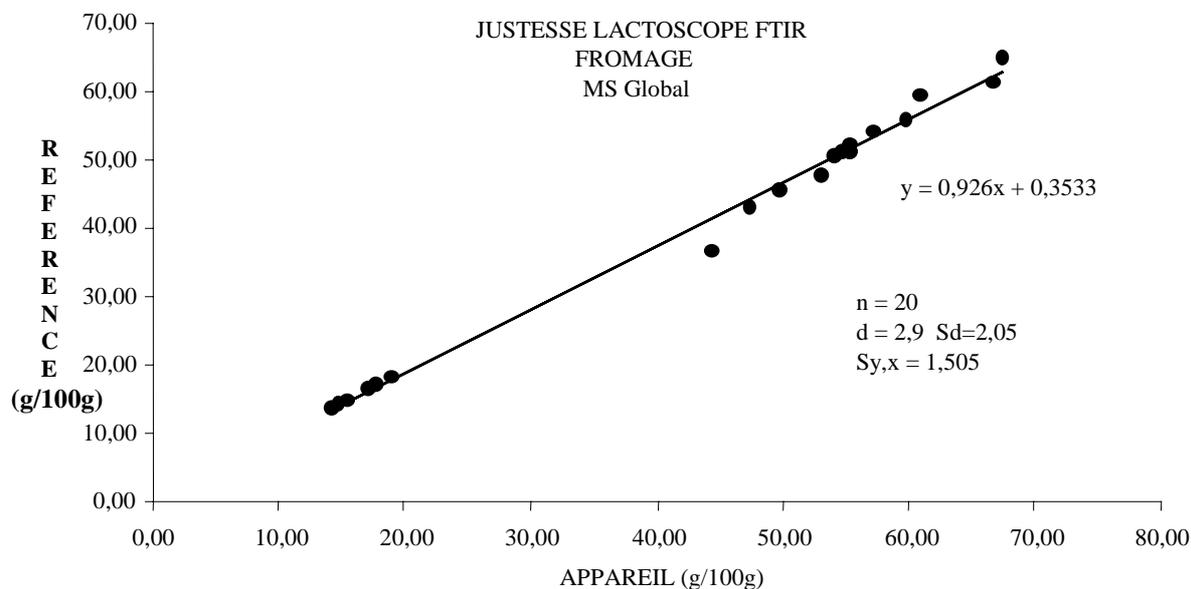
2.2.2- Matière sèche

Les tableaux et figures suivants récapitulent les résultats obtenus.

	n	min	max	Y	Sy	d	Sd	Sy,x	Sy,x %	b	a
MS (g/100g) global	20	13,94	64,96	41,08	17,98	2,90	2,05	1,505	3,7	0,926	0,35
MS (g/100g) Pâte fraîche	6	13,94	18,37	15,92	1,77	0,42	0,15	0,049	0,3	0,975	0,00
MS (g/100g) Pâte molle	7	36,76	54,20	47,31	6,05	4,48	1,82	1,040	2,2	1,253	-17,57
MS (g/100g) Pâte pressée	7	50,77	64,96	56,42	5,65	3,46	1,41	1,343	2,4	0,997	-3,25

Tableau 3 : critères de justesse du Lactoscope FTIR pour le paramètre MS sur échantillons de fromage

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* et *Sy,x %* : écart-type résiduel absolu et relatif ; *b*, *a* : pente et ordonnée à l'origine de la régression linéaire.



Figures 5, 6, 7 et 8 : Relation entre les résultats Lactoscope FTIR et référence pour le paramètre MS sur échantillons de fromage à pâte fraîche, molle et pressée.

On remarque que :

-Globalement, les moyenne et écart-type des écarts sont respectivement égaux à 2,9 et 2,05 g/100g. La pente de régression obtenue est significativement différente de 1 (P = 1%) et l'ordonnée à l'origine est significativement différente de zéro (P = 1%). L'écart type résiduel de régression est égal à 1,505 g/100g.

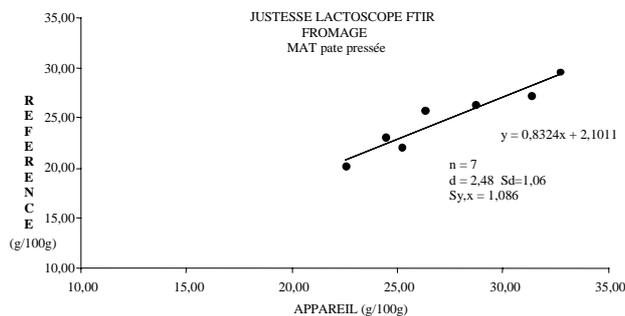
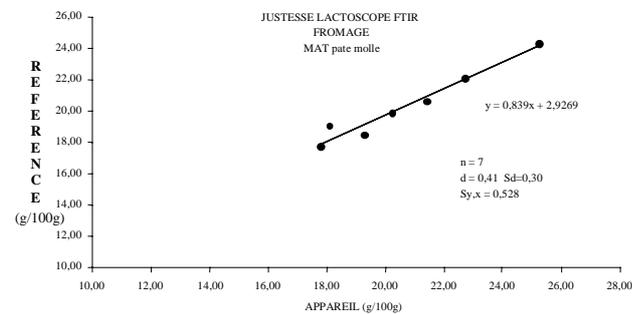
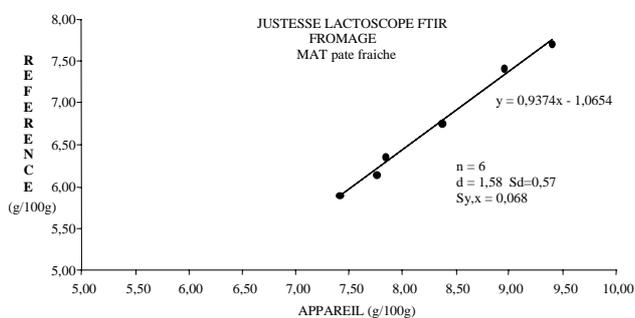
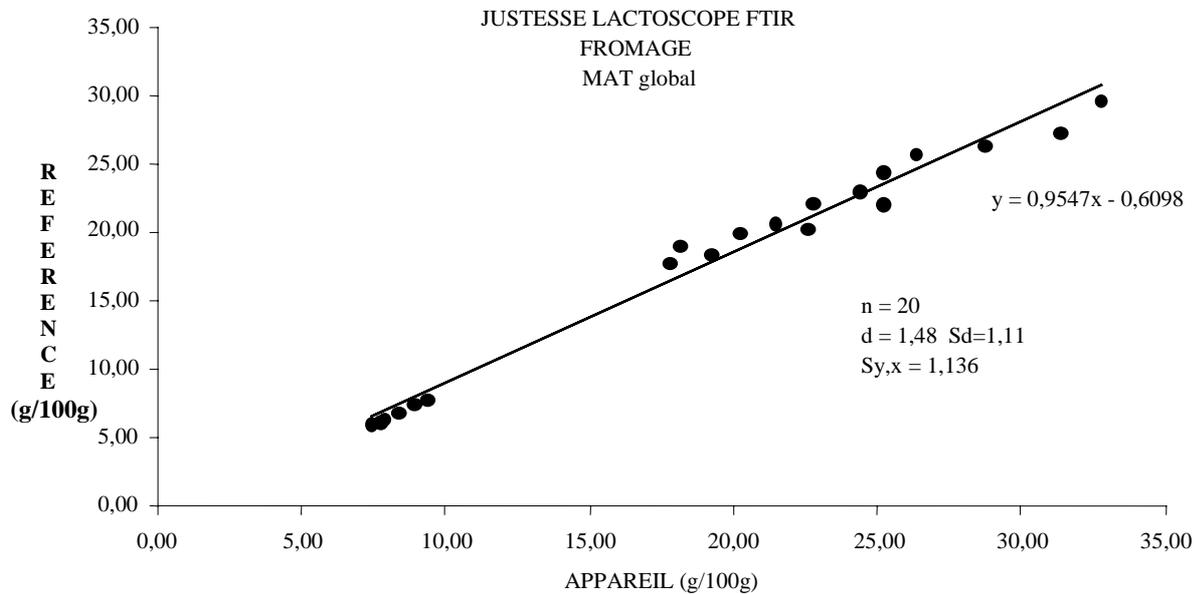
- Comme pour le paramètre MG, en fonction du type de fromage, les valeurs de pente fluctuent entre 0,97 et 1,25 ce qui traduit la nécessité d'ajustements spécifiques.

2.2.3- Matière azotée totale

Les tableaux et figures suivants récapitulent les résultats obtenus.

	n	min	max	Y	Sy	d	Sd	Sy,x	Sy,x %	b	a
MAT (g/100g) global	20	5,89	29,54	17,81	8,04	1,48	1,11	1,136	6,4	0,955	-0,61
MAT (g/100g) Pâte fraîche	6	5,89	7,70	6,71	0,72	1,58	0,57	0,068	1,04	0,937	-1,07
MAT (g/100g) Pâte molle	7	17,69	24,30	20,29	2,28	0,41	0,30	0,528	2,64	0,839	2,93
MAT (g/100g) Pâte pressée	7	20,16	29,54	24,86	3,27	2,48	1,06	1,086	4,4	0,832	2,10

Tableau 4 : critères de justesse du Lactoscope FTIR pour le paramètre MAT sur échantillons de fromage
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* et *Sy,x %* : écart-type résiduel absolu et relatif ; *b, a* : pente et ordonnée à l'origine de la régression linéaire.



Figures 9, 10, 11 et 12 : Relation entre les résultats Lactoscope FTIR et référence pour le paramètre MAT sur échantillons de fromage à pâte fraîche, molle et pressée.

On remarque que :

- Globalement les moyenne et écart-type des écarts sont respectivement égaux à 1,48 et 1,11 g/100g. La pente de régression obtenue est significativement différente de 1 ($P = 1\%$) et l'ordonnée à l'origine est significativement différente de zéro ($P = 1\%$). L'écart type résiduel de régression est égal à 1,136 g/100g.
- Ici encore, en fonction du type de fromage, les valeurs de pente fluctuent entre 0,83 et 0,94 ce qui traduit la nécessité d'ajustements spécifiques. Notons cependant que les valeurs de pente sont similaires entre les pâtes molles et les pâtes pressées.

2.3- Conclusion

Concernant les paramètres matière grasse, matière sèche et matière protéique, en l'absence de critères normatifs et de spécifications du constructeur, les résultats observés permettent d'envisager une précision d'estimation globale (dans 95% des cas) respectivement d'environ +/- 1,1 ; 3,0 et 2,3 g/100g après ajustement sur échantillons représentatifs. Le recours à des ajustements spécifiques en fonction du type de fromage permet d'améliorer la justesse des résultats.