

EVALUATION DE L'ANALYSEUR CDR FOODLAB®

ACTALIA Cecalait a évalué les performances de l'analyseur [CDR Foodlab®](#) sur le lait et certains produits laitiers liquides. Cet instrument, fabriqué par la société CDR, est un analyseur photométrique polyvalent permettant la détermination d'un large panel de critères chimiques dans les produits alimentaires. L'appareil équipé de sources LED, de cellules de lecture et d'incubation thermostatées à 37 °C permet la réalisation de 16 déterminations en parallèle.

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

- CDR Foodlab®
- Type : SLB 222
- Numéro de série : B-222003/1112
- Année de production : 2019.



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 CDR.

L'urée dans le lait, le lactose dans le lait dé lactosé et l'ammoniac dans le lactosérum ont été évalués en utilisant respectivement les kits de réactifs 300004, 300010 et 300054, prêts à l'emploi, conditionnés en sachet de 10 tests avec une durée de conservation d'un an. Les analyses ont été effectuées sans préparation préalable des échantillons.

LES TESTS

Les déterminations sur l'analyseur CRD Foodlab® et les déterminations selon la méthode de référence NF EN ISO 14637 pour l'urée et selon la méthode NF V04-217 pour l'ammoniac ont été réalisées au laboratoire physico-chimie d'ACTALIA Cecalait en juillet 2019. Les analyses de référence par la méthode HPLC pour le lactose ont été réalisées à ACTALIA Contrôle et Qualité, site de Villers Bocage.

La stabilité de l'appareil pour chaque paramètre ainsi que la répétabilité et la justesse de la méthode ont été évaluées.

Compte tenu que seules les données brutes d'absorbance du CDR FoodLab® étaient disponibles, celles-ci ont été converties en taux à l'aide des valeurs de référence obtenues dans le cadre de l'étude de stabilité et de justesse pour chaque paramètre.

De ce fait, l'évaluation de la justesse de chaque paramètre n'a porté que sur l'écart type résiduel de régression $S_{y,x}$ et la précision d'estimation $\pm 2.S_{y,x}$. En effet, du fait de cette approche, l'équation de régression de justesse obtenue sur la base des absorbances transformées amène à une pente de régression à 1,00 et une ordonnée à l'origine égale à 0.

1. EVALUATION DE LA STABILITE (REPRODUCTIBILITE INTRA-LABORATOIRE)

La stabilité de l'appareil a été réalisée par l'analyse de :

- pour la détermination de la teneur en lactose du lait : 2 échantillons de lait présentant des teneurs en lactose de 0,80 g/100 g (niveau 1) et 1,50 g/100 g (niveau 2). Les laits sont issus de mélange de 2 laits UHT de consommation : un lait à teneur réduite en lactose 2,7 % et un lait dé lactosé < 0,1 g/100ml.

• pour la détermination de la teneur en urée du lait : 3 échantillons de lait entier avec des teneurs en urée (niveau 1 : 180 mg/l, niveau 2 : 500 mg/l et niveau 3 : 800 mg/l). Les échantillons utilisés étaient des ETG Urée ACTALIA Cecalait.

• pour la détermination de la teneur en ammoniac du lactosérum : 3 échantillons de lactosérum avec des teneurs en ammoniac (niveau 1 : 20 ppm, niveau 2 : 30 ppm et niveau 3 : 50 ppm provenant de la région Franche-Comté.

Les échantillons étaient additionnés de conservateur (Bronopol 0,02 %) et les analyses ont été réalisées en double toutes les 15 minutes afin d'obtenir au moins 10 cycles de mesure.

Pour évaluer la stabilité de l'appareil, la répétabilité et la reproductibilité ont été calculées pour chaque niveau

Les tableaux ci-dessous présentent les résultats obtenus :

Tableau 1 : CRD FoodLab® stabilité lactose¹

	Lactose (Abs)		Lactose (g/100g)	
	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 1	Niveau 2
M	0,6180	1,0712	0,825	1,533
Sr	0,020	0,022	0,032	0,035
Sr (%)	3,29	2,07	3,85	2,27
SR	0,020	0,028	0,031	0,043
SR (%)	3,19	2,60	3,73	2,83
r	0,056	0,062	0,088	0,096
R	0,055	0,077	0,085	0,120

Tableau 2 : CRD FoodLab® stabilité urée²

	Urée (Abs)			Urée (mg/l)		
	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
M	0,3979	0,9472	1,4942	181,69	500,95	818,80
Sr	0,011	0,016	0,036	6,204	9,163	20,74
Sr (%)	2,68	1,66	2,39	3,41	1,83	2,53
SR	0,012	0,016	0,033	7,028	9,561	19,057
SR (%)	3,04	1,74	2,19	3,87	1,91	2,33
r	0,030	0,044	0,099	17,186	25,382	57,439
R	0,034	0,046	0,091	19,468	26,485	52,787

Tableau 3 : CDR FoodLab® stabilité ammoniac³

	Ammoniac (Abs)			Ammoniac (ppm)		
	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
M	0,3752	0,8086	1,8050	21,83	31,48	53,67
Sr	0,037	0,026	0,033	0,826	0,569	0,735
Sr (%)	9,88	3,16	1,83	3,78	1,81	1,37
SR	0,035	0,025	0,033	0,778	0,564	0,726
SR (%)	9,31	3,13	1,81	3,56	1,79	1,35
r	0,103	0,071	0,091	2,287	1,576	2,035
R	0,097	0,070	0,090	2,154	1,562	2,011

• Pour la détermination de la teneur en lactose du lait, on peut relever des écarts types de répétabilité de l'ordre de 2,3 à 3,9 % et des écarts types de reproductibilité d'environ 2,8 à 3,7 % suivant les taux des échantillons.

En ce qui concerne l'écart-type de reproductibilité observé, en l'absence de prescriptions, on peut remarquer que ces derniers sont très proches des écarts de répétabilité observés traduisant une erreur de « stabilité instrumentale » globalement faible

^{1 2 3} M : moyenne ; Sr et SR (Sr% et SR%) : écart-type de répétabilité et reproductibilité absolu (et relatif) ; r et R : écart maximal de répétabilité et de reproductibilité dans 95 % des cas.

• Pour la détermination de la teneur en urée du lait, on peut relever des écarts types de répétabilité de 1,8 à 3,4 % et des écarts types de reproductibilité de 1,9 à 3,9 % suivant les taux des échantillons.

En ce qui concerne l'écart-type de reproductibilité observé, en l'absence de prescriptions, on peut remarquer que ces derniers sont proches des écarts de répétabilité observés traduisant une erreur de « stabilité instrumentale » globalement faible.

• Pour la détermination de la teneur en ammoniac du lactosérum, on peut relever des écarts types de répétabilité de 1,4 à 3,8 % et des écarts types de reproductibilité de 1,4 à 3,6 % suivant les taux des échantillons.

On peut remarquer que l'écart-type de reproductibilité observé est du même ordre que l'écart type de répétabilité, indiquant une bonne stabilité instrumentale.

2. EVALUATION DE LA REPETABILITE

La répétabilité de l'appareil a été réalisée par l'analyse

• pour la détermination de la teneur en lactose du lait : 26 échantillons de lait issus du mélange de 2 laits UHT avec une teneur en lactose comprise entre 0,01 et 2 g/100g.

• pour la détermination de la teneur en urée du lait : 34 échantillons de lait ayant une teneur comprise entre 170 et 800 mg/l d'urée : 5 échantillons ETG urée ACTALIA Cecalait et 29 laits de producteurs de la région Franche-Comté.

• pour la détermination de la teneur en ammoniac du lactosérum : 33 échantillons de lactosérum ayant une teneur comprise entre 12 et 113 ppm d'ammoniac provenant de la région Franche-Comté.

Les échantillons additionnés de conservateur (Bronopol 0,02%) ont été analysés en double.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 4 : CDR FoodLab[®] répétabilité lactose, urée et ammoniac⁴

	n	min	max	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
Lactose (Abs)	26	0,1985	1,1332	0,5354	0,254	0,011	2,03	0,030
Lactose (g/100g)		0,169	1,630	0,696	0,024	0,017	2,44	0,047
Urée (Abs)	34	0,3711	1,5231	0,6251	0,223	0,012	1,95	0,034
Urée (mg/l)		166,15	835,58	313,78	129,29	7,072	2,25	19,59
Ammoniac (Abs)	33	0,2368	3,1301	0,8649	0,614	0,017	1,92	0,046
Ammoniac (ppm)		12,93	112,66	34,58	0,808	0,572	1,66	1,585

On peut observer :

• pour la détermination de la teneur en lactose du lait, un écart type de répétabilité de 0,017 g/100g sur la gamme de mesure de 0,16 à 1,63 g/100 g.

Il n'existe pas de méthode normalisée spécifique aux laits dé lactosés, mais on peut cependant comparer aux méthodes normalisées existantes pour la détermination du lactose dans le lait, soit $Sr = 0,022$ g/100g ($Sr\% = 0,44$) pour la méthode HPLC selon la norme ISO 22662 et $Sr = 0,037$ g/100g ($Sr\% = 0,74$) pour la méthode par pH-métrie différentielle selon la norme ISO 26462.

• pour la détermination de la teneur en lactose du lait, une répétabilité r de 19,6 mg/l, légèrement plus élevée que celle de la méthode de référence NF EN ISO 14637 ($r = 15$ mg/l soit $Sr = 5,42$ mg/l).

• pour la détermination de la teneur en ammoniac du lactosérum, une répétabilité r obtenue à l'aide du CDR FoodLab[®] de 1,59 ppm contre une valeur moyenne de 2,46 ppm sur la norme NF V 04-217 sur la plage de taux considérée.

3. EVALUATION DE LA JUSTESSE

La justesse a été évaluée sur 26 échantillons pour la détermination de la teneur en lactose du lait, 34 échantillons pour la détermination de la teneur en urée du lait et 33 échantillons pour la teneur en ammoniac du lactosérum.

L'évaluation a été réalisée avec les mêmes échantillons de lait que ceux utilisés pour l'évaluation de la répétabilité.

Les échantillons présentant des valeurs de référence aberrantes (sur la base des résidus à la régression supérieurs à 2 x écart type des écarts des résidus à la régression : seuil de 5%) ont été éliminés.

⁴ N : nombre de résultats ; min et max : valeurs minimum et maximum ; M : moyenne des résultats ; Sr (Sr%) : écart-type absolu (et relatif) de répétabilité ; r : écart maximum de répétabilité dans 95 % des cas.

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

Tableau 5 : Critère de justesse CDR FoodLab® lactose, urée et ammoniac⁵

	n	Min	Max	Y	X	Sy	Sx	Sd	Sy,x
Lactose (g/100g)	26	0,179	1,621	0,692	0,692	0,405	0,408	0,044	0,045
Urée (mg/l)	34	173,79	834,04	313,78	313,78	130,52	131,26	13,944	14,160
Ammoniac (ppm)	33	13,03	111,12	34,58	34,58	21,38	22,21	6,020	6,116

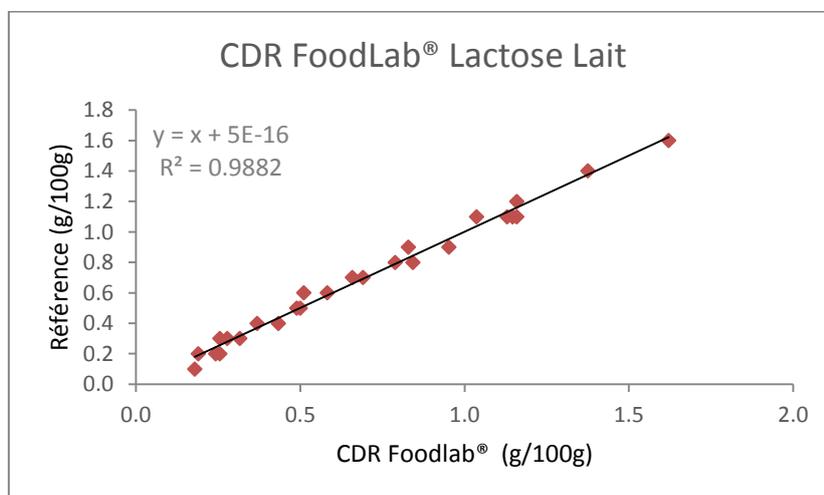


Figure 1 : Relation entre les résultats instrumentaux et références en g/100g de lactose

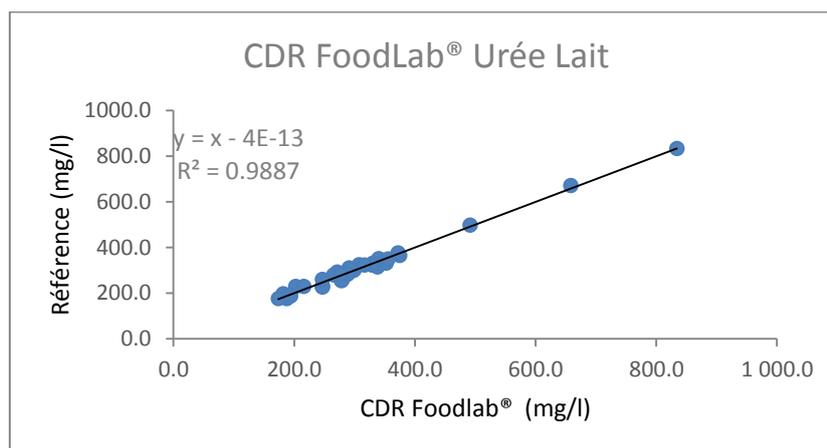


Figure 2 : Relation entre les résultats instrumentaux et références en mg/l d'urée

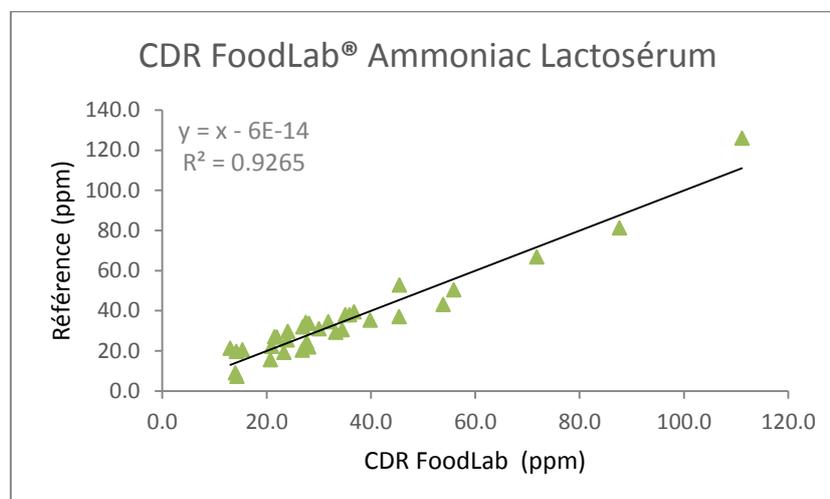


Figure 3 : Relation entre les résultats instrumentaux et référence en ppm d'ammoniac

⁵ n, min, max : nombre de résultats, valeur minimum et maximum ; Y,X : moyenne des résultats par méthode de référence et instrumentale ; Sy, Sx : écart-type des résultats par méthode de référence et instrumentale ; Sd : écart-type des écarts ; Sy,x : écart-type résiduel.

En ce qui concerne la relation entre les résultats de la méthode CDR FoodLab[®] (calculés à partir de l'équation de régression) et la méthode de référence, on peut observer :

- Pour la détermination de la teneur en lactose du lait, un écart type résiduel de régression $S_{y,x}$ de 0,045 g/100g amenant ainsi une précision d'estimation de $\pm 0,09$ g/100g.
- Pour la détermination de la teneur en urée du lait, un écart type résiduel de régression $S_{y,x}$ de 14,2 mg/l amenant ainsi une précision d'estimation de ± 28 mg/l.
- Pour la détermination de la teneur en ammoniac du lactosérum, un écart type résiduel de régression $S_{y,x}$ de 4,2 ppm amenant ainsi une précision d'estimation de ± 8 ppm environ.

4. CONCLUSION

A l'issue de l'évaluation des modèles lactose du lait (gamme de mesure 0,01 – 2 g/100 g), urée du lait et ammoniac du lactosérum, nous pouvons conclure que :

- L'appareil CDR FoodLab[®] est simple d'utilisation grâce aux procédures d'utilisation qui sont intégrées aux méthodes.
- Aucun problème récurrent n'a été constaté lors des essais avec l'appareil CDR FoodLab[®]. On peut néanmoins noter l'importance du prélèvement de l'échantillon ainsi que l'ajout des réactifs qui sont réalisés avec une pipette. La pipette doit être utilisée avec précision pour ne pas introduire de problématique de performance.
- Au niveau de la performance de l'instrument, on peut noter :
 - Pour le dosage du lactose dans les laits dé lactosés, une répétabilité supérieure aux méthodes normalisées ($S_r\% = 2,44$ vs $0,44$ pour la méthode ISO 22662 et $0,74$ pour la méthode ISO 26462) et une justesse permettant d'obtenir une précision d'estimation < 0.1 g/100 g (0.09 g/100 g).
 - Pour le dosage de l'urée dans le lait, une répétabilité du même ordre que celle de la méthode de référence et une précision d'estimation de ± 28 mg/l.
 - Pour le dosage de l'ammoniac dans le lactosérum, une répétabilité significativement meilleure que celle de la méthode normalisée NF V 04-217 ($1,59$ ppm vs $2,5$ ppm) et une précision d'estimation de l'ordre de ± 8 ppm sur ce type de produit (pour une plage de taux de 12 à 113 ppm environ).

D'après le rapport d'évaluation de l'analyseur CDR Foodlab[®] - A. OUDOTTE et Ph. TROSSAT – Juillet-Août 2019