

ETUDE DE VALIDATION :

Dosage automatisé des matières grasses totales (HYDROTHERM) ISO 8262-1

B. J. Bench, Wade Whittington, Markus Kranz, Frank Guerrera



Article technico-scientifique

B. J. Bench^{1,2}, Wade Whittington^{1,2}, Markus Kranz³, Frank Guerrera⁴

1. Tyson Foods, Inc., Springdale (Arkansas), USA;
2. WBA Analytical Laboratories, Springdale (Arkansas), USA;
3. C. Gerhardt, Königswinter, Deutschland;
4. Lab Synergy, Goshen (New York), USA



Introduction

La matière grasse totale est un paramètre crucial de l'analyse des aliments. Lorsque les acides gras sont liés à des glycérides, des stérides, des acides glycoliques ou des phospholipides, l'hydrolyse est nécessaire. Celle-ci rompt les parois cellulaires, dissout les émulsions de matières grasses et les liaisons protéines-lipides.

Il existe plusieurs méthodes AOAC pour diverses matrices qui intègrent l'hydrolyse acide ou alcaline afin de réaliser la libération totale de matière grasse à partir de divers produits, puis une extraction totale des matières grasses par des éthers mixtes. Ces méthodes AOAC exigent beaucoup de main-d'œuvre, avec des variations dans la reproductibilité selon les matrices. L'HYDROTHERM est un système d'hydrolyse acide entièrement clos et automatisé, selon la méthode gravimétrique Weibull-Berntrop ISO 8262-1. Combinée avec le SOXTHERM® (extraction de Soxhlet rapide), l'analyse des matières grasses dans les produits alimentaires est entièrement automatisée et nécessite un minimum de travail.

Les données HYDROTHERM présentées dans cette étude de validation sont comparées aux données de la méthode AOAC 922.06 qui est une digestion acide manuelle utilisant l'extraction par tube Mojonnier pour l'hydrolyse acide. Un homogénat de viande NIST 1546 (n=36) a été analysé à l'aide des deux méthodes. Les résultats obtenus avec l'HYDROTHERM étaient équivalents à ceux de la méthode AOAC. 21 produits, y compris le fromage, les soupes / sauces, les viandes (cruées/cuites, charcuterie, panées), des friandises pour animaux de compagnie, des tortillas et des tacos ont été analysés. L'HYDROTHERM s'est avéré avoir une plus grande efficacité d'hydrolyse que la méthode AOAC.

L'utilisation de l'HYDROTHERM pour l'hydrolyse acide automatisée permet d'obtenir une bonne répétabilité, une productivité élevée, des résultats précis et une applicabilité universelle.

Objectifs

- Valide l'utilisation de l'HYDROTHERM par rapport à la méthode AOAC 922.06 pour accomplir l'hydrolyse des acides gras avant l'extraction des graisses par SOXTHERM®
- Améliore la sécurité liée à l'exposition à l'acide
- Économise les locaux (espace de la hotte), laboratoire et fournitures
- Démonstre une bonne répétabilité, une productivité élevée et des résultats précis

Méthodes

Peser 2-3 grammes d'échantillon dans un papier pour pesées HYDROTHERM (C. Gerhardt, n° 1004939). Placer l'échantillon dans le bécher HYDROTHERM et ajouter ½ cuillère à café de cé-lite. Placer les filtres HYDROTHERM (C. Gerhardt n° 1004092) dans l'entonnoir de collecte correspondant. Lancer un programme HYDROTHERM en utilisant de l'acide chlorhydrique à 15% comme réactif d'hydrolyse. Après la fin du programme HYDROTHERM, retirer les filtres et les sécher pendant 30 minutes à 100 ° C. Placer les filtres séchés dans la cartouche en cellulose pour l'extraction. Tarer les béchers d'extraction. Placer les cartouches dans les béchers correspondants. Ajouter 90-100 ml d'éther de pétrole dans le bécher et extraire sur le SOXTHERM®. Après l'extraction, retirer les cartouches et sécher les béchers pendant 30 minutes à 100 ° C. Laisser refroidir et noter le poids final du bécher. La MG totale est calculée selon la méthode suivante :

$$\text{Matière grasse totale} = \frac{(\text{poids final du bécher} - \text{Tare}) * 100}{\text{Poids de l'échantillon}}$$

HYDROTHERM

HYDROTHERM est le seul système au monde à réaliser une hydrolyse acide automatisée pour la détermination traditionnelle de la graisse selon Weibull-Berntrop.

Les 21 matrices ont été répétées au minimum 9 fois avec chacune des deux méthodes.

Les données ont été statistiquement évaluées grâce à un test t apparié pour les différences moyennes, tandis qu'un test t général a été utilisé pour évaluer l'égalité de la variance au



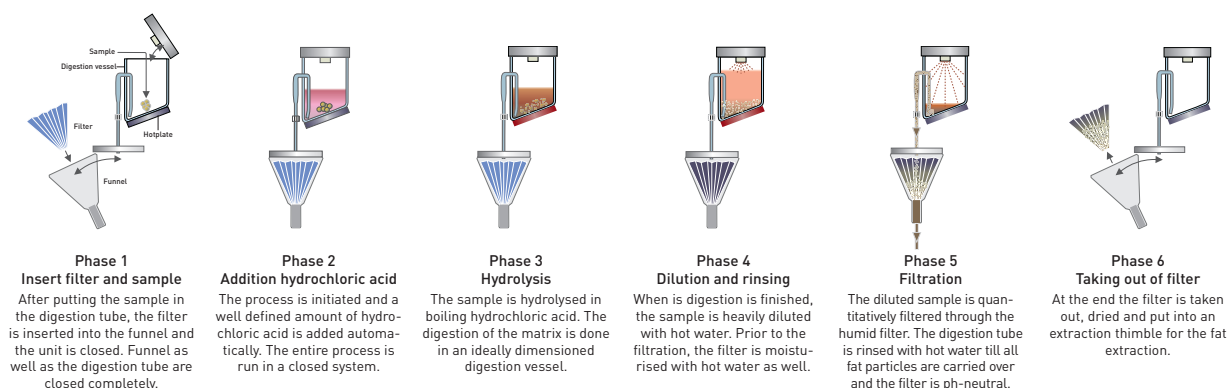
Résultats pour les comparaisons matricielles

Produit	HYDROTHERM		Méthode 922.06	
	Moyenne	σ	Moyenne	σ
Alfredo (n=9)	22,6	7,14	22,9	7,48
Base Alfredo (n=9)	13,7	0,37 ^y	13,1	1,56 ^z
Sauce Alfredo (n=19)	23,3	5,40	23,7	5,76
Chips (n=10)	18,7	0,82	19,0	0,73
Cartilage de poulet haché (n=12)	11,2	1,75	11,1	1,64
Friandises pour animaux domestiques (n=45)	10,8 ^a	4,31	7,7 ^b	4,03
Rôti de bœuf (n=9)	12,5 ^a	1,20	10,6 ^b	0,91
Queso blanco (n=17)	13,2 ^a	1,23	12,4 ^b	1,72
Poulet pané (n=25)	8,7	1,36	8,7	1,09
Cartilage de poulet (n=10)	7,9	1,99	7,2	1,46
Chicken Nugget (n=86)	13,7 ^a	2,04	12,8 ^b	2,34
Galettes de poulet (n=45)	5,3 ^a	1,70	4,3 ^b	1,35
Bâtonnets de poulet panés (n=45)	10,1 ^a	1,66	9,3 ^b	2,07
Boulette de viande (n=69)	18,6 ^a	4,24	18,1 ^b	4,31
Popcorn Chicken (n=38)	14,2	2,11	14,3	2,20
Soupe aux pommes de terre (n=9)	8,3	0,56	7,9	0,82
Poulet cru (n=21)	6,4 ^a	5,05	5,7 ^b	4,97
Saucisse (n=9)	33,2	1,71	32,7	2,11
Viande pour tacos (n=10)	13,4	2,27	12,7	2,77
Tacos (n=36)	20,6 ^a	1,49	21,2 ^b	1,87
Tortilla (n=51)	7,6	1,25	7,4	1,52

^{ab} Les moyennes différaient au sein de la même série avec des exposants différents ($P \leq 0,05$).

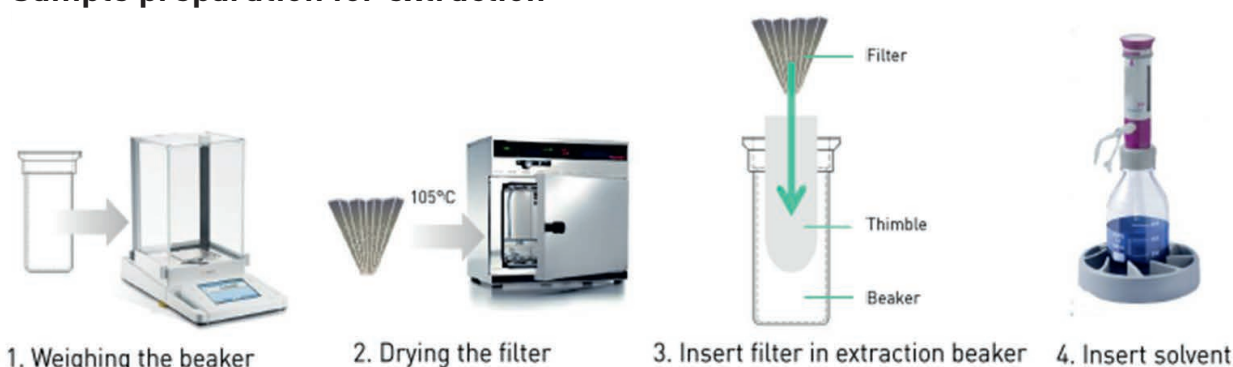
^{yz} Les écarts-types différaient au sein de la même série avec des exposants différents ($P \leq 0,05$).

Hydrolysis



Time: appr. 90 min.

Sample preparation for extraction



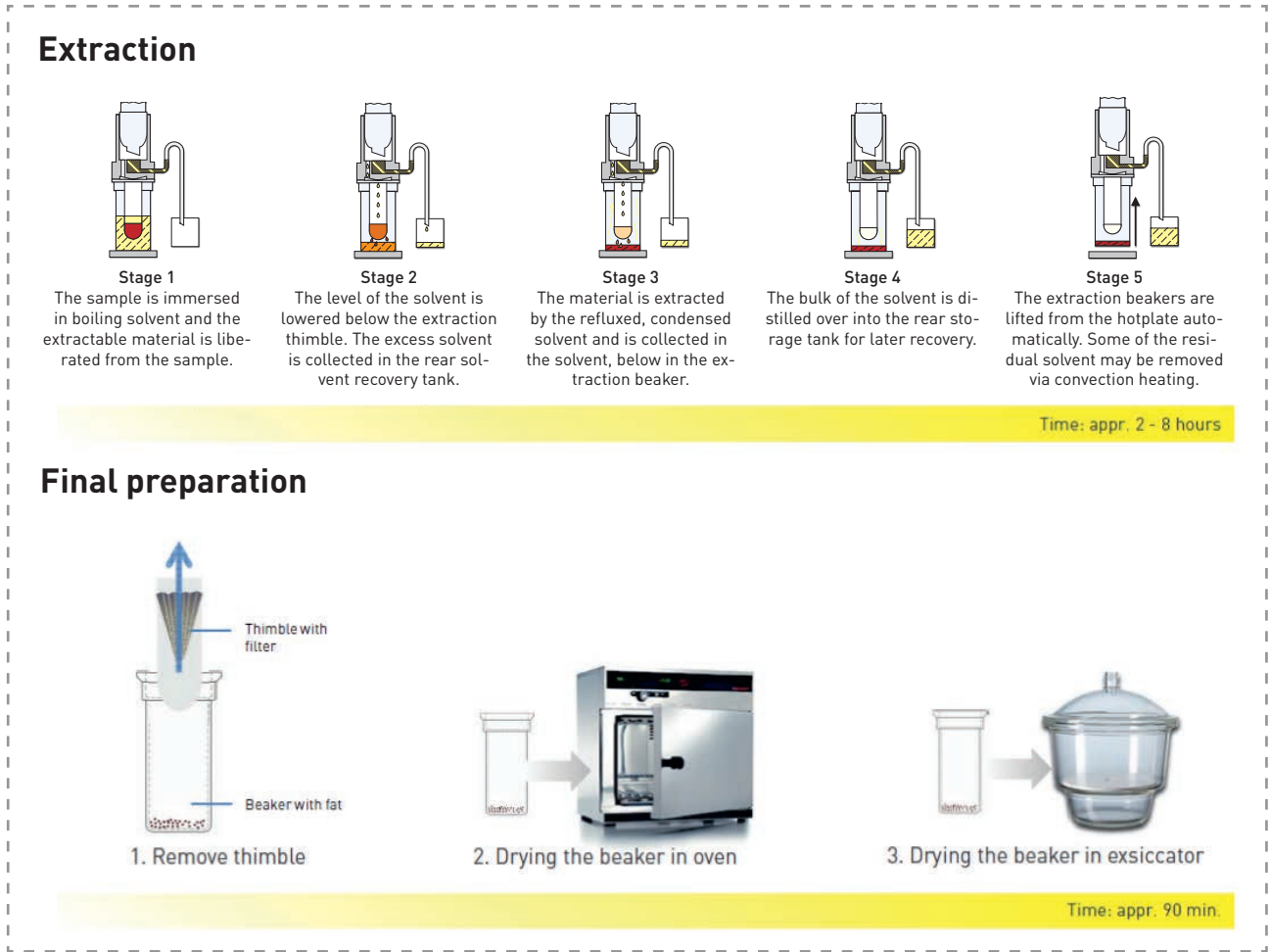
Time: appr. 30-60 min.

sein de chaque méthode, par type de produit. La plus grande différence a été observée pour les friandises pour animaux domestiques. Dans tous les cas, la méthode HYDROTHERM présentait des valeurs moyennes plus élevées que la méthode AOAC 922.06. En outre, dans seulement 1 cas, la variation déterminée était différente au sein du type de produit pour les méthodes, à savoir la base Alfredo.

SOXTHERM®

Le principe SOXTHERM® simplifie et accélère la méthode Soxhlet traditionnelle significativement. Il correspond aux normes internationales et nationales ainsi qu'aux normes d'extraction.





Améliorations majeures en matière de sécurité

- HYDROTHERM et SOXTHERM® sont des systèmes fermés qui ne nécessitent pas l'utilisation de hottes.
- L'élimination des déchets dangereux inflammables permet à la combinaison HYDROTHERM et SOXTHERM® d'être

plus écologique et plus respectueuse de l'environnement.

- HYDROTHERM permet de réduire nettement l'exposition des techniciens aux vapeurs nocives des acides / des solvants.

Sujets de discussion

- Quelle est la teneur exacte en graisses
- Différentes méthodes d'hydrolyse acide

Résultats pour ISO : validation 17025

Matrice	n	Moyenne % (HT)	Écart-type (HT)	Moyenne % (AOAC)	Écart-type (AOAC)
Homogénat de viande NIST 1546 (valeur COA = 21%)	36	21,15	1,04	21,24	1,02
QC interne	61	27,45	0,64	26,22	0,92
Filet de poulet	20	4,34	0,15	4,11	0,22
Tortilla	20	7,66	0,17	7,16	0,2
Bacon cru	20	33,39	0,61	31,67	1,64

Résultats des essais d'aptitude

ID programme/échantillon	Résultat du laboratoire	Moyenne	Écart-type	Score standard
AAFCO/Moulée veau jeune	4,6	4,6253	0,46397	-0,05
AAFCO/Nourriture sèche pour chiens	9,425	9,6576	0,41083	-0,57
AAFCO/Farine de gluten	4,96	4,9295	0,39613	0,08
AAFCO/Moulée croissance veau	4,555	4,5781	0,55513	-0,04
AAFCO/Moulée croissance bovins	4,855	5,12	0,44344	-0,6
AAFCO/Moulée croissance porcins	4,495	4,4269	0,40048	0,17
AAFCO/Aliment bovins en granulés	6,32	6,4767	0,49843	-0,31
AAFCO/Alimentation Aliment jeunes porcs d'exposition	5,995	6,4948	0,56559	-0,88
LGC/Échantillon à base de céréales	10,02	9,86	0,386	0,4
LGC/Échantillon à base de viande	26,17	26,19	1,047	-0,02
LGC/Échantillon à base de viande	14,59	14,76	0,59	-0,29

AAFCO – The Association of American Feed Control Officials

LGC – LGC Standards, fournisseur de programmes d'essais d'aptitude homologué ISO

- Méthodes internationales Weibull-Stoldt et Weibull-Berntrop
- Tendances mondiales – méthodes et laboratoires
- Méthodes pour différents types d'applications et d'échantillons
- Procédure Rose-Gottlieb; la procédure Schmid-Bondzynski-Ratzlaff - voir Introduction ISO 8262:20054
- Importance de la préparation des échantillons

meilleure performance globale sur l'extraction de la graisse totale que la méthode AOAC 922.06.

La main-d'œuvre totale est réduite de 75% grâce à l'utilisation de la méthode automatisée HYDROTHERM/SOXTHERM® par rapport à la méthode manuelle AOAC 922.06.

Le coût total des matériaux et des produits chimiques par échantillon a été réduit de 22% grâce à l'utilisation de la méthode HYDROTHERM / SOXTHERM.

Conclusion

Statistiquement, la méthode HYDROTHERM a obtenu des résultats équivalents à la méthode AOAC 922.06 sur l'échantillon d'homogénat de viande NIST 1546 à valeur connue.

Statistiquement, l'HYDROTHERM a obtenu des résultats équivalents ou meilleurs que l'AOAC 922.06 sur les produits à faible teneur, à teneur moyenne et à teneur élevée en graisses (n = 20), avec un meilleur écart-type et un meilleur coefficient de variation sur les trois niveaux.

Sur la base des résultats moyens de tous les produits, la méthode HYDROTHERM montre une

Références

1. Méthode AOAC 922.06, « Graisse dans la farine. »
2. Méthode AOAC 991.36, « Graisse crue dans les viandes. »
3. Note d'application Gerhardt B.1.3.HT, « Graisse totale dans la viande et les produits à base de viande. »
4. ISO 8262:2005 et IDF 124-1:2005, produits laitiers et aliments à base de lait - Détermination de la teneur en graisses par la méthode gravimétrique Weibull-Berntrop (méthode de référence) ; p. VI

C. Gerhardt – Qualité et fiabilité

AUTOMATISER LES METHODES REFERENCES

Les systèmes d'analyse de laboratoire entièrement automatiques de C. Gerhardt sont des appareils extrêmement évolués. Ils automatisent les processus d'analyse récurrents conformément aux standards et normes nationaux et internationaux appropriés. Ils fournissent rapidement des résultats d'analyse précis et reproductibles, à moindre coût, tout en préservant les ressources.

+ HYDROLYSE ENTIÈREMENT AUTOMATIQUE

HYDROTHERM – Système d'hydrolyse acide automatique pour la détermination des matières grasses selon Weibull-Stoldt. En association avec SOXTHERM®, HYDROTHERM est une solution système idéale pour la détermination des matières grasses totales.

+ EXTRACTION DES MATIÈRES GRASSES ENTIÈREMENT AUTOMATIQUE

SOXTHERM® – Système d'extraction automatique rapide pour la détermination des matières grasses.

+ DÉTERMINATION DE L'AZOTE ENTIÈREMENT AUTOMATIQUE

DUMATHERM® – Détermination de l'azote/des protéines à partir d'échantillons solides et liquides selon la méthode de combustion de Dumas. Une alternative confortable et rapide à la méthode classique Kjeldahl pour presque toutes les matrices.

+ EXTRACTION DE CELLULOSE BRUTE TOTALEMENT AUTOMATIQUE

FIBRETHERM® - déroulement totalement automatique des opérations d'hydrolyse et de filtration lors de la détermination de la cellulose brute et des résidus ADF et NDF.

Date 10/3/2016 | Sous réserve de modifications techniques

