

# DOSAGE DE LA MATIERE GRASSE DU LAIT PAR MIR :

## Synthèse sur l'usage comparé du filtre A et du filtre B

Les dosages des composants du lait (MG et protéines) par spectrométrie en moyen infra-rouge sont agréés officiellement pour le paiement des laits, moyennant une utilisation conforme des appareillages. Dans un même laboratoire, l'élargissement des zones de collecte entraîne une variabilité plus importante de la composition de la matière grasse des laits analysés et impose une multiplication des étalonnages matière grasse avec le filtre A alourdissant la gestion des réglages. Disposer d'une méthode de dosage moins sensible à ce type de variation peut apparaître de plus en plus souhaitable. La précision du dosage de la matière grasse selon les filtres A ou B des appareils infrarouge évalué sur un grand nombre d'essais a démontré que l'utilisation du filtre B apporte un gain de précision de l'ordre de 40%, en raison d'une moindre sensibilité aux facteurs de variation de la composition des laits. Le filtre B se présente donc comme une bonne alternative pour les laboratoires laitiers.

La spectrométrie moyen infra-rouge est utilisée depuis le début des années soixante-dix par les laboratoires interprofessionnels laitiers pour les dosages de matière grasse et de protéines en vue du paiement des laits de producteurs selon leur composition.

La détermination des taux de matière grasse (taux butyreux ou TB) est réalisable au niveau de bandes spectrales autour de 5,73  $\mu\text{m}$  et 3,48  $\mu\text{m}$ , pouvant être sélectionnées respectivement par le filtre A et le filtre B des instruments de la gamme Foss Electric. Ces termes de filtres (ou types) A et B ont été étendus à tous appareils d'analyse infra-rouge et caractérisent le mode de dosage de la matière grasse.

Ces modes de dosage ont été agréés officiellement pour le paiement du lait par le Ministère de l'Agriculture sous condition d'une utilisation des appareils conforme aux directives et recommandations émises par la Commission Scientifique et Technique.

Ces instructions ont été diffusées au fur et à mesure de leur évolution dans les documents successifs émis par la CST (IRMA, Milkoscan 300, Norme d'utilisation des appareils infra-rouge de 1983, Manuel Infra-rouge du CNIEL). Elles correspondaient au contexte analytique interprofessionnel du moment caractérisé par des zones de collecte relativement homogènes car géographiquement limitées.

Ces conditions ont notablement évolué ces dernières années avec les regroupements de laboratoires, l'élargissement et l'interpénétration de zones de collecte ainsi qu'avec le développement des échanges commerciaux entre régions parfois éloignées. Les différents entre laboratoires et entreprises se faisant plus fréquents, la prise en compte de la diversité des provenances des laits dans l'étalonnage des appareils d'analyse apparaît maintenant incontournable.

En pratique, l'utilisation de méthodes sensibles aux effets de composition nécessite de multiplier le nombre des étalonnages, entraînant, outre un surcoût analytique sensible, des risques d'erreurs accrus en raison d'une gestion des réglages plus complexe.

Aussi, le choix d'une méthode de dosage peu sensible aux différences de composition apparaît-elle comme la solution optimale au problème posé.

### ❶ PARTICULARITES ANALYTIQUES DES MODES DE DOSAGE.

Les deux modes de dosage de la matière grasse (A ou B) sont inégalement précis et sensibles aux modifications de la composition fine de la matière grasse et de celle du lait en raison de sites d'absorption différents au sein des molécules constitutives de la matière grasse.

#### - Filtre A (5,73 $\mu\text{m}$ ) :

Sensibilité à la composition de la matière grasse :

L'absorption a lieu au niveau des liaisons esters des triglycérides (groupements carbonyles C=O). Aussi chaque molécule, quelle que soit sa taille (poids moléculaire élevé ou faible) absorbe-t-elle la même quantité d'énergie.

Ainsi, pour une même concentration de matière grasse, des molécules de faibles dimensions (acides gras courts) plus nombreuses que des molécules de poids moléculaires élevés, génèrent des résultats infra-rouge supérieurs. C'est généralement le cas des laits d'hiver par rapport aux laits d'été. En effet, la composition en acides gras est liée à l'influence de nombreux facteurs biologiques dont, principalement, celle de l'alimentation des animaux.

Sensibilité à la composition du lait :

Le dosage est spécifique de la matière grasse et peut être utilisé sans intercorrection (simplicité).

Sensibilité à l'état de la matière grasse :

Compte tenu de l'importance de la longueur d'onde par rapport à la taille des globules gras en sortie d'homogénéisateur, une usure de l'homogénéisateur est mieux tolérée qu'en filtre B.

Sensibilité à l'altération:

Le dosage est affecté par la lipolyse à l'origine de la disparition de liaisons esters.

#### - Filtre B (3,48 $\mu\text{m}$ ) :

Sensibilité à la composition de la matière grasse :

L'absorption infra-rouge a lieu au niveau des liaisons C-H (carbone-hydrogène) réparties principalement sur les chaînes aliphatiques des acides gras constitutifs des triglycérides. Le nombre de liaisons C-H est donc directement lié à la taille des

triglycérides et la mesure est à même de refléter plus fidèlement les teneurs réelles mesurées par la méthode de référence. Toutefois, l'absorption infra-rouge à 3,48  $\mu\text{m}$  est influencée, significativement, par la présence de doubles liaisons situées sur les acides gras longs. Une influence saisonnière peut, donc, en résulter.

#### Sensibilité à la composition du lait:

Des liaisons C-H sont également présentes dans les autres composants du lait. Le dosage est donc moins spécifique et requiert des intercorrections importantes à partir des protéines et du lactose. De ce fait, la méthode nécessite une maîtrise plus poussée des étalonnages (étalonnages multicanaux).

#### Sensibilité à l'état de la matière grasse:

La bande de longueurs d'ondes est proche de la taille moyenne des globules gras après homogénéisation. La méthode est donc plus fortement affectée par une défaillance de l'homogénéisateur.

La température d'échantillon a un effet plus marqué sur l'absorption infra-rouge aux faibles longueurs d'onde et joue un rôle important dans l'efficacité de l'homogénéisation. Une bonne thermorégulation des bains-marie et des appareils est de rigueur.

De même, la préparation des échantillons (agitation) destinée à désagréger les amas de globules gras avant l'analyse est également un point important à maîtriser.

#### Sensibilité à l'altération:

La lipolyse affecte de façon limitée les résultats, les acides gras libérés absorbant également le rayonnement infra-rouge. En revanche, l'altération des autres composants (protéines et lactose) a un effet indirect non négligeable sur les résultats par le biais des intercorrections. Le barattage, qui occasionne la disparition d'une partie de matière grasse en suspension, a un effet dépressif sur les taux butyreux comparable à ce qui est observé avec le filtre A.

### **② COMPARAISON ENTRE FILTRE A - FILTRE B : RESULTATS EXPERIMENTAUX.**

D'une manière générale, les expérimentations effectuées depuis 1981 par la Station INRA de Poligny, puis par CECALAIT, conduisent à conclure à un gain de précision moyen avec le filtre B de l'ordre de 30 à 40 % par rapport au filtre A :

R. GRAPPIN fait état en 1981, d'une réduction de précision d'estimation, mesurée à partir de 102 laits de troupeaux, de  $\pm 1,6$  à  $\pm 1,0$  g/kg, lors des essais d'agrément du Milkoscan 203B.

M. BROCHET (1982), dans une étude interspèce vache/chèvre/brebis, observe une réduction de l'amplitude moyenne entre espèces de 0,66 g/kg en filtre A à 0,44 g/kg en filtre B, avec un Milkoscan 104 A/B. Dans cette même étude, l'amplitude entre différentes régions de production de lait de brebis est réduite de 1,83 g/kg à 1,50 g/kg, tandis que l'amplitude de variation saisonnière passe de 3,7 g/kg à 0,7 g/kg.

O. LERAY et R. JEUNET, en août 1982, sur 398 laits individuels de vache de 14 élevages du Jura, constate une réduction d'écart

type résiduel de régression de 0,71 g/kg à 0,39 g/kg avec un Milkoscan 104 A/B. L'effet « mois de lactation » se trouve réduit, avec une amplitude passant de 1,2 g/kg en filtre A à 0,24 g/kg avec le filtre B. L'effet « élevage » se trouve également fortement diminué, avec une amplitude d'écart moyen entre élevages passant de 1,02 g/kg à 0,49 g/kg.

O. LERAY (1989), dans trois études sur des influences saison et région (79 à 116 laits de troupeaux, 6 à 8 zones), observe des réductions d'amplitudes entre régions de 1,02 à 0,63 g/kg en novembre 1981, de 0,42 à 0,17 g/kg en février 1984 et de 0,85 à 0,31 g/kg en juin 1985. Les écarts types résiduels liés aux régressions passent de 0,77 à 0,47 g/kg en novembre 1981, de 0,43 à 0,27 g/kg en février 1984 et de 0,44 à 0,30 g/kg en juin 1985.

O. LERAY, à partir des laits de contrôle des laboratoires de contrôle laitier français de l'année 1988, constate, tous laboratoires et périodes confondus, une diminution de l'écart type résiduel de la régression annuelle de 0,69 à 0,54 g/kg en utilisant le filtre B avec un Milkoscan 104 A/B.

R. GRAPPIN et D. LEFIER observent en 1992, à partir de laits de troupeaux de différents pays européens, une réduction d'amplitude entre pays de 1,04 à 0,71 g/kg.

Ph. TROSSAT et O. LERAY enregistrent en 1995, lors des essais d'agrément du Milkoscan 4000, une réduction d'écart type résiduel de régression de 0,95 à 0,47 g/kg à partir de 150 laits individuels de vache issus de 8 élevages, et de 0,38 à 0,28 g/kg à partir de 64 laits de troupeaux. L'amplitude des écarts entre élevages est réduite de 1,37 g/kg à 0,68 g/kg avec le filtre B.

### **③ CONCLUSIONS**

La moindre sensibilité du dosage de type B aux facteurs de variation de la composition de la matière grasse (alimentation, saison, stade de lactation, région de production), prévue par la théorie, est vérifiée par toutes les expérimentations menées à ce jour. L'analyse en filtre B offre une précision d'estimation significativement supérieure à l'analyse en filtre A. Elle permet d'escompter une meilleure stabilité des étalonnages par une réduction sensible des effets de zones et de saisons, à défaut de leur complète disparition.

Cette moindre sensibilité aux phénomènes biologiques s'accompagne en revanche, d'une plus grande sensibilité à la qualité instrumentale de l'analyse, comparée au filtre A (homogénéisation, température, échantillons, intercorrections). L'utilisateur doit donc en tenir le plus grand compte dans sa routine de travail. Toutefois, les progrès notables réalisés par les constructeurs en matière de conception des matériels et de « convivialité » d'utilisation ont rendu la maîtrise de l'analyse de type B plus aisée que par le passé.

En raison de la diversité croissante de l'origine des laits, la généralisation du filtre B s'impose désormais comme une réponse tout-à-fait satisfaisante aux problèmes posés par une multiplication des étalonnages indispensable avec le filtre A.

## ***Références :***

- M. BROCHET, (1982). Etude des laits de brebis - Méthode de dosage des principaux constituants et composition des protéines. Thèse de 3<sup>e</sup> cycle. N°1190. Université Claude Bernard, Lyon I.

- R. GRAPPIN, (1981). Dosage de la matière grasse du lait par spectrophotométrie infra-rouge dans la bande de longueur d'onde de 3,4-3,5 microns. Appareils type B. Rapport INRA pour la Commission Scientifique et Technique, Novembre 1981.

R. GRAPPIN, D. LEFIER, S. POCHE, (1994). Programme infra-rouge du BCR. Contrat N°5554/1/5/374/91/11-BCR.F(10). Rapport INRA de Poligny, Juillet 1994.

O. LERAY, R. JEUNET, (1982). Essai sur la précision de la méthode infra-rouge sur différents élevages. ITEB-INRA de Poligny. Résultats non publiés.

O. LERAY, (1988). Evaluation de la précision d'estimation annuelle globale des laboratoires de contrôle laitier français en moyen infra-rouge. ITEB-INRA de Poligny. Résultats non publiés.

O. LERAY, (1989). Influence de l'origine géographique du lait sur la précision des dosages de matière grasse et de protéines par spectroscopie dans le moyen infra-rouge. Le Lait (1989) 69,547-560.

P. TROSSAT, O. LERAY, (1996). Rapport d'évaluation du Milkoscan 4000. Rapport CECALAIT, Janvier 1996.

*(par O. Leray)*