

## EVALUATION DE L'APPAREIL ORACLE

ACTALIA Cecalait a évalué la performance de l'analyseur de matière grasse ORACLE sur les produits laitiers. Cet instrument, fabriqué par CEM, est basé sur la technologie RMN sans développement de méthode. Il utilise une nouvelle technologie RMN qui isole complètement la détection des protons des molécules de matière grasse des autres signaux RMN.

Les caractéristiques de l'appareil utilisé pour cette étude était :

Type d'instrument : ORACLE MAGNET  
Modèle n° : 904800  
Série n°: OM3004  
Tube de standardisation (PN: 523020 - SN: NS60007)  
Tube d'huile étalon (P/N 160840)  
Bloc de chauffage de haute précision (44,20 °C ± 0,15 °C)



L'appareil a été installé dans une pièce à température contrôlée (20-23°C – climatisation), sans lumière directe du soleil.

La procédure d'installation a été effectuée par CEM. Des tampons et des films ont été nécessaires pour la préparation des échantillons de cette évaluation.

### LES TESTS

La reproductibilité à court-terme, la répétabilité et la justesse ont été évaluées. La reproductibilité à court-terme a été réalisée sur 3 échantillons de fromage avec différents taux de matière grasse. La répétabilité et la justesse de l'appareil ont été évaluées sur 30 échantillons de produits laitiers (4 échantillons de crème, 2 échantillons de crème aigre, 4 échantillons de yaourt, 6 échantillons de fromage, 4 échantillons de fromage fondu, 4 échantillons de lait sec, 2 échantillons de crème glacée, 2 échantillons de dessert lacté et 2 échantillons de mousse au chocolat). Certains échantillons étaient des échantillons à teneur garantie fabriqués par ACTALIA Cecalait, les autres échantillons ont été achetés dans le commerce.

L'évaluation de la justesse de l'appareil a été réalisée selon les normes suivantes :

-Matière grasse dans la crème	Méthode Rose-Gottlieb selon ISO 2450   FIL 16
-Matière grasse dans la crème aigre	Méthode Weibull-Berntrop selon ISO 8262-3   FIL 124-3
-Matière grasse dans le yaourt	Méthode Weibull-Berntrop selon ISO 8262-3   FIL 124-3
-Matière grasse dans le fromage et fromage fondu	Méthode Schmid-Bondzynski-Ratzlaff selon ISO 1735   FIL 5
-Matière grasse dans le lait sec	Méthode Rose-Gottlieb selon ISO 1736   FIL 9
-Matière grasse dans la crème glacée	Méthode Rose-Gottlieb selon ISO 7328   FIL 116
-Matière grasse dans les desserts lactés	Méthode Weibull-Berntrop selon ISO 8262-3   FIL 124-3

La méthode de détermination de la matière grasse du fromage et du fromage fondu selon la norme ISO 1735 est globalement équivalente à la méthode AOAC 933.05. En effet, seules quelques petites différences techniques peuvent être observées entre ces deux méthodes : la taille de la prise d'essai (1g vs 3g) et la température d'étuvage (99-101°C vs 102°C±2°C). Ces différences ne devraient pas avoir d'impact sur le résultat.

La méthode Rose-Gottlieb a été testée sur les échantillons de crème aigre, yaourt et desserts lactés, mais malheureusement, une gélification (à l'intérieur du tube) s'est produite durant l'analyse (probablement liée à l'effet matrice : teneur en sucres et pH du produit), empêchant d'obtenir des résultats.

*Note : Ces produits ne font pas partie du domaine d'application de la méthode normalisée ISO 2450 Rose-Gottlieb*

Pour la détermination de la matière grasse avec l'appareil, les échantillons ont été pré-séchés dans des capsules spécifiques pendant une nuit (4 heures pour le yaourt et les dessert lactés) à l'étuve avec film et tampon. Ensuite, ils ont été conditionnés dans le bloc chauffant de haute précision à la température de l'aimant pendant 1 heure. Les échantillons ont été transférés dans l'appareil ORACLE et analysés durant 35 secondes. Avant chaque série, un échantillon de référence (lait) a été analysé pour garantir la stabilité des résultats. Une stabilité à long terme a été effectuée avant chaque série d'analyse.

## EVALUATION DE LA REPRODUCTIBILITE A COURT-TERME

La reproductibilité à court-terme a été évaluée en analysant 3 fromages, avec différents taux de matière grasse, en double, toutes les 15 minutes afin d'obtenir au moins 15 séquences. Pour évaluer la stabilité de l'appareil, la répétabilité et la reproductibilité ont été calculés pour chaque taux.

Les tableaux suivants présentent les résultats obtenus :

	Taux 1	Taux 2	Taux 3
<b>Matière grasse (g/100g)</b>	40	21	5

**Tableau 1 : Matière grasse des échantillons utilisés pour l'évaluation de la reproductibilité à court-terme**

(g/100g)	Taux 1	Taux 2	Taux 3
<b>M</b>	42,419	21,371	6,322
<b>S<sub>r</sub></b>	0,090	0,052	0,014
<b>S<sub>r</sub> (%)</b>	0,21 %	0,24 %	0,21 %
<b>S<sub>R</sub></b>	0,115	0,064	0,016
<b>S<sub>R</sub> (%)</b>	0,27 %	0,30 %	0,25 %
<b>r</b>	0,253	0,146	0,038
<b>R</b>	0,323	0,180	0,044

**Tableau 2 : Stabilité de l'appareil ORACLE<sup>1</sup>**

Les résultats indiquent que la reproductibilité relative (S<sub>R</sub>%) est similaire pour les trois taux de matière grasse. De plus, la reproductibilité de l'instrument est inférieure à la reproductibilité de la méthode de référence (R = 0,40 g / 100g).

## EVALUATION DE LA JUSTESSE

La justesse de l'appareil a été évaluée sur crème, crème aigre, yaourt, fromage, fromage fondu, lait sec, crème glacée et dessert lacté.

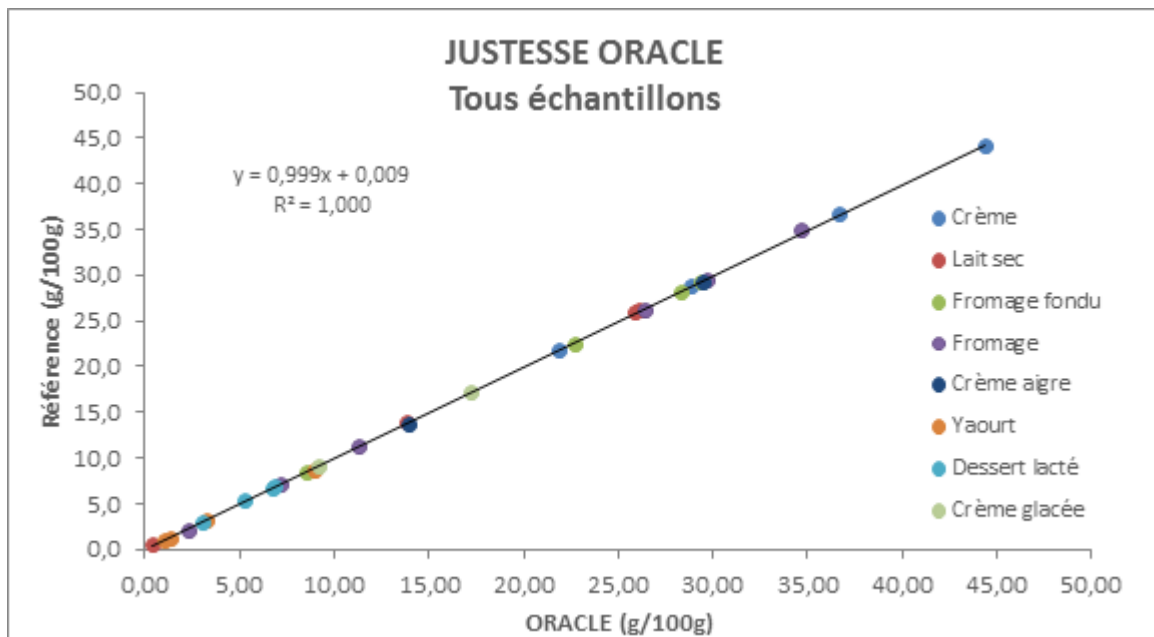
Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau et la figure ci-dessous :

g/100g	Crème	Crème aigre	Yaourt	Fromage	Fromage fondu	Lait sec	Crème glacée	Dessert lacté	Ensemble des échantillons
<b>n</b>	4	2	4	6	4	4	2	4	<b>30</b>
<b>min</b>	21,87	13,90	1,04	2,28	8,55	0,42	9,18	3,02	<b>0,42</b>
<b>max</b>	44,33	29,47	8,91	34,69	29,41	26,08	17,20	6,79	<b>44,33</b>
<b>Y</b>	32,90	21,54	3,58	18,55	22,14	16,70	13,18	5,48	<b>16,80</b>
<b>S<sub>y</sub></b>	9,66	10,87	3,61	13,43	9,54	12,14	5,81	1,78	<b>12,53</b>
<b>d</b>	0,02	0,15	0,06	0,04	0,10	-0,14	0,01	-0,05	<b>0,02</b>
<b>S<sub>d</sub></b>	0,10	0,14	0,07	0,13	0,08	0,06	0,14	0,09	<b>0,12</b>
<b>S<sub>y,x</sub></b>									<b>0,122</b>
<b>S<sub>y,x</sub> %</b>									<b>0,72</b>
<b>Slope</b>									<b>0,999</b>
<b>Bias</b>									<b>0,009</b>

**Tableau 3 : Critère de justesse de l'appareil ORACLE sur tous échantillons<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> M : moyenne ; S<sub>r</sub> et S<sub>R</sub> (S<sub>r</sub>% et S<sub>R</sub>% ) : écart-type de répétabilité et reproductibilité absolu (et relatif) ; r et R : écart maximal de répétabilité et de reproductibilité dans 95 % des cas.

<sup>2</sup> n, min, max : nombre de résultats, valeurs minimum et maximum ; Y : moyenne des résultats obtenus par la méthode de référence ; S<sub>y</sub> : écart type des résultats obtenus par la méthode de référence ; d, S<sub>d</sub> : moyenne et écart type des écarts ; S<sub>y,x</sub>, S<sub>y,x</sub>% : écart type résiduel absolu et relatif.



**Figure 1 : Relation entre les résultats ORACLE et référence sur l'ensemble des échantillons**

On remarque que la moyenne et l'écart-type des écarts sont respectivement égaux à 0,02 et 0,12 g / 100g. La pente de régression (0,999) et l'ordonnée à l'origine (0,009) ne sont pas significativement différentes, respectivement de 1,00 et de zéro (P = 5%).

## CONCLUSION

L'appareil ORACLE présente une mise en œuvre intuitive. Seuls des tests simples doivent être effectués pour vérifier son bon fonctionnement (comme la stabilité à long terme par exemple).

En l'absence de limites normalisées de répétabilité et de justesse pour les instruments RMN, nous pouvons conclure comme suit :

- L'appareil ORACLE présente une bonne performance de répétabilité pour tous les produits et en dessous des limites de la méthode de référence.
- Pour la justesse, on observe une très bonne performance (pente et biais proches de 1.00 et 0.00, et différence moyenne de + 0.02 g / 100 g). Les échantillons ont été analysés sur l'appareil ORACLE avec un seul modèle de prédiction, ce qui prouve que la méthode est très robuste.

Cette étude a été centrée sur la détermination de la teneur en matière grasse par l'appareil ORACLE. Un appareil (SMART 6) permettant l'analyse de la matière sèche est disponible et peut être couplé à ORACLE. Ce couplage permet d'éliminer l'étape de pré-séchage pendant une nuit (ou 4 heures pour le yaourt et les desserts lactés) et l'étape de conditionnement (1 h dans le bloc chauffant des échantillons). La durée totale de l'analyse pour la mesure des deux paramètres est annoncée comme étant inférieure à 5 minutes.