

EVALUATION DU B 2000 ® SUR LE CRITERE POINT DE CONGELATION

Le B 2000 ® a été précédemment évalué par CECALAIT sur les paramètres de composition du lait : matière grasse, matière protéique, lactose, et les résultats présentés dans La Lettre de CECALAIT n°34. La présente évaluation concerne la détermination d'un équivalent point de congélation du lait (FPD). L'évaluation de la répétabilité indique que l'écart-type est inférieur à la limite de la méthode de référence au cryoscope à thermistance. Les performances de répétabilité et de justesse sont conformes aux spécifications du constructeur BENTLEY.

La répétabilité est appréciée au moyen de l'écart-type de répétabilité.

PRINCIPE ET DESCRIPTION

Le B2000 est un appareil automatique d'analyse du lait fabriqué et commercialisé par la société BENTLEY. Il permet la détermination des paramètres de composition du lait (matière grasse, matière protéique, lactose), critères précédemment évalués et présentés dans La Lettre de CECALAIT n°34. Il permet également l'analyse d'autres critères tels que la détermination d'un équivalent point de congélation du lait (FPD).

Sur le plan technique, il utilise un système infra-rouge mono faisceau à filtre combiné à une cellule de conductimétrie. L'appareil est couplé à un PC qui assure le pilotage et le traitement du signal.

Les essais:

Les essais d'évaluation ont été réalisés au laboratoire de physico-chimie de CECALAIT (analyses de référence et analyses infra-rouge) d'août à octobre 2002 et ont concerné le critère FPD.

Ils ont porté sur les points suivants :

- Evaluation de la répétabilité
- Evaluation de la justesse

Ces essais ont été conduits à une cadence analytique de 450 échantillons/heure.

1 REPETABILITE

Procédure

La répétabilité de l'appareil a été évaluée à partir de 104 laits de troupeaux en provenance de la région Franche-Comté. Les échantillons ont été additionnés de bronopol (0.02%). Les prélèvements et analyses ont été réalisés sur 3 jours : une première série de 54 échantillons, une deuxième série de 40 échantillons et une troisième série de 10 échantillons. Compte tenu de la faible amplitude des résultats obtenus sur la deuxième série, les dix laits de la troisième série ont été mouillés artificiellement à 4% et 8%.

Les dosages ont été effectués en mode d'analyse automatique en doublant, de manière non consécutive, chaque série de 10 échantillons.

L'évaluation de la répétabilité a été effectuée sur une population couvrant une plage de taux allant de 480 à 534 (m°c x-1).

Résultats

N	M (m°c x -1)	Sx (m°c x -1)	Sr (m°c)	Sr (%)	r (m°c)
54	518	6.9	0.8	0.15	2.1
40	519	4.7	1.1	0.22	3.1
10	498	11.9	0.9	0.17	2.4

n : nombre de résultats

M : moyenne des résultats

Sx : écart-type des résultats

Sr et *Sr%* : écart-type de répétabilité absolu et relatif

r : écart maximal de répétabilité dans 95% des cas.

Conclusion

L'écart-type de répétabilité *Sr* est inférieur à la limite de la méthode de référence au cryoscope à thermistance (selon FIL 108 B : 1991, *r* = 4 m°c soit *Sr* = 1.4 m°c). Les résultats obtenus (*r* moyen = 2.5 m°c) sont conformes aux spécifications du constructeur BENTLEY Instruments (*r* inférieur à 2.8 m°c).

2- JUSTESSE

Procédure

L'appareil a été évalué à partir des mêmes échantillons de lait que ceux utilisés pour l'évaluation de la répétabilité (série 2 et 3). Immédiatement après les analyses instrumentales, les échantillons ont été refroidis à 20 °C puis analysés par la méthode de référence (recherche de plateau).

Analyses infra-rouge

Les analyses infra-rouge ont été réalisées en double non consécutifs, un témoin étant intercalé tous les 20 échantillons afin de s'assurer de la stabilité de l'instrument. La moyenne des deux répétitions a été calculée et utilisée pour la détermination des résultats.

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

Analyses de référence

La détermination du point de congélation a été effectuée par la méthode au cryoscope à thermistance, selon la norme ISO 5764 : 2002. Les analyses ont été réalisées en simple et confirmées en cas de résidus importants.

Analyse statistique

La justesse est appréciée à travers des moyennes des écarts, écarts types des écarts, des écarts types résiduels et des équations des régressions linéaires estimées en prenant en variable expliquée Y, la méthode de référence et en variable explicative X, le B2000.

La série 3 de 10 laits présentant un biais systématique par rapport à la série 2 du fait d'un ajustement de zéro, les résultats des échantillons de cette série ont été corrigés de la valeur de ce biais (-14 m°C) avant calcul des paramètres (sauf pour l'écart-type résiduel). Pour le calcul de l'écart-type résiduel, chaque série a fait l'objet d'une régression linéaire particulière. Les résultats corrigés selon les paramètres de la régression ont ensuite été rassemblés et l'écart-type résiduel a été calculé.

Résultats

n	50
min (m°C x -1)	466
max (m°C x -1)	528
Y (m°C x -1)	518.5
X (m°C x -1)	511.7
Sy (m°C)	13.8
d (m°C x -1)	-6.8
Sd (m°C)	4.4
Sy,x (m°C)	3.3
b	0.859
a	79

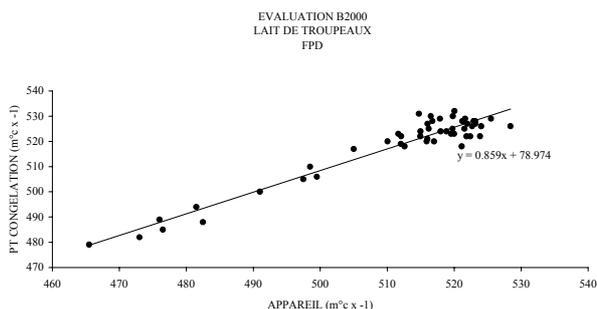
*n, min, max : nombre de résultats, valeur minimum et maximum ;
Y,X : moyenne des résultats par méthode de référence et instrumentale*

Sy : écart-type des résultats par méthode de référence

d, Sd : moyenne et écart-type des écarts

Sy,x : écart-type résiduel

b, a : pente et ordonnée à l'origine de la régression linéaire.



Le tableau et la figure ci-dessus présentent les résultats et les droites de régression obtenus.

La pente et l'ordonnée à l'origine de régression ($b = 0.859$ $a = 79$) sont significativement différentes de 1 et 0 ($P = 1\%$). L'écart type résiduel de régression obtenu est de 3.3 m°C.

Conclusion

L'écart-type obtenu est de 3.3 m°C ce qui permet une précision d'estimation de +/- 6.6 m°C. Les résultats obtenus (r moyen =

2.5 m°C) sont conformes aux spécifications du constructeur BENTLEY Instruments ($S_{y,x} < 4$ m°C).

CONCLUSION

Les résultats obtenus en matière de répétabilité et de justesse sont conformes aux spécifications du constructeur BENTLEY. Les écarts moyens observés entre les valeurs instrumentales et les valeurs de référence peuvent s'expliquer par le fait que l'évaluation a porté sur des valeurs obtenues à partir d'un calibrage réalisé par le constructeur. Un ajustement basé sur l'analyse d'échantillons de la zone de collecte, comme requis dans la norme FIL 128 est nécessaire. Il conviendra également de préciser la réalisation du zéro afin d'éviter tout décalage.

Abréviations

FPD : Freezing Point Detection : équivalent point de congélation

Bibliographie

Norme ISO 5764 : 2002. - Lait - Détermination du point de congélation - Méthode au cryoscope à thermistance (Méthode de référence)

QUERVEL, X. et TROSSAT, P. Rapport d'évaluation de l'analyseur B 2000, critère détection du point de congélation, CECALAIT, 2003, Poligny, 3 p.

