

**INFORME DE EVALUACIÓN DEL ANALIZADOR
CDR FoodLab®**



Figura 1: CDR FoodLab®

A. Oudotte, Ph. Trossat
julio – agosto de 2019

1. INTRODUCCIÓN	3
1.1- OBJETIVOS.....	3
1.2- EL DISPOSITIVO	3
1.3- CONSUMIBLES.....	3
1.4- PRUEBAS	3
2. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE LACTOSA EN LECHE	4
2.1- Evaluación de la estabilidad del dispositivo.....	4
2.2- Evaluación de la repetibilidad del dispositivo.....	5
2.3- Evaluación de la precisión del dispositivo.....	5
3. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE UREA EN LECHE.....	7
3.1- Evaluación de la estabilidad del dispositivo.....	7
3.2- Evaluación de la repetibilidad del dispositivo.....	8
3.3- Evaluación de la precisión del dispositivo.....	8
4. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE AMONIACO EN SUERO DE LECHE.....	10
4.1- Evaluación de la estabilidad del dispositivo.....	10
4.2- Evaluación de la repetibilidad del dispositivo.....	11
4.3- Evaluación de la precisión del dispositivo.....	11
5. CONCLUSIÓN GENERAL	13
6. FIGURAS.....	14
7. TABLAS.....	14

1. INTRODUCCIÓN

1.1- OBJETIVOS

CDR ha solicitado a ACTALIA Cecalait evaluar el desempeño del dispositivo CDR FoodLab® con relación a la leche y derivados lácteos. Se evaluaron los siguientes parámetros y matrices:

- urea en leche;
- lactosa en leche sin lactosa (rango de medición 0,01 a 2 g/100 g);
- amoníaco en el suero de leche.

1.2- EL DISPOSITIVO

CDR FoodLab® es un analizador fotométrico versátil para la determinación de un amplio rango de criterios químicos en productos alimenticios. El dispositivo está equipado con fuentes LED, células de lectura y células de incubación controladas mediante termostato a 37 °C, permitiendo la realización de 16 determinaciones paralelas.

El dispositivo utilizado para este estudio tiene las siguientes características:

CDR FoodLab®
Tipo: SLB 222
Número de serie: B-222003/1112
Año de producción: 2019

La unidad ha sido instalada en una habitación a temperatura controlada (20-23 °C – aire acondicionado), sin luz solar directa. El procedimiento de instalación ha sido realizado por CDR.

1.3- CONSUMIBLES

Los reactivos empleados en este estudio son los siguientes:

- reactivo Kit 300010 para lactosa;
- reactivo Kit 300054 para amoníaco;
- reactivo Kit 300004 para urea.

Los reactivos están listos para usar y envasados en bolsas de 10 pruebas. Tienen una caducidad de un año.

1.4- PRUEBAS

Las pruebas de evaluación se llevaron a cabo en el laboratorio de física y química de ACTALIA Cecalait en julio de 2019 : determinaciones sobre el analizador CRD FoodLab® , determinaciones conformes al método de referencia NF EN ISO 14637 para urea y conforme al método NF V 04-217 para amoníaco.

Los análisis de referencia mediante el método HPLC para lactosa se llevaron a cabo en el departamento de control y calidad de ACTALIA de Villers Bocage.

Las pruebas de evaluación analizaron los siguientes aspectos:

- estabilidad del dispositivo para cada parámetro;
- repetibilidad y precisión del método.

Se emplearon los datos brutos de absorbancia de CDR FoodLab® para esta evaluación.

Luego, se convirtió la absorbancia en índices utilizando los valores de referencia obtenidos dentro del alcance del estudio de precisión para cada parámetro.

Por tanto, la precisión de cada parámetro se puede evaluar solo en función de la desviación estándar residual de regresión $S_{y,x}$ y de precisión estimada $\pm 2.S_{y,x}$. De hecho, debido a este enfoque, la ecuación de regresión de la precisión obtenida en función de índices conduce a una pendiente de regresión de 1.00 y una ordenada cero en origen.

2. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE LACTOSA EN LECHE

2.1- Evaluación de la estabilidad del dispositivo

Se obtuvo la estabilidad analizando 2 muestras de leche con diferente contenido de lactosa (tabla 1). Las muestras de leche se realizaron con una mezcla de 2 leches para beber UHT: leche con un contenido reducido de lactosa del 2,7% y leche sin lactosa < 0,1 g/100 ml, con el agregado de un conservante (bronopol 0.02%). Los análisis se repitieron cada 15 minutos para obtener al menos 10 ciclos de mediciones.

Tabla 1 : Nivel de lactosa en las muestras utilizadas para la evaluación de la estabilidad

	Nivel 1	Nivel 2
Lactosa (g/100 g)	0,80	1,50

La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

Tabla 2 : CRD FoodLab® estabilidad de lactosa¹

	Lactosa (Abs)		Lactosa (g/100 g)	
	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 1	Nivel 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

Se observan las desviaciones estándares de la repetibilidad en el índice del 2.3 al 3.9 % y las desviaciones estándares de la reproducibilidad de aproximadamente el 2.8 al 3.7% según los índices de las muestras.

Con respecto a la desviación estándar de la reproducibilidad observada, en ausencia de los requisitos, se observa que la última se acerca considerablemente a las desviaciones de repetibilidad observada, lo que refleja un error generalmente bajo de «estabilidad instrumental».

¹ M : promedio ; Sr y SR (Sr% y SR%) : desviación estándar de la repetibilidad y la reproducibilidad absoluta (y relativa) ; r y R : desviación máxima de la repetibilidad y la reproducibilidad en el 95% de los casos.

2.2- Evaluación de la repetibilidad del dispositivo

Se obtuvo la repetibilidad del dispositivo mediante la repetición del análisis de 26 muestras de leche de 2 leches 2 UHT (ver 2.1) con el agregado de conservante (bronopol 0,02%). Las muestras tenían un contenido de lactosa entre 0.01 y 2 g/100 g.

Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 3 : CRD FoodLab® repetibilidad de lactosa²

	n	mín.	máx.	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
Lactosa (Abs)	26	0,1985	1,1332	0,5354	0.254	0.011	2,03	0.030
Lactosa (g/100 g)		0.169	1.630	0.696	0.024	0.017	2,44	0.047

Sobre el índice de medición de 0.16 a 1.63 g/100, se observa una desviación estándar de repetibilidad de 0.017 g/100 g.

No existe un método estándar específico para la leche sin lactosa, pero se puede comparar con los métodos estándares existentes para la determinación de lactosa en leche, es decir, $Sr = 0,022$ g/100 g ($Sr\% = 0.44$) para el método HPLC conforme a ISO 22662 y $Sr = 0.037$ g/100 g ($Sr\% = 0.74$) para el método de pH diferencial conforme a la norma ISO 26462.

2.3- Evaluación de la precisión del dispositivo

La evaluación de la precisión comparada con el método HPLC se realizó con las mismas muestras de leche que se habían usado para la evaluación de la repetibilidad (ver 2.2).

Se evaluó la precisión en 26 muestras después de la eliminación de muestras con valores atípicos (eliminación de muestras en función de los residuos de regresión superiores a 2 x desviación estándar de desviaciones de residuo de regresión: umbral 5%).

Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 4 : criterio sobre la precisión de lactosa CDR FoodLab®³

	CDR FoodLab® Lactosa (g/100 g)
n	26
mín.	0.179
máx.	1.621
Y	0.692
X	0.692
Sy	0.405
Sx	0.408
Sd	0.044

² N : número de resultados ; mín. y máx. : valores mínimos y máximos; M : promedio de los resultados ; Sr (Sr%) : desviación de repetibilidad estándar absoluta (y relativa) ; r : desviación máxima de repetibilidad en el 95% de los casos.

³ n, mín., máx. : número de resultados, valores mínimos y máximos; Y,X : promedio de los resultados mediante los métodos instrumental y de referencia ; Sy, Sx : desviación estándar de los resultados mediante método instrumental y referencia; Sd : desviación estándar de desviaciones ; Sy,x : desviación estándar residual.

Sy,x	0.045
-------------	-------

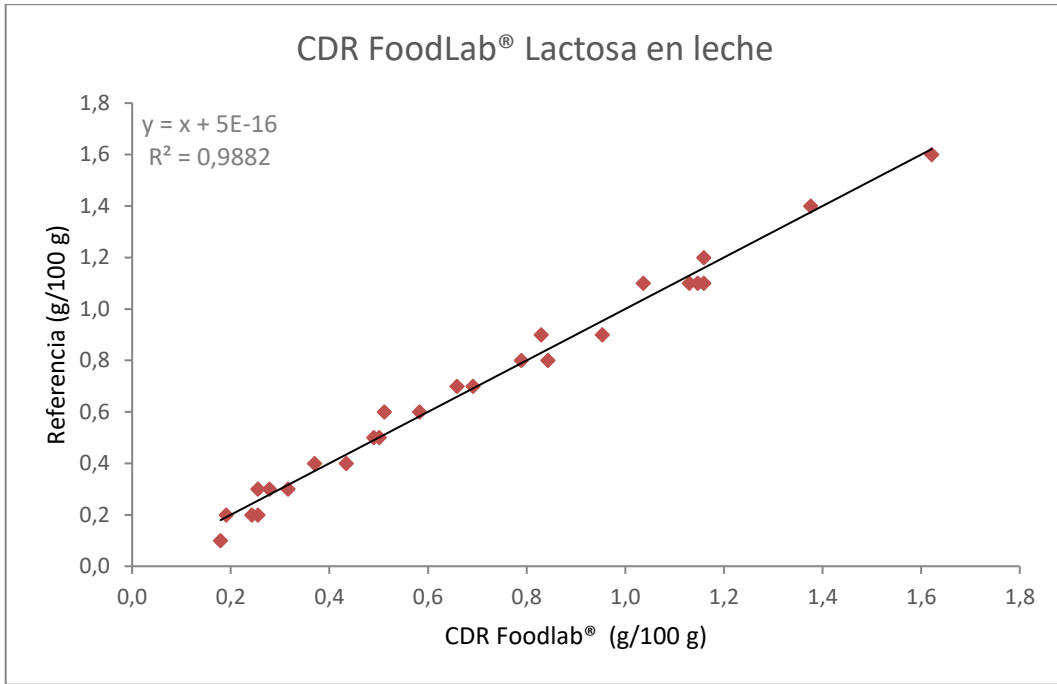


Figura 2: Relación entre los resultados instrumentales y de referencia en g/100 g de lactosa

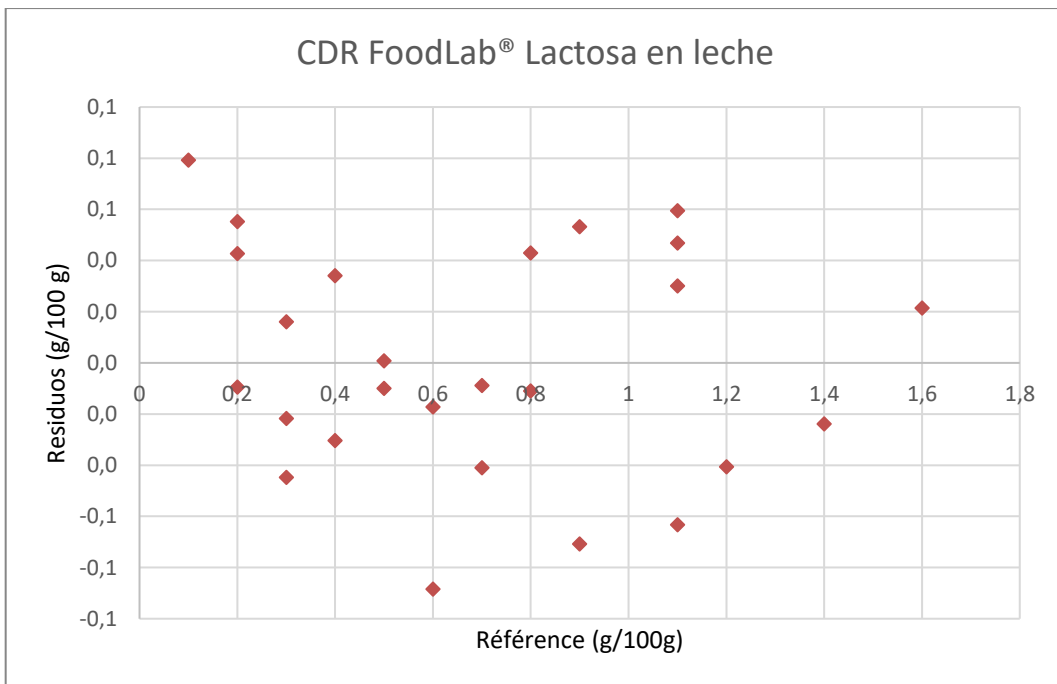


Figura 3: Residuos en regresión según los valores de referencia en mg/100 g de lactosa

Con respecto a la relación entre los resultados del método CDR FoodLab® (calculado a partir de la ecuación de regresión) y el método de referencia HPLC, se observa lo siguiente:

- una desviación estándar de regresión residual $S_{y,x}$ de 0.045 g/100 g, que resulta en una precisión de la estimación del ± 0.09 g/100 g.

3. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE UREA EN LECHE

3.1- Evaluación de la estabilidad del dispositivo

Se obtuvo la estabilidad mediante el análisis de 3 muestras de leche entera con el agregado de un conservante (bronopol 0,02%), con contenidos diferentes de urea, dos veces cada 15 minutos para obtener al menos 10 ciclos de medición. Las muestras utilizadas fueron ACTALIA Cecalait ETG Urea.

Tabla 5 : Nivel de urea en las muestras utilizadas para la evaluación de la estabilidad

	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3
Urea (mg/l)	180	500	800

Para evaluar la estabilidad del dispositivo, se calcularon la repetibilidad y la reproducibilidad para cada nivel.

La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

Tabla 6 : CRD FoodLab® estabilidad de urea⁴

	Urea (Abs)			Urea (mg/l)		
	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 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

Se observa la desviación estándar de la repetibilidad del 1.8 al 3.4% y las desviaciones estándares de la reproducibilidad del 1.9 al 3.9% según los índices de las muestras.

Con respecto a la desviación estándar de la reproducibilidad observada, en ausencia de los requisitos, se observa que las últimas se acercan a las desviaciones de repetibilidad observadas lo que refleja un error general bajo de «estabilidad instrumental».

⁴ M : promedio ; Sr y SR (Sr% y SR%) : desviación estándar de la repetibilidad y reproducibilidad absoluta (y relativa) ; r y R : desviación máxima de la repetibilidad y la reproducibilidad en el 95% de los casos.

3.2- Evaluación de la repetibilidad del dispositivo

Se obtuvo la repetibilidad del dispositivo mediante la repetición del análisis de 34 muestras con un contenido de urea comprendido entre 170 y 800 mg/l. Las muestras eran leche cruda con el agregado de un conservante (bronopol 0,02%): 5 muestras ETG de urea ACTALIA Cecalait y 29 cisternas de leche de la región Franche-Comté.

Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 7 : CRD FoodLab® repetibilidad de urea⁵

	n	Mín.	Máx.	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
Urea (Abs)	34	0,3711	1,5231	0,6251	0.223	0.012	1,95	0.034
Urea (mg/l)		166,15	835,58	313,78	129,29	7.072	2,25	19,59

La repetibilidad r obtenida de 19.6 mg/l es ligeramente superior a la del método de referencia NF EN ISO 14637 ($r \leq 15$ mg/l, es decir, Sr 5.42 mg/l).

3.3- Evaluación de la precisión del dispositivo

La evaluación de la precisión en relación con el método de pH diferencial NF EN ISO 14637 se realizó con las mismas muestras de leche que se habían usado para la evaluación de la repetibilidad (ver 3.2).

Se evaluó la precisión en 34 muestras después de la eliminación de muestras con valores atípicos (eliminación de muestras en función de los residuos de regresión superiores a 2 x desviación estándar de desviaciones de residuo de regresión: umbral 5%).

Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 8 : CDR FoodLab® criterio sobre la precisión de urea⁶

	CDR FoodLab® Urée (mg/l)
n	34
mín.	173,79
máx.	834,04
Y	313,78
X	313,78
Sy	130,52
Sx	131,26
Sd	13.944
Sy,x	14.160

⁵ n : número de resultados ; mín. y máx. : valores mínimos y máximos; M : promedio de los resultados ; Sr (Sr%) : desviación estándar de repetibilidad absoluta (y relativa) ; r : desviación máxima de repetibilidad en el 95% de los casos.

⁶ n, mín., máx. : número de resultados, valores mínimos y máximos; Y,X : promedio de los resultados mediante los métodos instrumental y de referencia ; Sy, Sx : desviación estándar de los resultados mediante los métodos instrumental y de referencia; Sd : desviación estándar de desviaciones ; Sy,x : desviación estándar residual.

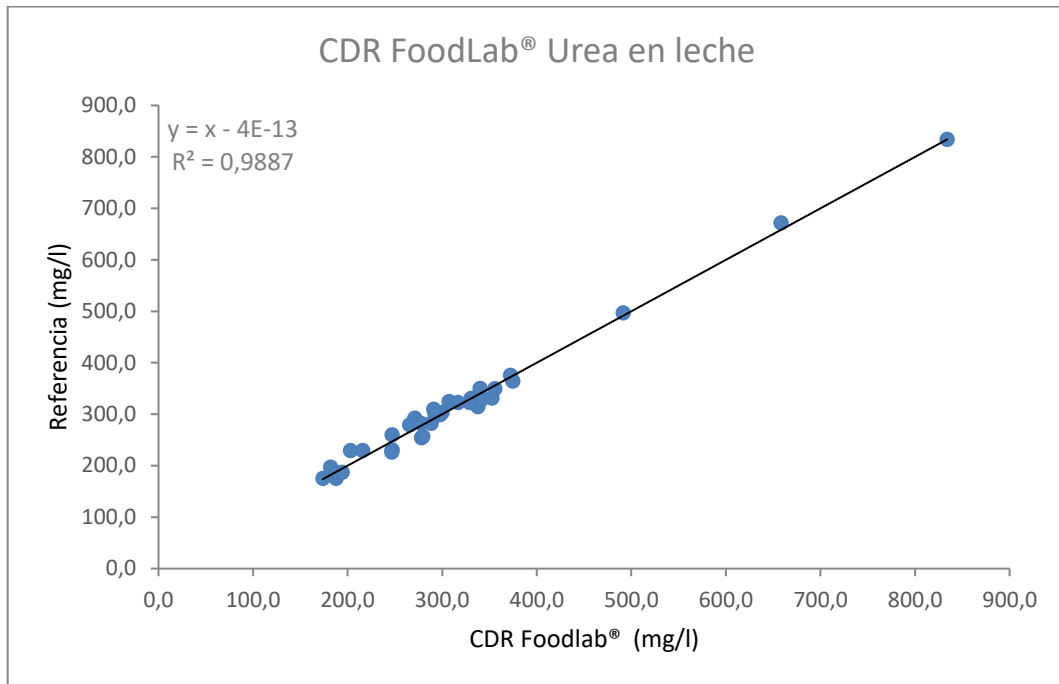


Figura 4: Relación entre los resultados instrumentales y de referencia en mg/l urea

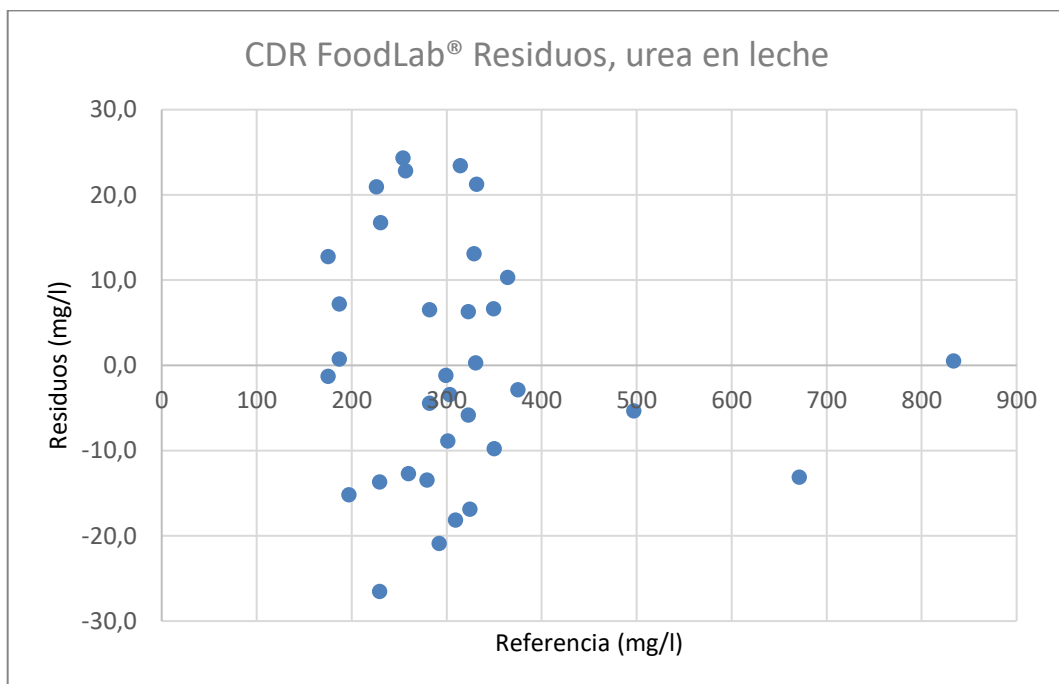


Figura 5: Residuos en regresión según los valores de referencia en mg/l de urea

Con respecto a la relación entre los resultados del método CDR FoodLab® (calculado a partir de la ecuación de regresión) y el método de referencia de pH diferencial NF EN ISO 14637, se observa lo siguiente:

- una desviación estándar residual de regresión $S_{y,x}$ de 14.2 mg/l, que resulta en una precisión de la estimación de ± 28 mg/l.

4. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE AMONIACO EN SUERO DE LECHE

4.1- Evaluación de la estabilidad del dispositivo

Se obtuvo la estabilidad mediante el análisis de 3 muestras de suero de leche con el agregado de un conservante (bronopol 0,02%) y contenidos diferentes de amoniaco, dos veces cada 15 minutos para obtener al menos 10 ciclos de medición. Las muestras utilizadas son muestras de suero de leche de la región Franche-Comté.

Tabla 9 : Nivel de amoniaco en las muestras utilizadas para la evaluación de la estabilidad

	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3
Amoniaco (ppm)	20	30	50

Para evaluar la estabilidad del dispositivo, se calcularon la repetibilidad y la reproducibilidad para cada nivel.

La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

Tabla 10 : CRD FoodLab® estabilidad de amoniaco⁷

	Amoniaco (Abs)			Amoniaco (ppm)		
	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 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

Desviación estándar de la repetibilidad del 1.4 al 3.8% y las desviaciones estándares de la reproducibilidad del 1.4 al 3.6 % según los índices de las muestras.

Se observa que la desviación estándar de la reproducibilidad detectada es del mismo tipo que la desviación estándar de repetibilidad, lo que indica una buena estabilidad instrumental.

⁷ M : promedio ; Sr y SR (Sr% y SR%) : desviación estándar de la repetibilidad y la reproducibilidad absoluta (y relativa) ; r y R : desviación máxima de la repetibilidad y la reproducibilidad en el 95% de los casos.

4.2- Evaluación de la repetibilidad del dispositivo

Se obtuvo la repetibilidad del dispositivo mediante la repetición del análisis de 33 muestras que contenían entre 12 y 113 ppm de amoníaco. Las muestras eran de suero de leche de la región Franche-Comté con un agregado de conservante (bronopol 0,02%).

Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 11 : CRD FoodLab® repetibilidad de amoníaco⁸

	n	Mín.	Máx.	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
Amoníaco (Abs)	33	0,2368	3,1301	0,8649	0.614	0.017	1,92	0.046
Amoníaco (ppm)		12,93	112,66	34,58	0.808	0.572	1,66	1.585

La repetibilidad r obtenida utilizando el CDR FoodLab® es de 1.59 ppm comparada con un valor promedio de 2.46 ppm en el método estándar NF V 04 217 sobre el rango de valor considerado.

4.3- Evaluación de la precisión del dispositivo

La evaluación de la precisión con respecto al método enzimático NF V 04-217 se realizó con las mismas muestras de suero de leche que se habían usado para la evaluación de la repetibilidad (ver 4.2).

Se evaluó la precisión en 33 muestras después de la eliminación de muestras con valores atípicos (eliminación de muestras en función de los residuos de regresión superiores a 2 x desviación estándar de desviaciones de residuo de regresión: umbral 5%).

Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 12 : CDR FoodLab® criterios de precisión del amoníaco⁹

	CDR FoodLab® Amoníaco (ppm)
n	33
mín.	13,03
máx.	111,12
Y	34,58
X	34,58
Sy	21,38
Sx	22,21
Sd	6.020
Sy,x	6.116

⁸ n : número de resultados ; mín. y máx. : valores mínimos y máximos; M : promedio de los resultados ; Sr (Sr%) : desviación de repetibilidad absoluta (y relativa) ; r : desviación máxima de repetibilidad en el 95% de los casos.

⁹ n, mín., máx. : número de resultados, valores mínimos y máximos; Y,X : promedio de los resultados mediante los métodos instrumental y de referencia ; Sy, Sx : desviación estándar de los resultados mediante los métodos instrumental y de referencia; Sd : desviación estándar; Sy,x : desviación estándar residual.

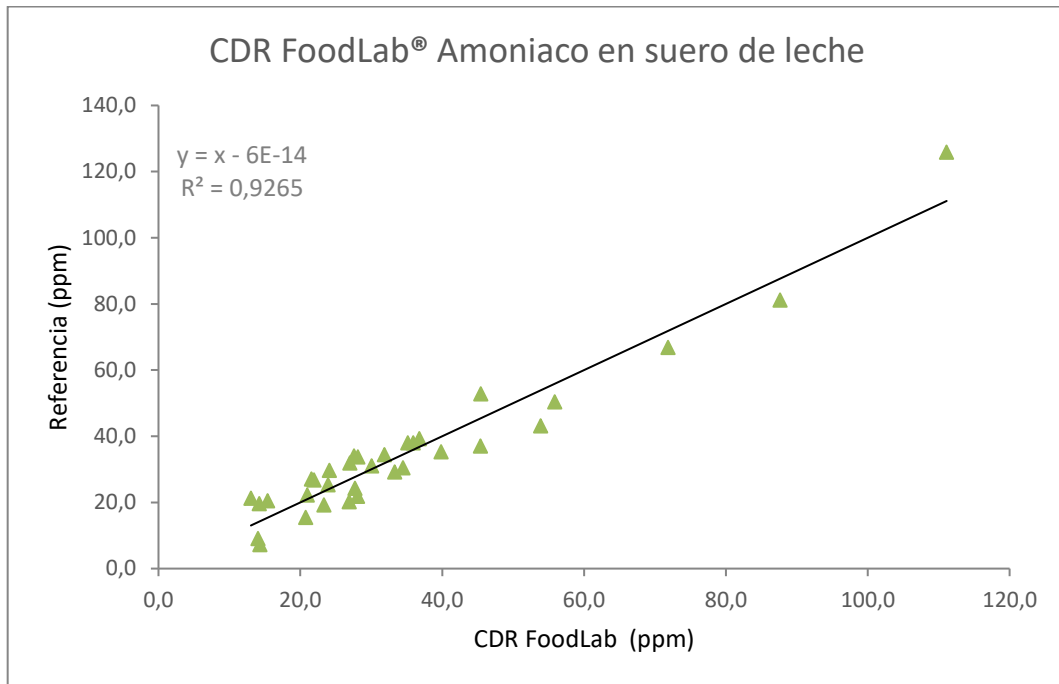


Figura 6: Relación entre los resultados instrumentales y de referencia en ppm de amoniaco

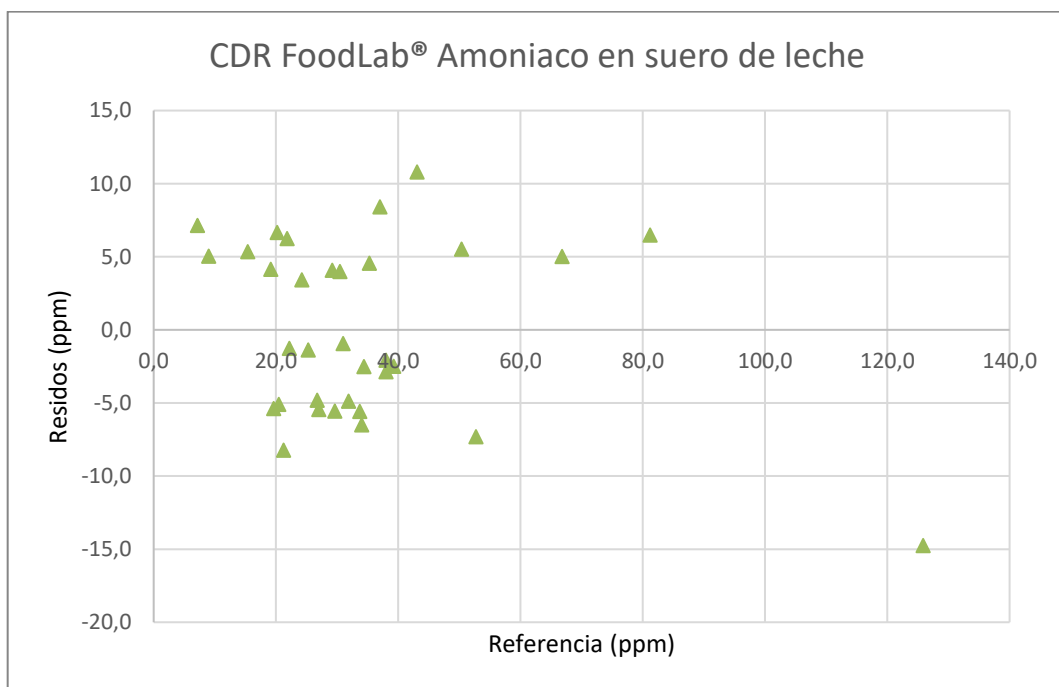


Figura 7: Residuos en regresión según los valores de referencia en ppm de amoniaco

Con respecto a la relación entre los resultados del método CDR FoodLab® (calculado a partir de la ecuación de regresión) y el método de referencia enzimático NF V 04-217, se observa lo siguiente:

- una desviación estándar residual de regresión $S_{y,x}$ de 4.2 ppm, que resulta en una precisión de la estimación de aproximadamente ± 8 ppm.

5. CONCLUSIÓN GENERAL

Al final de la evaluación de los modelos de lactosa en la leche (índice de medición 0.01 – 2 g/100 g), urea en leche y amoníaco en el suero de leche, se concluye que:

- el dispositivo CDR FoodLab® es fácil de usar debido a los procesos de funcionamiento que se integran con los métodos.
- No se observaron problemas recurrentes durante las pruebas con el dispositivo CDR FoodLab®. Sin embargo, se debe considerar la importancia de la toma de muestras y el agregado de reactivos que se realizan con una pipeta. Se debe usar la pipeta con elevada precisión para no generar problemas en el desempeño.
- En cuanto al desempeño del instrumento, se observa lo siguiente:
 - para la determinación de lactosa en leche sin lactosa, una mayor repetibilidad que los métodos estándares ($Sr\% = 2.44$ vs 0.44 para el método ISO 22662 y 0.74 para el método ISO 26462) y una corrección que permiten obtener una precisión de la estimación < 0.1 g/100 g (0.09 g/100 g);
 - para la determinación de urea en leche, una repetibilidad en la misma medida que en el método de referencia y una precisión de la estimación del ± 28 mg/l;
 - para la determinación de amoníaco en el suero de la leche, una repetibilidad notablemente mejor que la del método estándar NF V 04-217 (1.59 ppm vs 2.5 ppm) y una precisión de la estimación en la medida de ± 8 ppm en el tipo de producto (para un rango de valor de aproximadamente 12 a 113 ppm)

6. FIGURAS

Figura 1: CDR FoodLab®	1
Figura 2: Relación entre los resultados instrumentales y de referencia en g/100g de lactosa	6
Figura 3: Residuos en regresión según los valores de referencia en mg/100 g de lactosa.....	6
Figura 4: Relación entre los resultados instrumentales y de referencia en mg/l urea	9
Figura 5: Residuos en regresión según los valores de referencia en mg/l de urea	9
Figura 6: Relación entre los resultados instrumentales y de referencia en ppm de amoniaco.....	12
Figura 7: Residuos en regresión según los valores de referencia en ppm de amoniaco	12

7. TABLAS

Tabla 1 : Nivel de lactosa en las muestras utilizadas para la evaluación de la estabilidad	4
Tabla 2 : CRD FoodLab® estabilidad de lactosa	4
Tabla 3 : CRD FoodLab® repetibilidad de lactosa.....	5
Tabla 4 : criterio sobre la precisión de lactosa CDR FoodLab®	5
Tabla 5 : Nivel de urea en las muestras utilizadas para la evaluación de la estabilidad	7
Tabla 6 : CRD FoodLab® estabilidad de urea	7
Tabla 7 : CRD FoodLab® repetibilidad de urea.....	8
Tabla 8 : CDR FoodLab® criterio sobre la precisión de urea	8
Tabla 9 : Nivel de amoniaco en las muestras utilizadas para la evaluación de la estabilidad	10
Tabla 10 : CRD FoodLab® estabilidad de amoniaco	10
Tabla 11 : CRD FoodLab® repetibilidad de amoniaco	11
Tabla 12 : CDR FoodLab® criterios de precisión del amoniaco	11