

EVALUATION DE L'APPAREIL BUCHI NIR PROXIMATE

Le NIR Proximate est un analyseur proche infrarouge polyvalent développé et distribué par la société Buchi. Il permet la détermination de la matière sèche, la matière grasse et la matière azotée totale d'un large panel de matrice agroalimentaire.

L'appareil est équipé de mesure de réflexion et de transflexion, ce qui permet des mesures prises par le haut ou par le bas de l'échantillon. Les échantillons sont placés dans un support en métal reposant sur un support aimanté pivotant pour obtenir ainsi une vue de l'ensemble de l'échantillon durant l'analyse.

L'instrument a été installé dans une pièce régulée en température par la société Buchi.



1. LES TESTS

Les essais d'évaluation ont été menés au laboratoire de physico-chimie d'ACTALIA Cecalait sur la période de mai à août 2024. La reproductibilité intra-laboratoire, la répétabilité et la justesse pour les paramètres matière sèche (MS), matière grasse (MG) et matière azotée totale (MAT) ont été évaluées.

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

- Matière sèche : Méthode par étuvage selon ISO 5534
- Matière grasse : Méthode acido-butyrométrique selon NF V04-287
- Matière azotée totale : Méthode Kjeldahl selon ISO 8968-1

L'étude a été réalisée en s'appuyant sur les normes ISO 8196 et ISO 21543.

2. EVALUATION DE LA REPRODUCTIBILITE INTRA-LABORATOIRE

La reproductibilité intra-laboratoire a été évaluée en analysant 3 fromages [fromage fondu (FFO), fromage à pâte molle (FPM), fromage à pâte pressée cuite (FPPC)], correspondant à des matrices et compositions différentes, à raison d'une analyse par échantillon toutes les 15 minutes durant 15 cycles de mesure.

Le tableau suivant présente les résultats obtenus par critère et par matrice testée :

		M	Sr	Sr(%)	SR	SR(%)	r	R
Matière sèche	FFO	43,98	0,05	0,10	0,26	0,58	0,13	0,71
	FPM	52,63	0,03	0,06	0,48	0,91	0,09	1,33
	FPPC	63,67	0,06	0,09	0,37	0,58	0,15	1,02
Matière grasse	FFO	26,52	0,04	0,16	0,26	0,98	0,12	0,72
	FPM	34,21	0,04	0,13	0,32	0,95	0,12	0,90
	FPPC	32,80	0,05	0,14	0,29	0,88	0,13	0,80
Matière azotée totale	FFO	14,51	0,03	0,20	0,06	0,41	0,08	0,17
	FPM	14,95	0,02	0,14	0,16	1,06	0,06	0,44
	FPPC	26,44	0,04	0,16	0,35	1,31	0,11	0,96

Tableau 1 : Critère de stabilité de l'appareil PROXIMATE pour les paramètres MS, MG et MAT¹

¹ M : moyenne ; Sr et SR (S_r% et S_R%) : écart-type de répétabilité et reproductibilité absolu (et relatif) ; r et R : écart maximal de répétabilité et de reproductibilité dans 95 % des cas.

Les écarts-type de reproductibilité relatifs varient :

- entre 0,58 et 0,91 % pour le critère matière sèche
- aux environs de 1 % pour le critère matière grasse, et
- entre 0,41 et 1,31 % pour le critère matière azotée totale.

3. EVALUATION DE LA REPETABILITE ET DE LA JUSTESSE

3.1 – Echantillons et modèles utilisés

Les essais ont été réalisés sur 30 échantillons de fromage à pâte pressée et pâte pressée cuite prélevés au niveau de leur commercialisation (GMS, crèmeries).

Les échantillons ont été analysés sur l'appareil Proximate à l'aide des modèles de prédiction présentés ci-dessous. Ces modèles ont été définis à partir d'un modèle de base enrichi avec une première série d'échantillons du même type.

Nom	Version
Fromage.ES.cal	1.2.90
Fromage.MG.cal	1.2.90
Fromage.MAT.cal	1.2.90

3.2 – Répétabilité

La répétabilité de l'appareil a été évaluée par l'analyse en doubles consécutifs de 30 échantillons de fromages à pâte pressée et pâte pressée cuite à l'aide de l'appareil Proximate.

Les indicateurs de répétabilité (S_r et r) ont été calculés selon les dispositions de la norme ISO 5725-2.

Le tableau ci-dessous présente les résultats obtenus pour les 3 critères testés :

	n	min	max	M	S_r	$S_r\%$	r
Matière sèche (g/100g)	30	49,27	75,7	60,70	0,058	0,10	0,160
Matière grasse (g/100g)	30	22,88	36,94	30,88	0,039	0,13	0,108
Matière azotée totale (g/100g)	30	19,36	33,63	24,89	0,045	0,18	0,125

Tableau 2 : Critère de répétabilité de l'appareil PROXIMATE pour les paramètres matière sèche, matière grasse et matière azotée totale sur échantillons de fromage²

Pour l'ensemble des critères, les indicateurs de répétabilité (S_r et r) sont significativement plus faibles que les valeurs des méthodes chimiques normalisées prises en référence

3.3 – Justesse

L'évaluation de la justesse par rapport aux méthodes de référence a été réalisée en simultanée avec l'évaluation de la répétabilité, donc avec les mêmes échantillons de fromage.

La justesse a été évaluée par comparaison de la moyenne des résultats issus de l'étude de répétabilité, aux résultats obtenus à l'aide des méthodes normalisées prises en référence. Il n'y a pas eu d'élimination de résultat aberrant dans ce traitement statistique.

	NIR MS %	Ref MS	NIR MG %	Ref MG	NIR MAT %	Ref MAT
n	30	30	30	30	30	30
min	49,29	49,84	22,90	22,75	19,37	19,82
max	75,15	73,36	33,59	36,38	33,59	32,50
M	60,70	60,76	30,88	31,12	24,89	24,98
Sx	5,36	5,14	3,73	3,60	2,74	2,63

² M : moyenne ; S_r et S_R ($S_r\%$ et $S_R\%$) : écart-type de répétabilité et reproductibilité absolu (et relatif) ; r et R : écart maximal de répétabilité et de reproductibilité dans 95 % des cas.

d	-0,067	-0,238	-0,092
Sd	0,521	0,563	0,656
Sy,x	0,470	0,544	0,639
Sy,x%	0,77%	1,75%	2,56%
SEP	0,521	0,563	0,656
RMSEP	0,517	0,603	0,652
b	0,955	0,952	0,931
a	2,797	1,706	1,806

Tableau 3 : Critère de justesse de l'appareil Proximate pour les paramètres MS, MG et MAT sur les échantillons de fromage³

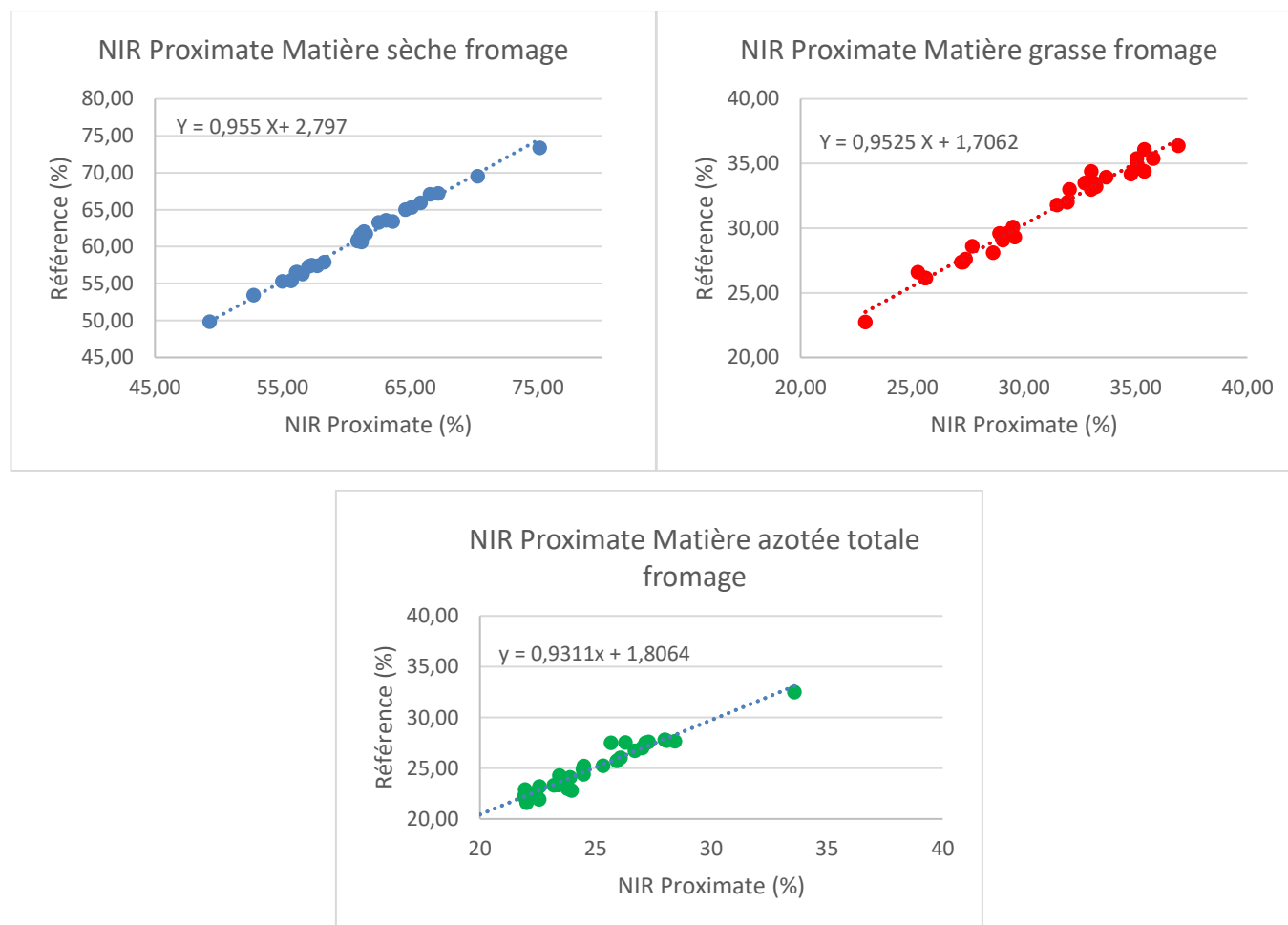


Figure 1 : Relation entre Proximate et la méthode de référence pour le critère matière sèche, matière grasse et matière azotée totale dans le fromage

On peut remarquer les performances suivantes par critère :

- Pour le critère matière sèche, l'écart type de prédiction SEP est égal à 0,521 g/100 g, soit une précision d'estimation de $\pm 1,04$ g/100 g dans 95 % des cas. Le biais moyen observé est faible (-0,07 g/100 g).
- Pour le critère matière grasse, l'écart type de prédiction SEP est égal à 0,563 g/100 g, soit une précision d'estimation de $\pm 1,12$ g/100 g dans 95 % des cas. Le biais observé est relativement faible (-0,24 g/100 g).
- Pour le critère matière azotée totale, l'écart type de prédiction SEP est égal à 0,656 g/100 g, soit une précision d'estimation de $\pm 1,31$ g/100 g. Le biais moyen observé est faible (-0,09 g/100 g).

³ n, min, max: nombre de résultats, valeurs minimum and maximum; M, Sx : Moyenne et écart type des valeurs; d, Sd: écart moyen et écart type de écarts; Sy,x, Sy,x% : écart type résiduel de regression absolu et relative; SEP et RMSEP : Ecart type de prediction et erreur quadratique moyenne de prediction; b et a : pente et ordonnée à l'origine de la regression linéaire simple.

4. CONCLUSION

Les conclusions des différents tests conduits sur l'appareil Buchi Proximate sont les suivantes :

- Concernant la répétabilité, l'instrument présente des écarts type de répétabilité significativement inférieurs à ceux des méthodes chimiques prises en référence.
- En ce qui concerne la justesse, les modèles de prediction évalués laissent apparaître des précisions d'estimation respectivement de $\pm 1,04$ g/100 g pour le critère matière sèche, $\pm 1,12$ g/100 g pour le critère matière grasse et $\pm 1,31$ g/100 g pour le critère matière azotée totale.

Tous les résultats de cette évaluation permettent de conclure que l'appareil Proximate est conforme aux prescriptions des normes utilisées.

D'après le rapport d'évaluation de l'appareil Buchi NIR Proximate – Philippe TROSSAT – Mai 2025