

EVALUATION DE L'ANALYSEUR INFRAROUGE FOSS MILKOSCAN™ MARS

L'appareil MilkoScan™ Mars est un analyseur moyen infrarouge IRTF fabriqué par la société Foss Analytical A/S (Danemark) et commercialisé en France par Foss France SAS. Il permet la détermination des paramètres de composition [matière grasse, protéines, lactose, extrait sec, point de congélation (pour le lait uniquement)] des produits laitiers liquides comme le lait, la crème et le lactosérum.

L'appareil est piloté grâce à un programme intégré. L'ensemble des opérations est effectué par le biais d'un écran tactile. Les résultats peuvent être exportés vers un port USB au format de fichier .csv. Le « zéro » et le nettoyage sont automatiques. La modification des modèles de prédiction peut être effectuée par un ajustement de la pente et du biais, les calculs sont effectués directement par le logiciel.

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

- MilkoScan™ Mars
- Numéro de série : 91840178
- Part : 60062098

L'appareil dispose des modèles de prédiction « calibration MCF 04 ».



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 Foss.

En raison d'un problème appareil, les essais sur la matrice crème (répétabilité et justesse) ont été réalisés sur un second appareil après vérification de la stabilité à court terme (sur le lait).

Les caractéristiques de cet appareil étaient :

- MilkoScan™ Mars
- Numéro de série : 91855805
- Part : 60062098

L'appareil requiert une solution de nettoyage [Solution Msc W-960 Cleaning Agent (24 g Msc W-960 dans 5 l d'eau déminéralisée ISO 3696 grade 3)] ainsi qu'une solution zéro [Solution Msc Zero (5 ml Msc Zero dans 5 l d'eau déminéralisée ISO 3696grade 3)]. Les flacons de réactifs de l'appareil sont équipés d'un capteur de niveau.

LES TESTS

Les essais ont été menés au laboratoire de physico-chimie d'ACTALIA Cecalait de mai à septembre 2020. Après avoir effectué des essais sur la stabilité de l'appareil, la répétabilité et la justesse sur lait de vache cru de citerne, lait de brebis cru de citerne, crème crue et lactosérum pour les paramètres matière grasse (MG), matière protéique (MP), matière sèche (MS) et matière azotée totale (MAT) ont été évaluées.

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

- | | |
|---|---|
| - Matière grasse dans le lait : | Méthode Gerber selon ISO 19662 FIL 238 |
| - Matière grasse dans le lait de brebis : | Méthode acido-butyrométrique selon NF V04-155 |
| - Matière grasse dans la crème : | Méthode Röse-Gottlieb selon ISO 2450 FIL 16 |
| - Matière grasse dans le lactosérum : | Méthode Röse-Gottlieb selon ISO 1211 FIL 1 |
| - Matière protéique dans le lait : | Méthode noir amido selon NF V04-216 |
| - Matière azotée totale : | Méthode Kjeldahl selon ISO 8968-1 FIL 20-1 |
| - Matière sèche : | Méthode par étuvage selon ISO 6731 FIL 21 |

ARTICLE

1. EVALUATION DE LA STABILITE A COURT-TERME

La stabilité à court-terme a été évaluée en analysant 4 échantillons de lait cru additionné de conservateur (Bronopol 0,02 % final), à des niveaux de concentration différents en matière grasse et matière protéique, en triple, toutes les 15-20 minutes afin d'obtenir au moins 20 cycles de mesure.

Pour évaluer la stabilité de l'appareil, la répétabilité et la reproductibilité ont été calculés pour chaque taux.

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Matière grasse (g/l)	22	38	54	75
Matière protéique (g/l)	24	35	39	55

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

Le tableau suivant présente les résultats obtenus :

		M	Sr	Sr(%)	SR	SR(%)	r	R
Matière grasse (g/l)	Niveau 1	20,765	0,0502	0,242%	0,0649	0,312%	0,139	0,180
	Niveau 2	35,469	0,0882	0,249%	0,1048	0,295%	0,244	0,290
	Niveau 3	50,237	0,0932	0,186%	0,1120	0,223%	0,258	0,310
	Niveau 4	70,999	0,0867	0,122%	0,1143	0,161%	0,240	0,317
Matière protéique (g/l)	Niveau 1	24,749	0,0663	0,268%	0,0813	0,328%	0,184	0,225
	Niveau 2	31,689	0,0772	0,244%	0,0951	0,300%	0,214	0,263
	Niveau 3	38,563	0,1051	0,273%	0,1260	0,327%	0,291	0,349
	Niveau 4	52,611	0,1537	0,292%	0,1810	0,344%	0,426	0,501
Matière sèche (g/l)	Niveau 1	97,752	0,1566	0,160%	0,2011	0,206%	0,434	0,557
	Niveau 2	119,411	0,1715	0,144%	0,2270	0,190%	0,475	0,629
	Niveau 3	141,187	0,2267	0,161%	0,2717	0,192%	0,628	0,753
	Niveau 4	176,256	0,2712	0,154%	0,3323	0,189%	0,751	0,921

Tableau 2 : Critère de stabilité à court terme de l'appareil MilkoScan™ Mars pour les paramètres MG, MP et MS¹

Les résultats, pour les taux 1 et 3, montrent que les écarts-types de reproductibilité pour la matière grasse et la matière protéique sont inférieurs aux limites applicables au lait ayant une teneur moyenne en matière grasse et protéines (0,28 g/l) recommandées dans la norme ISO 8196-3|FIL 128-3. Les écarts-types de reproductibilité pour la matière grasse et la matière protéique du taux 4 sont également inférieurs aux limites applicables au lait ayant une teneur élevée en matière grasse et protéines (0,56 g/l) recommandées dans la norme ISO 8196-3|FIL 128-3.

Pour la matière sèche, en l'absence de valeurs normalisées, on peut noter que la reproductibilité de l'appareil (R) est inférieure à la reproductibilité de la méthode de référence (0,20 g/100 g).

La stabilité à court terme de l'appareil utilisé pour l'évaluation de la crème a été vérifiée selon les mêmes conditions que pour l'appareil ci-dessus. Les résultats obtenus sont du même ordre et conformes aux prescriptions de la norme ISO 8196-3.

2. EVALUATION DE LA REPETABILITE

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

- pour le lait de vache cru entier de citerne : 39 échantillons de lait cru de citerne provenant d'une usine laitière de l'ouest de la France.
- pour le lait de brebis : 33 échantillons de lait cru de brebis provenant d'une usine laitière du sud-ouest de la France.
- pour le lactosérum : 24 échantillons de lactosérum écrémé provenant d'un site laitier du centre est de la France.
- pour la crème : 24 échantillons de crème provenant d'une usine laitière de l'ouest de la France.

Les échantillons additionnés de conservateur (Bronopol 0,02%) ont été analysés (après chauffage à 40 ± 2 °C et 37 ± 2 °C pour la crème) en double non consécutif selon la séquence suivante : Série 1 rép 1 – Série 2 rép 2 - ... - Série n rép n.

¹ 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.

ARTICLE

La répétabilité est calculée à partir de résultats en double obtenus à partir de l'ensemble des données et pour les critères matière grasse et matière sèche pour toutes les matrices, matière protéique pour le lait cru de citerne et le lait de brebis, et matière azotée totale pour le lactosérum.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

		n	min	max	M	S _r	S _r %	r
Lait cru entier de citerne	Matière grasse (g/l)	39	37,24	41,25	39,75	0,076	0,19%	0,211
	Matière protéique (g/l)	39	31,31	33,31	32,27	0,123	0,38%	0,341
	Matière sèche (g/100g)	39	12,46	12,95	12,70	0,025	0,20%	0,069
Lait de brebis	Matière grasse (g/l)	33	71,88	84,54	79,88	0,105	0,13%	0,290
	Matière protéique (g/l)	33	55,61	64,70	60,46	0,125	0,21%	0,347
	Matière sèche (g/100g)	33	18,11	19,65	19,12	0,023	0,12%	0,063
Lactosérum	Matière grasse (g/100g)	24	0,03	0,05	0,03	0,003	9,50%	0,009
	Matière azotée totale (g/100g)	24	0,63	0,85	0,81	0,004	0,47%	0,011
	Matière sèche (g/100g)	24	5,21	6,72	6,42	0,006	0,10%	0,017
Crème	Matière grasse (g/l)	23	407,66	416,17	413,40	0,735	0,18%	2,035
	Matière sèche (g/l)	24	462,08	471,94	468,45	0,850	0,18%	2,353

Tableau 3 : Critère de répétabilité de l'appareil MilkoScan™ Mars pour les paramètres MG, MP, MS et MAT sur échantillons de lait de citerne, lait de brebis, lactosérum et crème²

On peut observer :

- pour le lait de vache cru entier de citerne : pour la matière grasse et la matière protéique, les écarts-types de répétabilité sont inférieurs aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 ($S_r < 0,14$ g/l). L'écart-type de répétabilité, pour la matière sèche, est du même ordre que pour les autres critères et inférieur à l'écart-type de répétabilité de la méthode de référence ($S_r = 0,036$ g/100 g).
- pour le lait de brebis : pour la matière grasse et la matière protéique, les écarts-types de répétabilité sont inférieurs aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 ($S_r < 0,28$ g/l). L'écart-type de répétabilité, pour la matière sèche, est du même ordre que pour les autres critères et inférieur à l'écart-type de répétabilité de la méthode de référence ($S_r = 0,036$ g/100 g).
- pour le lactosérum : l'écart-type de répétabilité est équivalent pour l'ensemble des critères. En l'absence de valeurs normalisées pour le lactosérum, on observe que les écarts-types de répétabilité obtenus avec l'appareil sont plus faibles ou proches que ceux des méthodes de référence quand elles existent ($S_r = 0,001$ g/100g contre 0,013 g/100g pour la matière grasse ; 0,006 g/100g contre 0,036 g/100g pour la matière sèche).
- pour la crème : l'écart-type de répétabilité est équivalent pour l'ensemble des critères. Pour la matière grasse, l'écart-type relatif ($S_r\%$) est conforme aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 pour le lait à teneur élevée ($S_r\% < 0,35$ %).

3. EVALUATION DE LA JUSTESSE

La justesse de l'appareil a été évaluée en utilisant les mêmes échantillons que ceux utilisés pour l'évaluation de la répétabilité. La moyenne des doubles des résultats obtenus lors de l'évaluation de la répétabilité a été utilisée pour le calcul des résultats. Les échantillons présentant des valeurs 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.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

		n	min	max	X	S _x	S _{y,x}	S _{y,x} %	b	a
Lait cru entier de citerne	Matière grasse (g/l)	37	37,27	41,21	39,71	0,88	0,362	0,92%	0,919	2,842
	Matière protéique (g/l)	37	31,35	33,13	32,24	0,44	0,081	0,25%	0,949	1,690
	Matière sèche (g/100 g)	37	12,48	12,95	12,71	0,11	0,034	0,27%	0,860	1,708
Lait de brebis	Matière grasse (g/l)	32	71,92	84,48	79,97	3,22	0,400	0,50%	1,078	-5,433
	Matière protéique (g/l)	32	55,73	64,56	60,51	2,18	0,259	0,43%	1,077	-4,868
	Matière sèche (g/100 g)	31	18,12	19,63	19,11	0,41	0,048	0,25%	1,061	-1,087

² N : nombre de résultats ; min et max : valeurs minimum et maximum ; M : moyenne des résultats ; S_r (S_r%) : écart-type absolu (et relatif) ; r : écart maximum de répétabilité dans 95 % des cas

Lactosérum	Matière grasse (g/100g)	21	0,03	0,05	0,03	0,01	0,004	12,96%	0,756	0,008
	Protéines brutes (g/100g)	22	0,63	0,85	0,81	0,05	0,033	3,85%	1,317	-0,216
	Matière sèche (g/100 g)	22	5,22	6,72	6,41	0,35	0,025	0,40%	0,954	0,109
Crème	Matière grasse (g/100 g)	22	40,83	41,57	41,33	0,20	0,215	0,51%	-0,053	44,190
	Matière sèche (g/100 g)	24	46,37	47,08	46,85	0,19	0,148	0,31%	0,370	29,787

Tableau 4 : Critère de justesse de l'appareil MilkoScan™ Mars pour les paramètres MG, MP et MS sur les échantillons de lait de citerne, lait de brebis, lactosérum et crème³

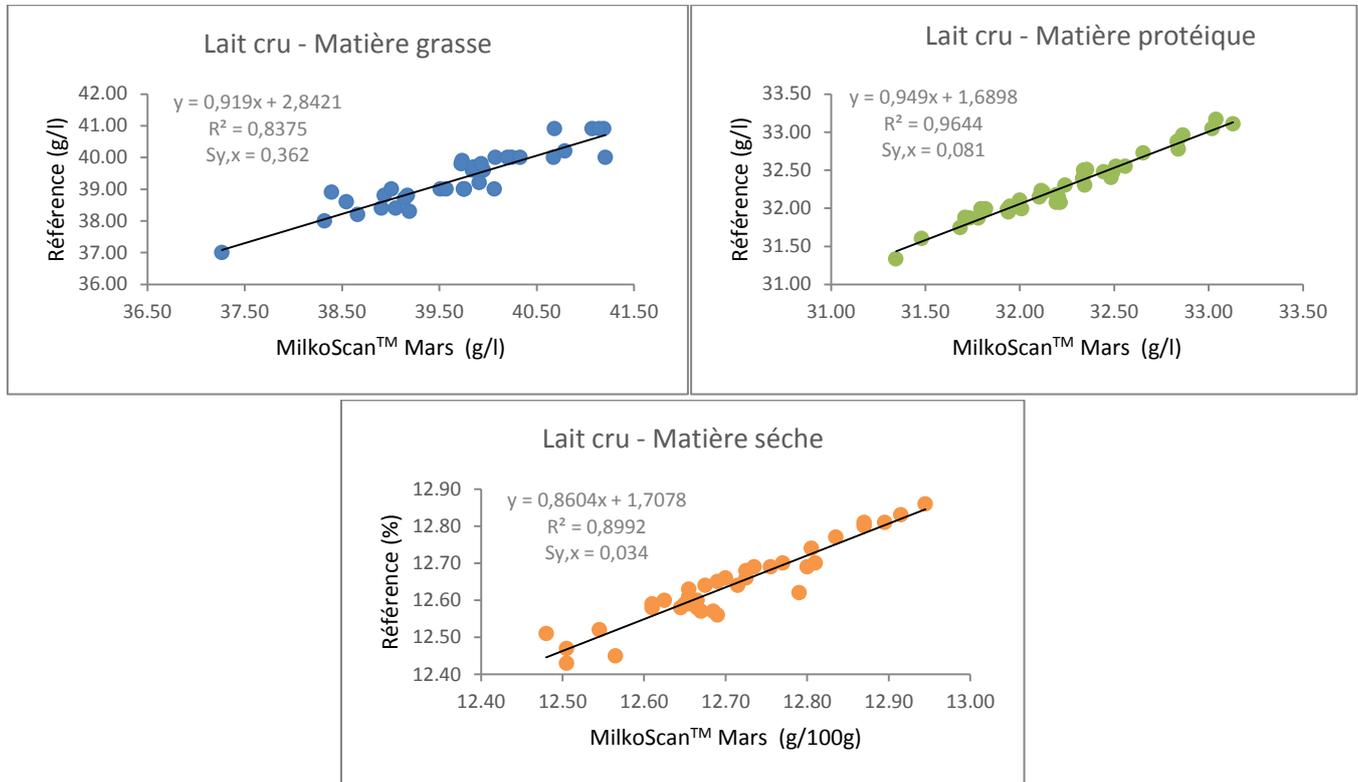
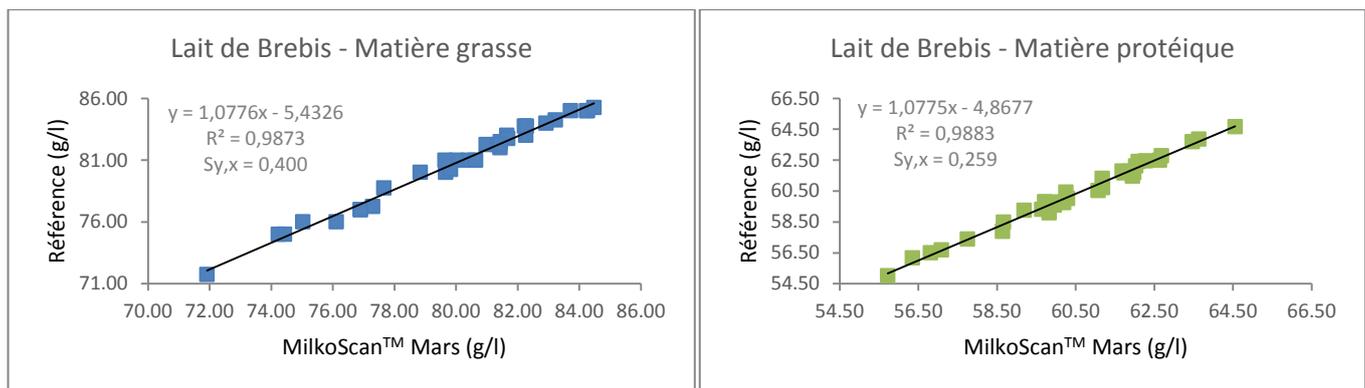


Figure 1 : Relation entre les résultats MilkoScan™ Mars et de référence pour les paramètres MG, MP et MS dans le lait cru de citerne



³ 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 (Sy,x%) : écart-type résiduel (relatif) ; b,a : pente et ordonnée à l'origine de la régression linéaire

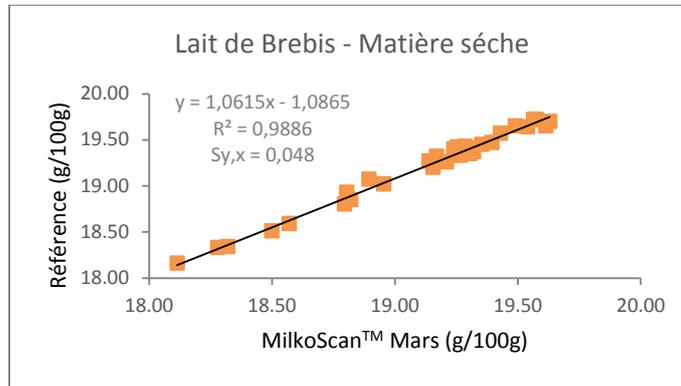


Figure 2 : Relation entre les résultats MilkoScan™ Mars et de référence pour les paramètres MG, MP et MS dans le lait de brebis

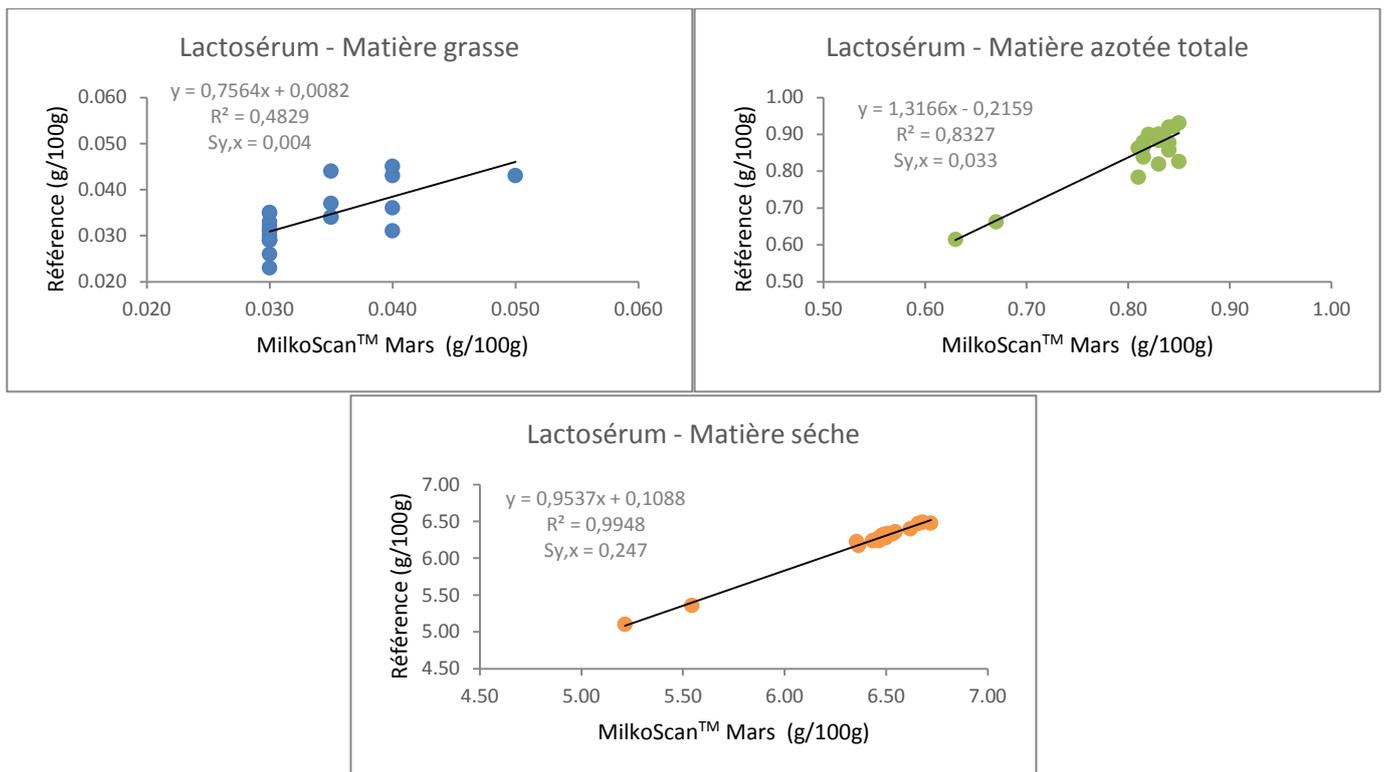


Figure 3 : Relation entre les résultats MilkoScan™ Mars et de référence pour les paramètres MG, MAT et MS dans le lactosérum

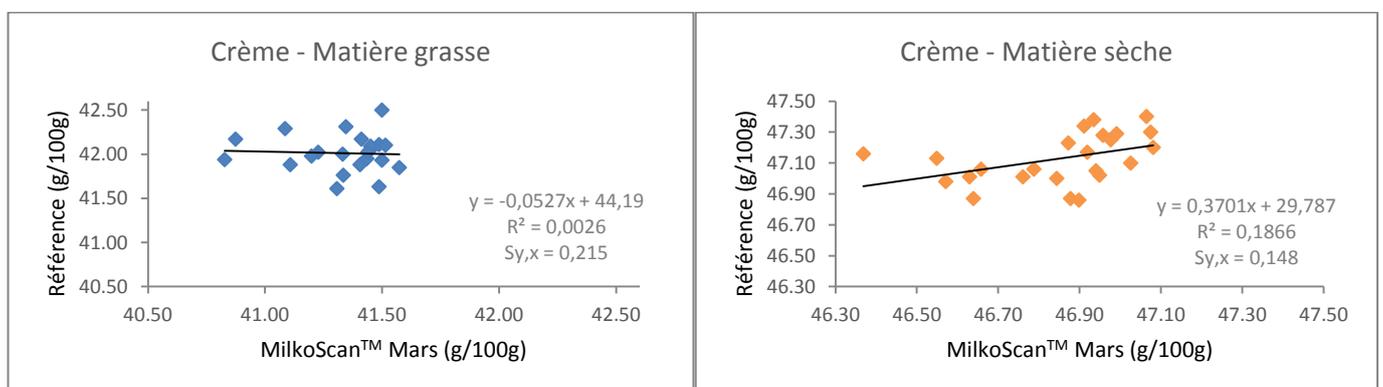


Figure 4 : Relation entre les résultats MilkoScan™ Mars et de référence pour les paramètres MG et MS dans la crème

ARTICLE

En ce qui concerne la relation entre les résultats de la méthode MilkoScan™ Mars et la méthode de référence, on peut observer :

- pour le lait de vache cru entier de citerne :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,362 g de MG/l, 0,081 g de MP/l, et 0,034 g de MS/100 g. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,72$ g/l ($\pm 2 \times 0,362$ g/l) pour la matière grasse, $\pm 0,16$ g/l ($\pm 2 \times 0,081$ g/l) pour la matière protéique et $\pm 0,068$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,034$ g/100 g) pour la matière sèche.

- pour le lait de brebis :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,400 g de MG/l, 0,259 g de MP/l, et 0,048 g de MS/100 g. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,80$ g/l ($\pm 2 \times 0,400$ g/l) pour la matière grasse, $\pm 0,52$ g/l ($\pm 2 \times 0,259$ g/l) pour la matière protéique et $\pm 0,096$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,048$ g/100 g) pour la matière sèche.

- pour le lactosérum :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,004 g de MG/100 g, 0,033 g de MAT/100 g, et 0,025 g de MS/100 g. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,008$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,004$ g/100 g) pour la matière grasse, $\pm 0,066$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,033$ g/100 g) pour la matière azotée totale et $\pm 0,050$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,025$ g/100g) pour la matière sèche.

- pour la crème :

Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont égaux à 0,215 g de MG/100 g et 0,148 g de MS/100 g. La précision d'estimation de l'appareil est donc de $\pm 0,43$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,215$ g/100 g) pour la matière grasse et $\pm 0,30$ g/100 g ($\pm 2 \times 0,148$ g/100g) pour la matière sèche.

4. CONCLUSION

A l'issue de cette évaluation, nous pouvons conclure que la stabilité à court terme de l'instrument est conforme aux prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3.

Concernant la répétabilité de l'appareil, les résultats pour la matière grasse et la matière protéique du lait sont conformes aux limites de la norme ISO 9622|FIL 141. Pour les autres produits et critères, les résultats obtenus sont en accord avec les prescriptions de la norme ISO 8196-3|FIL 128-3 ou sont inférieures ou proches des performances de répétabilité de la méthode de référence correspondante.

En ce qui concerne la précision, il n'existe pas de limites normalisées pour les produits testés lors de cette évaluation (lait de citerne, lait de brebis, lactosérum et crème).

D'après le rapport d'évaluation de l'analyseur MilkoScan™ Mars – M. ESTEVES, A. OUDOTTE et Ph. TROSSAT – Mai-Septembre 2020