

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

Le FT 6000® a été précédemment évalué par CECALAIT sur les paramètres de composition : matière grasse, matière protéique et lactose ainsi que sur un équivalent point de congélation et l'urée. La présente évaluation concerne la détermination de la lipolyse du lait qui pourrait constituer une méthode alternative aux méthodes actuellement utilisées. L'évaluation de la répétabilité indique que l'écart-type est plus élevé que celui de la méthode de référence BDI mais qu'il est du même ordre de grandeur que celui de la méthode de routine aux savons de cuivre. Les performances de justesse sont conformes aux valeurs annoncées par la société Foss.

PRINCIPE ET DESCRIPTION

Le FT 6000® est un appareil automatique d'analyse du lait fabriqué et commercialisé par la société FOSS. Il permet la détermination des paramètres de composition du lait (matière grasse, matière protéique, lactose) et un équivalent point de congélation, ces critères ayant été précédemment évalués et fait l'objet d'un article dans La Lettre de CECALAIT n°33. Il permet également d'analyser d'autres critères tels que la détermination de l'acidité de la matière grasse (AMG).

Sur le plan technique, il utilise un système infra-rouge mono faisceau à transformée de Fourier. L'appareil, couplé à un PC qui assure le pilotage et le traitement du signal 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 réalisés au laboratoire de physico-chimie de CECALAIT (analyses de référence et analyses infra-rouge) de mars à juillet 2002 et ont concerné le critère Acidité de la matière grasse (AMG).

Ils ont porté sur les points suivants:

- Evaluation de la répétabilité.
- Evaluation de la justesse

● Répétabilité

Procédure

La répétabilité de l'appareil a été évaluée à partir de 260 laits de troupeaux en provenance du Massif Central. Compte-tenu de l'étendue du set de calibrage utilisée par la société FOSS pour cette application, seuls les laits présentant une valeur inférieure à 1,5 meq/100 g ont été conservés pour l'évaluation de la répétabilité (soit 217 échantillons). Les échantillons ont été prélevés par série de vingt et acheminés par transport express en colis réfrigérés. Les analyses ont été réalisées le lendemain du prélèvement. Les dosages ont été effectués en mode d'analyse automatique en doublant, de manière non consécutive, chaque série de 20 échantillons.

L'évaluation de la répétabilité a été effectuée sur une population couvrant une plage de taux allant de 0.458 à 1.485 meq/100g (0.173 à 0.672 meq/l).

Tableau/Table 1 : Evaluation de la répétabilité/repeatability

	n	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
AMG (meq/100g)	217	1.046	0.221	0.044	4.17	0.121

AMG (meq/l)		0.427	0.093	0.018	4.15	0.049
-------------	--	-------	-------	-------	------	-------

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

Conclusion

L'écart-type de répétabilité Sr est plus élevé que celui de la méthode de référence BDI (doc FIL 265/1991 $r \leq 0.05$ meq/100g MG soit $Sr \leq 0.018$ meq/100g MG ou 0,0072 meq/l).

Il est cependant du même ordre de grandeur que celui pour la méthode aux savons de cuivre utilisé dans le cadre des laboratoires interprofessionnels (CNIEL PROC LIP 0402/00 $Sr \leq 0.018$ meq/l).

2 Justesse

Procédure

L'appareil a été évalué à partir des mêmes échantillons de lait que ceux utilisés pour l'évaluation de la répétabilité (cf 1.1). Immédiatement après les analyses instrumentales, les échantillons ont été refroidis à 20 °C puis analysés par la méthode BDI.

Seuls les échantillons dont les valeurs de référence étaient inférieures à 1.5 meq/100g MG ont été retenus pour l'évaluation de la justesse (soit 189 échantillons).

Analyses Infra-rouge

Les analyses infra rouge ont été réalisées en double non consécutifs. 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 FOSS non ajustés avec des laits locaux.

Analyses de référence

La détermination des AMG a été effectuée, en double, par méthode BDI selon le bulletin FIL 265 : 1991. La valeur prise en compte pour l'évaluation de ce critère correspond à la moyenne des deux répétitions non consécutives.

Analyse statistique

La justesse est appréciée au moyen des 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

	AMG (meq/100g)	AMG (meq/l)
n	189	
Min	0.336	0.134
Max	1.479	0.598
Y	0.783	0.319
X	1.046	0.426
Sy	0.247	0.103
d	0.263	0.107
Sd	0.1439	0.0598
Sy,x	0.1411	0.0584
b	0.870	0.864
a	-0.127	-0.049

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

M : moyenne des résultats / mean and absolute standard deviation

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

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 accuracy

Conclusion

Les performances de justesse obtenues lors de cette évaluation sont légèrement meilleure que les essais précédents réalisés par la société FOSS comparativement à la méthode BDI ($S_{y,x} = 0,184$ meq/100 g) et à la méthode aux savons de cuivre ($S_{y,x} = 0,066$ meq/litre).

Le décalage moyen observé (+ 0,26 meq/100 g) ainsi que la différence significative de la pente par rapport à 1 ($b = 0,870$) sont très vraisemblablement à mettre en relation avec la méthode BDI employée (il existe à ce jour différents protocoles conduisant à des résultats différents notamment en fonction de la nature et du pH de l'extractant). L'influence de l'origine géographique des laits (notamment en ce qui concerne le choix des échantillons pour le set de calibrage) reste encore un paramètre à déterminer.

CONCLUSION GENERALE

Les résultats de l'évaluation de l'analyseur infra-rouge FT6000 confirment les résultats obtenus lors des différents essais réalisés et communiqués par la société Foss.

A ce jour, les résultats ont été transmis à la Commission Scientifique et Technique du Ministère de l'Agriculture et au CNIEL qui statueront sur cette méthode alternative et au besoin définiront les modalités de son emploi dans le cadre du paiement du lait à la qualité.

Abréviations

AMG : acidité de la matière grasse

CNIEL : Centre National Interprofessionnel de l'Economie

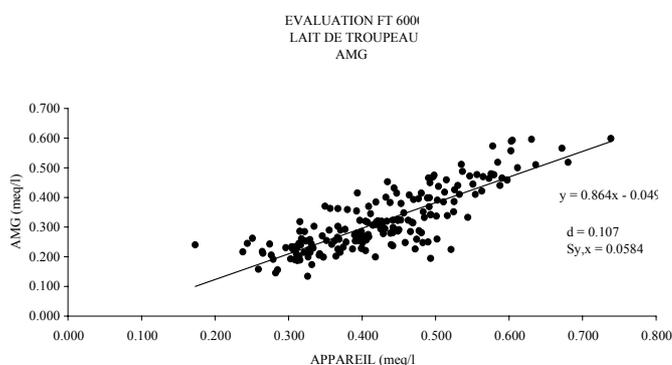
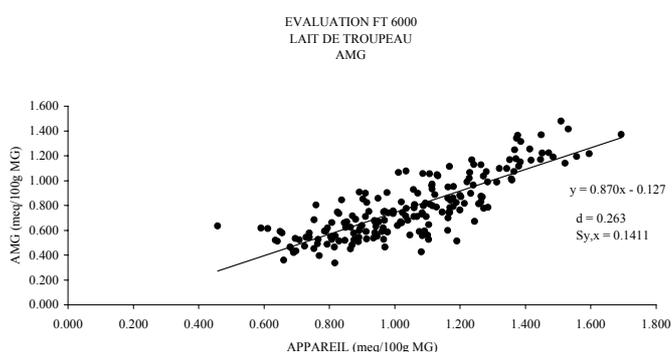
Laitière / Interprofessional Center for the Dairy Economy

FIL : Fédération Internationale de Laiterie / IDF : International Dairy Federation

PLS : partial least square / moindres carrés partiels

Bibliographie

- CECALAIT, **Evaluation : le Milkoscan 6000**, La Lettre de CECALAIT, n° 33, 2^{ème} trimestre 2000, p. 2-7.
- CNIEL, **Détermination de la lipolyse du lait : méthode aux savons de cuivre**, Réf. CNIEL PROT. MSCu 03-02/00, 15 p.
- FIL / IDF, **Chapitre 5 : Routine Methods for Determination of Free Fatty Acids in Milk**, Bulletin of the IDF / Bulletin FIL, n° 265 / 1991, p. 26- 40.
- QUERVEL X. et TROSSAT Ph. **Rapport d'évaluation de l'analyseur infra-rouge FT 6000** [®] critère lipolyse, CECALAIT, 2002, Poligny, 5 p.



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

La pente et l'ordonnée à l'origine de régression obtenues ($b = 0,864$; $a = -0,049$) sont significativement différentes de 1 et 0 ($P=1\%$). L'écart type résiduel de régression obtenu est de 0,0584 meq/litre.