

RAPPORT D'ÉVALUATION DE L'ANALYSEUR
CDR FoodLab®



Figure 1 : CDR FoodLab®



A. Oudotte, Ph. Trossat
Juillet – Août 2019

SOMMAIRE

1. INTRODUCTION.....	3
1.1- OBJECTIFS.....	3
1.2- L'APPAREIL.....	3
1.3- CONSOMMABLES.....	3
1.4- LES TESTS	3
2. DETERMINATION DE LA TENEUR EN LACTOSE DU LAIT	4
2.1- Evaluation de la stabilité de l'appareil	4
2.2- Evaluation de la répétabilité de l'appareil	5
2.3- Evaluation de la justesse de l'appareil	5
3. DETERMINATION DE LA TENEUR EN UREE DU LAIT.....	7
3.1- Evaluation de la stabilité de l'appareil	7
3.2- Evaluation de la répétabilité de l'appareil	8
3.3- Evaluation de la justesse de l'appareil	8
4. DETERMINATION DE LA TENEUR EN AMMONIAC DU LACTOSERUM	10
4.1- Evaluation de la stabilité de l'appareil	10
4.2- Evaluation de la répétabilité de l'appareil	11
4.3- Evaluation de la justesse de l'appareil	11
5. CONCLUSION GENERALE.....	13
6. FIGURES	14
7. TABLEAUX	14

1. INTRODUCTION

1.1- OBJECTIFS

La société CDR a sollicité ACTALIA Cecalait pour évaluer les performances de l'appareil CDR FoodLab® sur le lait et les produits laitiers. Les paramètres et matrices suivants ont été évalués :

- L'urée dans le lait
- Le lactose dans le lait dé lactosé (gamme de mesure 0,01 à 2 g/100g)
- L'ammoniac dans le lactosérum

1.2- L'APPAREIL

CDR FoodLab® est un analyseur photométrique polyvalent permettant la détermination d'un large panel de critère chimique dans les produits alimentaires. L'appareil est équipé de sources LED, de cellules de lecture et d'incubation thermostatées à 37°C permettant la réalisation de 16 déterminations en parallèle.

L'appareil utilise pour cette étude possédait les caractéristiques ci-dessous :

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.

1.3- CONSOMMABLES

Les réactifs utilisés pour l'étude étaient les suivants :

- Kit de réactif 300010 pour le lactose
- Kit de réactif 300054 pour l'ammoniac
- Kit de réactif 300004 pour l'urée

Les réactifs sont prêts à l'emploi et conditionnés en sachet de 10 tests. Ils ont une durée de conservation d'un an.

1.4- LES TESTS

Les essais d'évaluation ont été réalisés au laboratoire de physico-chimie d'ACTALIA Cecalait en Juillet 2019 : déterminations sur l'analyseur CRD FoodLab®, déterminations selon la méthode de référence NF EN ISO 14637 pour l'urée et selon la méthode NF V 04-217 pour l'ammoniac.

Les analyses de référence par la méthode HPLC pour le lactose ont été réalisées à ACTALIA Contrôle et Qualité site de Villers Bocage.

Les essais d'évaluation ont porté sur les points suivants :

- Stabilité de l'appareil pour chaque paramètre
- Répétabilité et justesse de la méthode

Les données brutes d'absorbance du CDR FoodLab® ont été utilisées pour cette évaluation.

Les absorbance ont été ensuite converties en taux à l'aide des valeurs de références obtenus dans le cadre de l'étude de justesse pour chaque paramètre.

L'évaluation de la justesse de chaque paramètre ne pourra donc se faire que sur la base de l'écart type résiduel de régression $S_{y,x}$ et de la précision d'estimation $\pm 2.S_{y,x}$. En effet, du fait de cette approche, l'équation de régression de justesse obtenus sur la base des taux amène à une pente de régression à 1,00 et une ordonnée à l'origine égale à 0.

2. DETERMINATION DE LA TENEUR EN LACTOSE DU LAIT

2.1- Evaluation de la stabilité de l'appareil

La stabilité a été réalisée par l'analyse de 2 échantillons de lait présentant des teneurs en lactose différentes (tableau 1). Les laits sont issus du mélange de 2 laits UHT de consommation : un lait à teneur réduite en lactose 2,7 % et un lait délactosé < 0,1 g/100ml, additionné d'un conservateur (bronopol 0,02%). Les analyses ont été réalisées en double toutes les 15 minutes afin d'obtenir au moins 10 cycles de mesure.

Tableau 1 : Niveau en lactose des échantillons utilisés pour l'évaluation de la stabilité

	Niveau 1	Niveau 2
Lactose (g/100g)	0,80	1,50

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

Le tableau ci-dessous présente les résultats obtenus :

Tableau 2 : 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

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 % environ 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 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.

2.2- Evaluation de la répétabilité de l'appareil

La répétabilité de l'appareil a été réalisée par l'analyse en double de 26 échantillons de lait issus du mélange de 2 laits UHT (cf 2.1) additionné de conservateur (bronopol 0,02%). Les échantillons avaient une teneur en lactose comprise entre 0,01 et 2 g/100g.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 3 : CDR FoodLab® répétabilité lactose²

	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

Sur la gamme de mesure de 0,16 à 1,63 g/100, on peut observer un écart type de répétabilité de 0,017 g/100g.

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.

2.3- Evaluation de la justesse de l'appareil

L'évaluation de la justesse par rapport à la méthode HPLC a été réalisée avec les mêmes échantillons de lait que ceux utilisés pour l'évaluation de la répétabilité (cf 2.2).

La justesse a été évaluée sur 26 échantillons après élimination des échantillons présentant des valeurs de référence aberrantes (élimination des échantillons sur la base des résidus à la régression supérieurs à 2 x écart type des écarts des résidus à la régression : seuil de 5%).

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

Tableau 4 : Critère de justesse CDR FoodLab® lactose³

	CDR FoodLab® Lactose (g/100g)
n	26
min	0,179
max	1,621
Y	0,692
X	0,692
Sy	0,405
Sx	0,408
Sd	0,044
Sy,x	0,045

² 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.

³ 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.

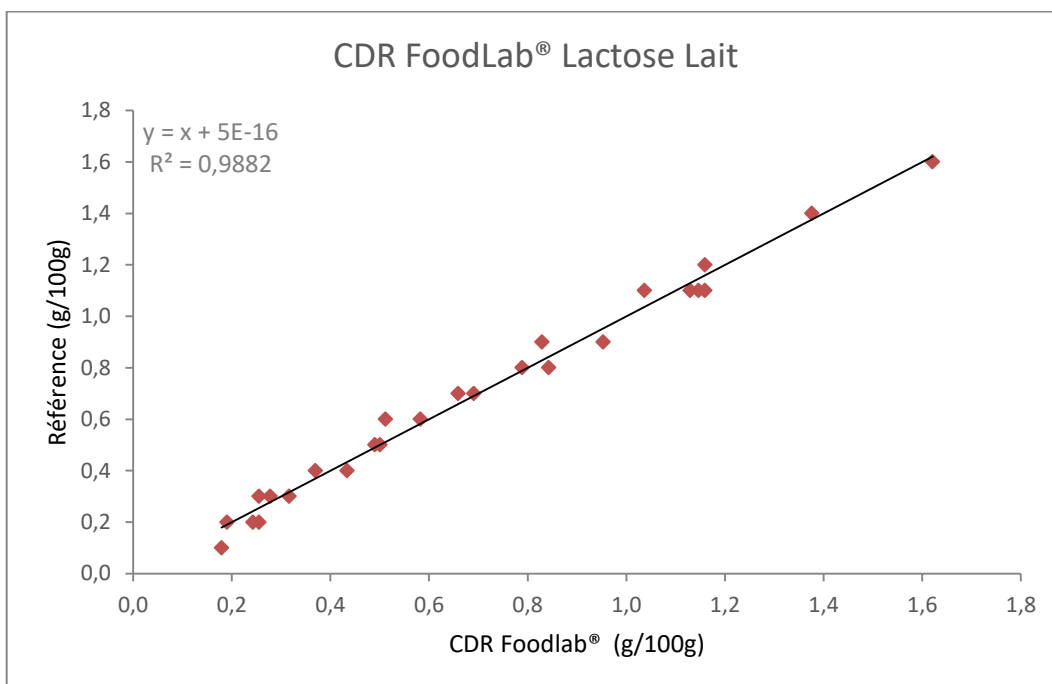


Figure 2 : Relation entre les résultats instrumentaux et références en g/100g de lactose

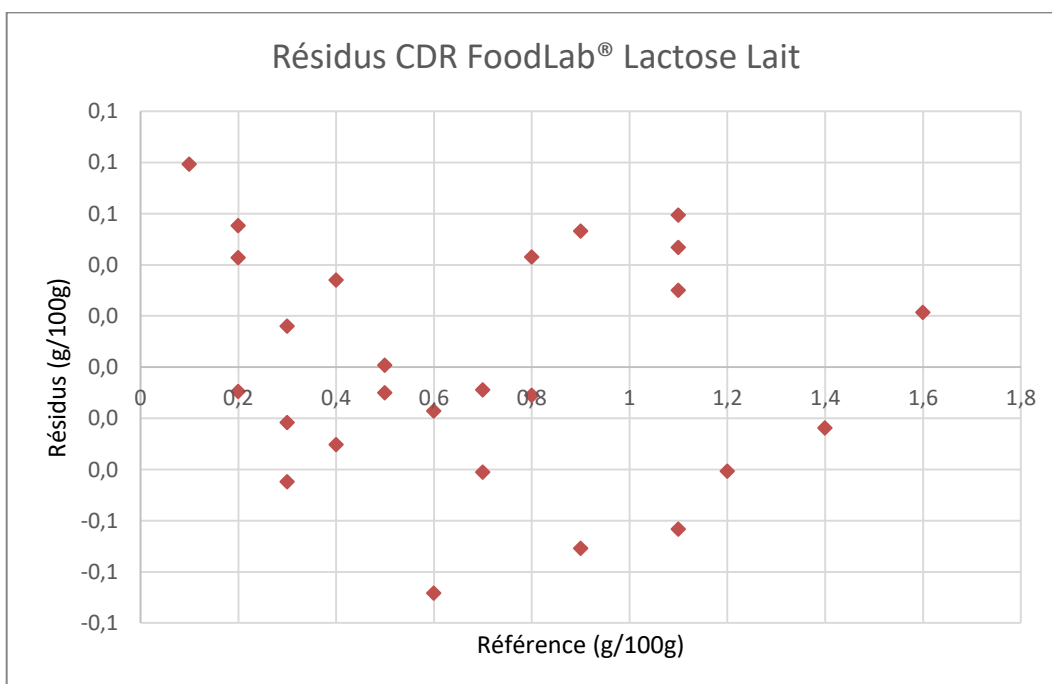


Figure 3 : Résidus à la régression en fonction des valeurs de référence en mg/100g de lactose

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 HPLC, on peut observer l'élément suivant :

- On observe 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.

3. DETERMINATION DE LA TENEUR EN UREE DU LAIT

3.1- Evaluation de la stabilité de l'appareil

La stabilité a été réalisée par l'analyse de 3 échantillons de lait entier additionné de conservateur (bronopol 0,02%), avec des teneurs en urée différentes, en double toutes les 15 minutes afin d'obtenir au moins 10 cycles de mesure. Les échantillons utilisés étaient des ETG Urée ACTALIA Cecalait.

Tableau 5 : Niveau en urée des échantillons utilisés pour l'évaluation de la stabilité

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
Urée (mg/l)	180	500	800

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

Le tableau ci-dessous présente les résultats obtenus :

Tableau 6 : CRD FoodLab® stabilité urée⁴

	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

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.

⁴ 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.

3.2- Evaluation de la répétabilité de l'appareil

La répétabilité de l'appareil a été réalisée par l'analyse en double de 34 échantillons de lait ayant une teneur comprise entre 170 et 800 mg/l d'urée. Les échantillons étaient des laits crus additionnés de conservateur (bronopol 0,02%) : 5 échantillons ETG urée ACTALIA Cecalait et 29 laits de tank en provenance de la région Franche-Comté.

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

Tableau 7 : CRD FoodLab® répétabilité urée⁵

	n	Min	Max	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
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

La répétabilité r obtenue de 19,6 mg/l est légèrement plus élevée que celle de la méthode de référence NF EN ISO 14637 ($r \leq 15$ mg/l soit Sr 5,42 mg/l).

3.3- Evaluation de la justesse de l'appareil

L'évaluation de la justesse par rapport à la méthode par pH-métrie différentielle NF EN ISO 14637 a été réalisée avec les mêmes échantillons de lait que ceux utilisés pour l'évaluation de la répétabilité (cf 3.2).

La justesse a été évaluée sur 34 échantillons après élimination des échantillons présentant des valeurs de référence aberrantes (élimination des échantillons sur la base des résidus à la régression supérieurs à 2 x écart type des écarts des résidus à la régression : seuil de 5%).

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

Tableau 8 : Critère de justesse CDR FoodLab® urée⁶

	CDR FoodLab® Urée (mg/l)
n	34
min	173,79
max	834,04
Y	313,78
X	313,78
Sy	130,52
Sx	131,26
Sd	13,944
Sy,x	14,160

⁵ 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.

⁶ 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.

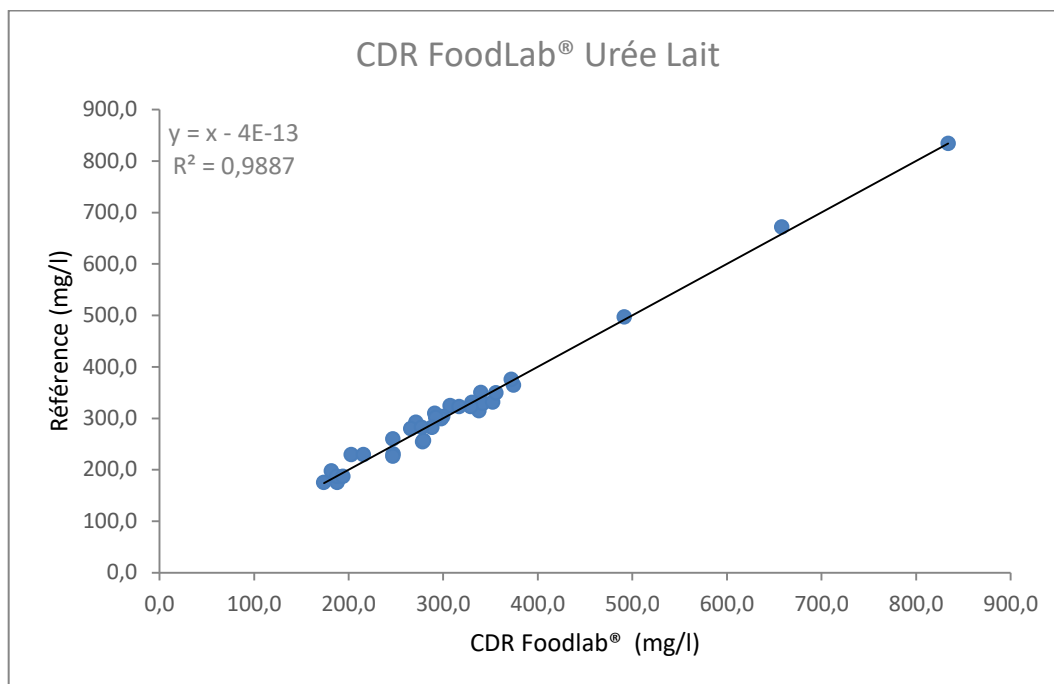


Figure 4 : Relation entre les résultats instrumentaux et références en mg/l d'urée

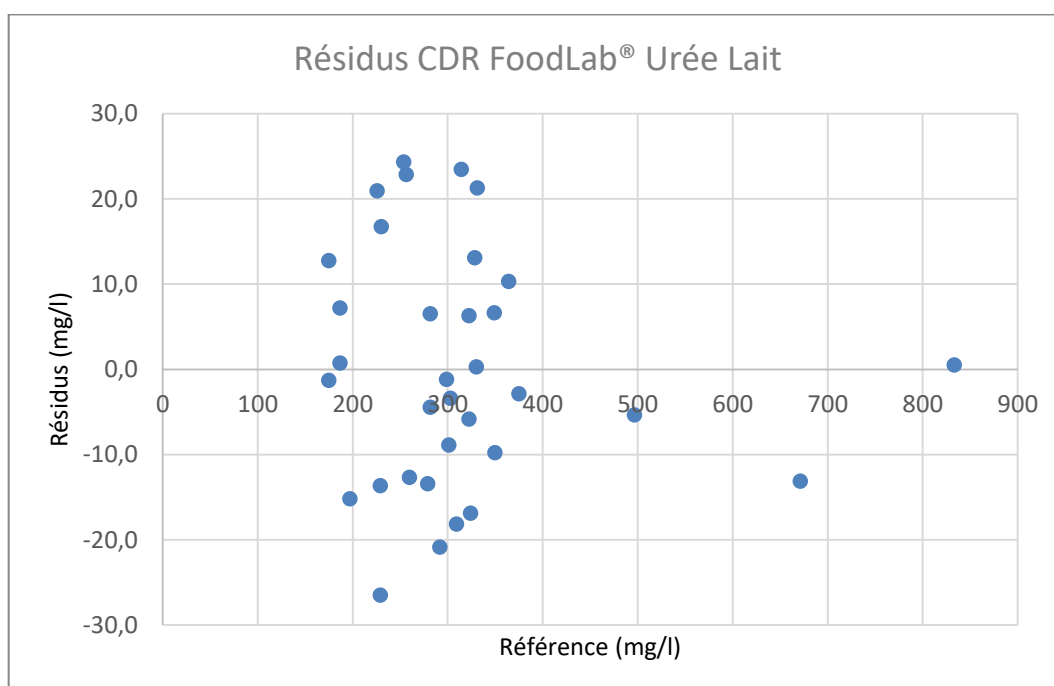


Figure 5 : Résidus à la régression en fonction des valeurs de référence en mg/l d'urée

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 par pH-métrie différentielle NF EN ISO 14637, on peut observer l'élément suivant :

- On observe un écart type résiduel de régression $S_{y,x}$ de 14,2 mg/l amenant ainsi une précision d'estimation de ± 28 mg/l.

4. DETERMINATION DE LA TENEUR EN AMMONIAC DU LACTOSERUM

4.1- Evaluation de la stabilité de l'appareil

La stabilité a été réalisée par l'analyse de 3 échantillons de lactosérum additionné de conservateur (bronopol 0,02%), avec des teneurs en ammoniac différentes, en double toutes les 15 minutes afin d'obtenir au moins 10 cycles de mesure. Les échantillons utilisés sont des échantillons de lactosérum provenant de la région Franche-Comté.

Tableau 9 : Niveau en ammoniac des échantillons utilisés pour l'évaluation de la stabilité

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
Ammoniac (ppm)	20	30	50

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

Le tableau ci-dessous présente les résultats obtenus :

Tableau 10 : CDR FoodLab® stabilité ammoniac⁷

	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

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.

⁷ 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.

4.2- Evaluation de la répétabilité de l'appareil

La répétabilité de l'appareil a été réalisée par l'analyse en double de 33 échantillons de lactosérum ayant une teneur comprise entre 12 et 113 ppm d'ammoniac. Les échantillons étaient des lactosérums provenant de la région Franche-Comté additionné de conservateur (bronopol 0,02%).

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

Tableau 11 : CDR FoodLab® répétabilité ammoniac⁸

	n	Min	Max	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
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

La répétabilité r obtenue à l'aide du CDR FoodLab® est de 1,59 ppm contre une valeur moyenne de 2,46 ppm sur la norme NF V 04 217 sur la plage de taux considéré.

4.3- Evaluation de la justesse de l'appareil

L'évaluation de la justesse par rapport à la méthode enzymatique NF V 04-217 a été réalisée avec les mêmes échantillons de lactosérum que ceux utilisés pour l'évaluation de la répétabilité (cf 4.2).

La justesse a été évaluée sur 33 échantillons après élimination des échantillons présentant des valeurs de référence aberrantes (élimination des échantillons sur la base des résidus à la régression supérieurs à 2 x écart type des écarts des résidus à la régression : seuil de 5%).

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

Tableau 12 : Critère de justesse CDR FoodLab® ammoniac⁹

	CDR FoodLab® Ammoniac (ppm)
n	33
min	13,03
max	111,12
Y	34,58
X	34,58
Sy	21,38
Sx	22,21
Sd	6,020
Sy,x	6,116

⁸ 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.

⁹ 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

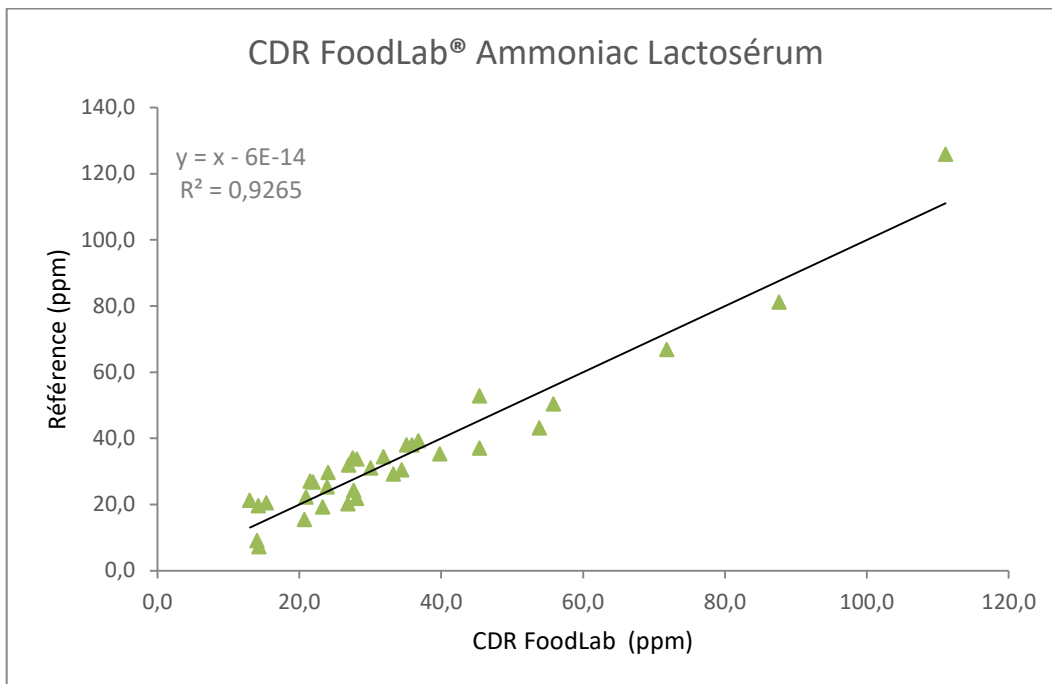


Figure 6 : Relation entre les résultats instrumentaux et références en ppm d'ammoniac

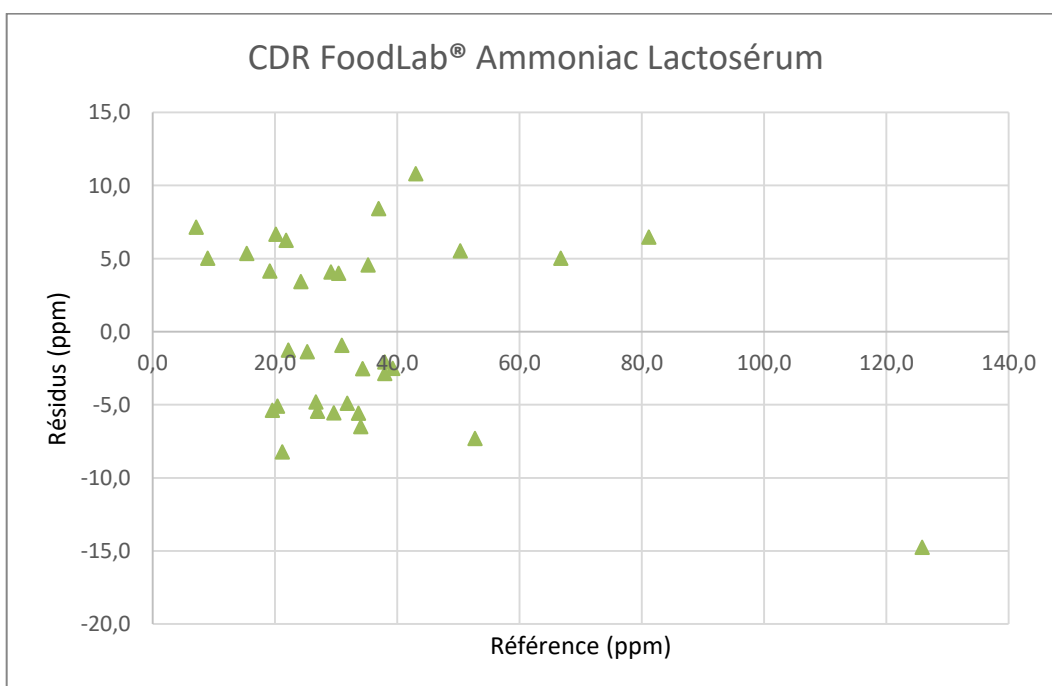


Figure 7 : Résidus à la régression en fonction des valeurs de référence en ppm d'ammoniac

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 enzymatique NF V 04-217, on peut observer l'élément suivant :

- On observe un écart type résiduel de régression $S_{y,x}$ de 4,2 ppm amenant ainsi une précision d'estimation de ± 8 ppm environ.

5. CONCLUSION GENERALE

A l'issue de l'évaluation des modèles lactose du lait (gamme de mesure 0,01 – 2 g/100g), 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 délactosés, une répétabilité supérieure aux méthodes normalisées ($Sr\% = 2,44$ 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)

6. FIGURES

Figure 1 : CDR FoodLab®	1
Figure 2 : Relation entre les résultats instrumentaux et références en g/100g de lactose	6
Figure 3 : Résidus à la régression en fonction des valeurs de référence en mg/100g de lactose	6
Figure 4 : Relation entre les résultats instrumentaux et références en mg/l d'urée	9
Figure 5 : Résidus à la régression en fonction des valeurs de référence en mg/l d'urée	9
Figure 6 : Relation entre les résultats instrumentaux et références en ppm d'ammoniac	12
Figure 7 : Résidus à la régression en fonction des valeurs de référence en ppm d'ammoniac	12

7. TABLEAUX

Tableau 1 : Niveau en lactose des échantillons utilisés pour l'évaluation de la stabilité	4
Tableau 2 : CRD FoodLab® stabilité lactose	4
Tableau 3 : CDR FoodLab® répétabilité lactose	5
Tableau 4 : Critère de justesse CDR FoodLab® lactose	5
Tableau 5 : Niveau en urée des échantillons utilisés pour l'évaluation de la stabilité	7
Tableau 6 : CRD FoodLab® stabilité urée	7
Tableau 7 : CRD FoodLab® répétabilité urée	8
Tableau 8 : Critère de justesse CDR FoodLab® urée	8
Tableau 9 : Niveau en ammoniac des échantillons utilisés pour l'évaluation de la stabilité	10
Tableau 10 : CDR FoodLab® stabilité ammoniac	10
Tableau 11 : CDR FoodLab® répétabilité ammoniac	11
Tableau 12 : Critère de justesse CDR FoodLab® ammoniac	11