



CENTRE D'ETUDES ET DE CONTROLE
DES ANALYSES EN INDUSTRIE LAITIERE

octobre 1994

N°12

LA LETTRE DE CECALAIT

CECALAIT INRA SRTAL BP 89 39801 Poligny TEL : 84.73.63.20 TELECOPIE : 84.37.37.81
MINICOM : 36 12, nom CÉCALAIT, n° d'appel 84.73.63.20

Rédaction achevée le 31 Octobre 1994

Equipe rédactionnelle :

A. BAPTISTE; O. LERAY, Ph. TROSSAT; R. GRAPPIN

SOMMAIRE

L'analyse du lait par moyen infra-rouge *p. 1-2*
1^{ère} partie : de nouveaux outils pour une maîtrise de la qualité des résultats

Nouvelles validations AFNOR

Normes et projets de normes parus récemment

Nouveautés dans la réglementation

Du côté de la biblio...

L'ANALYSE DU LAIT PAR MOYEN INFRA-ROUGE

1^{ère} partie :

de nouveaux outils pour une maîtrise de la qualité des résultats

Les dosages des composants du lait par spectrométrie moyen infra-rouge tendent à supplanter les méthodes classiques d'analyse. Mais la précision des résultats obtenus reste une préoccupation majeure et passe par une amélioration des étalonnages et réglages internes. La mise au point de gammes de laits recombinaés à taux variables répond précisément à cet objectif. Elles servent aussi bien à l'étalonnage local au sein du laboratoire, ou centralisé à partir d'un laboratoire pilote, qu'à l'intercomparaison des laboratoires au cours d'une chaîne d'analyse.

CECALAIT est maintenant en mesure de proposer régulièrement ces gammes artificielles. Leurs modalités d'utilisation et leurs apports seront développés dans la deuxième partie de cet article

Une technique déjà ancienne...qui continue à se développer

Le dosage des principaux constituants du lait, à savoir les protéines, la matière grasse et le lactose, par spectrophotométrie MIR * date d'une vingtaine d'années. Depuis, il est devenu d'usage général dans les laboratoires interprofessionnels et de contrôle laitier, tant en France, que chez nos partenaires des pays développés.

Le besoin relativement récent d'analyses nombreuses et rapides a conduit les laboratoires d'entreprise à suivre, mais avec un certain décalage, la même évolution. Par conséquent, les dosages infra-rouge remplacent de plus en plus les analyses chimiques classiques pour les contrôles de matières premières et de fabrication, voire les transactions commerciales entre entreprises. Les avantages économiques de ce type de dosages ne doivent cependant pas occulter les exigences concernant la précision des résultats produits. Les laboratoires se doivent donc d'acquérir une bonne connaissance de la méthode infra-rouge, du matériel utilisé, des étalonnages, ainsi que des contrôles qualité à appliquer.

Dans cette première partie, nous décrivons brièvement les outils de base qui mènent à la maîtrise de la qualité des résultats obtenus par la méthode MIR *, notamment par une amélioration de l'étalonnage des appareils.

La deuxième partie de l'article, prévue pour un prochain numéro de La Lettre de CECALAIT, sera centrée sur l'intérêt des chaînes et des ETG * infra-rouge. Elle précisera la façon de les utiliser, les outils statistiques nécessaires au traitement des résultats et leur interprétation.

★:

BCR : Bureau Communautaire de Référence
CNIEL : Centre National Interprofessionnel de l'Economie Laitière
ETG : échantillon à teneur garantie
FIL : Fédération Internationale de Laiterie
MIR : moyen infra-rouge

Un encadrement et une harmonisation

UN APPUI TECHNIQUE

Dans les années 1980, pour harmoniser les pratiques, former et informer les personnels de laboratoire, les organismes nationaux responsables de la qualité analytique pour le paiement du lait (CNIEL *) et pour le contrôle laitier (Institut de l'Elevage) ont mis en place des systèmes de contrôle externe et d'appui complémentaire auprès des laboratoires concernés. (Les trois quarts de ces laboratoires pratiquent, d'ailleurs la double activité des analyses pour le paiement du lait et pour le contrôle laitier).

UN REFERENTIEL ECRIT

En 1983, les instances interprofessionnelles et de contrôle laitier ont validé un premier guide pour l'utilisation des appareils infra-rouge. Ce guide édicte les contrôles minimaux à appliquer en routine sur les appareils infra-rouge. Il sera repris et adapté par la FIL * dans la norme provisoire 141, parue en 1988.

Entre 1983 et 1990, Olivier LERAY (Institut de l'Elevage à l'INRA de Poligny) a réalisé d'importants développements dans le domaine des étalonnages et des réglages internes dans le MIR *, en mettant au point une technique d'élaboration de gammes de laits recombinaés à taux variables.

A la suite de ces mises au point, deux notes techniques, parues en décembre 1988 et en 1989 sont venues compléter le guide de 1983. En 1990, le CNIEL* a regroupé l'ensemble de ces documents en un Manuel de Référence à l'usage des laboratoires interprofessionnels.

Sur le plan international, la FIL* a intégré la nouvelle technique d'étalonnage en tant que méthode alternative dans l'annexe B de la version révisée de sa norme : 141A, parue en 1990.

Actuellement, la majorité des laboratoires interprofessionnels et de contrôle laitier français ont adopté et utilisent cette nouvelle technique, moins lourde, plus fiable et plus pratique.

UNE AVANCEE TECHNIQUE IMPORTANTE

Ces développements ont constitué une avancée déterminante pour la qualité des analyses et le travail des laboratoires. Ils sont en effet basés sur des principes originaux qui ont donné naissance à de nouveaux outils.

PRINCIPES NOUVEAUX

* abandon des échantillons naturels pour des échantillons reconstitués à partir de composants naturels non dénaturés, mais simplement concentrés (par ultrafiltration tangentielle et écrémage naturel à partir d'un lait représentatif).

* reconstitution selon un plan d'agencement orthogonal des taux des différents composants de manière à éliminer l'effet des corrélations naturelles entre composants au sein d'une même gamme d'étalonnage.

OUTILS NOUVEAUX

Ces gammes de laits reconstitués peuvent être utilisées de multiple façon, qui constituent autant d'outils nouveaux. Ainsi, elles peuvent servir :

- ◆ à l'étalonnage local, y compris le contrôle et l'ajustement des intercorrections avec élaboration de gammes par le laboratoire,
- ◆ à l'étalonnage centralisé à partir d'un laboratoire pilote qui diffuse des gammes d'étalonnage périodiquement,
- ◆ aux chaînes d'analyses d'intercomparaison MIR *.

Entre 1986 et 1988, l'application aux étalonnages locaux a été testée en banc d'essai et dans les conditions de la pratique de laboratoire, avec le concours du CNIEL* et de l'Institut de l'Élevage.

Les deux dernières utilisations des gammes artificielles ont, elles, été testées :

- ◆ au niveau national en 1987-1988, sur 43 laboratoires de paiement du lait et de contrôle laitier (essais Institut de l'Élevage, INRA de Poligny),
- ◆ au niveau européen, en 1991-1992, sur 15 laboratoires laitiers de compétence reconnue, originaires de 15 pays différents, dans le cadre d'une étude financée par le BCR et menée par l'INRA de Poligny.

Elles font maintenant partie des services proposés par CECALAIT.

Chaînes d'analyse et étalonnage centralisé : un même outil utilisé de deux manières différentes

PRINCIPE

Un laboratoire organisateur prépare et adresse à un groupe de laboratoires la même série de laits reconstitués, en nombres et teneurs bien définies.

CAS DE LA CHAÎNE D'ANALYSE

Les échantillons ne portent pas d'indication de valeur. Ils doivent être analysés sur les appareils. Les résultats sont ensuite restitués au laboratoire organisateur, qui effectue un traitement de ces données et retourne les résultats du traitement à chaque laboratoire participant. Grâce à une notice d'aide à l'interprétation des résultats, chaque laboratoire évalue le degré de conformité de son ou de ses appareils.

CAS DE L'ÉTALONNAGE CENTRALISÉ

Les échantillons sont alors utilisés comme des échantillons à teneur garantie et sont accompagnés de taux de référence. Le laboratoire s'en sert pour contrôler ou ajuster par lui-même ses réglages internes : linéarité, intercorrections... Il peut également réaliser un ajustement approché de son étalonnage.

Toutefois, la méthode MIR comporte toujours des biais de justesse liés à la composition du lait. Il s'ensuit que l'étalonnage doit toujours être parachevé à l'aide des résultats obtenus par les méthodes de référence appliquées à un échantillon moyen, représentatif de la zone de collecte du laboratoire.

Ces résultats de référence peuvent alors être :

- soit, obtenus localement, avec les moyens analytiques propres au laboratoire,
- soit, fournis par un laboratoire pilote auquel on aura adressé l'échantillon représentatif.

Cette seconde méthode permet d'arriver plus facilement à une harmonisation grâce à une centralisation totale de l'étalonnage, mais nécessite toutefois une bonne organisation. La première solution conserve, quant à elle, le risque d'erreur de justesse sur la méthode de référence.

Dans un cadre d'assurance qualité, il n'y a que le laboratoire pilote qui soit tenu de participer aux chaînes d'analyse d'intercomparaison sur les méthodes de référence. En revanche, dans un système d'ajustement local, chaque laboratoire doit être intégré dans une chaîne d'analyse.

Le traitement des résultats, avec les outils statistiques qu'il exige, ainsi que leur interprétation sera présenté en détail dans un prochain numéro de La Lettre de CECALAIT.

NOUVELLES VALIDATIONS AFNOR

Validations... toujours en microbiologie !

AFNOR a validé récemment trois nouvelles méthodes rapides d'analyses microbiologiques qui concernent les genres *Listeria* et *Salmonella*.

* Système d'immunoanalyse Mini Vidas avec le kit VIDAS *Listeria* de BIOMERIEUX:

Cette méthode est basée sur le même principe que le système Mini Vidas *Salmonella* présenté dans la Lettre de CECALAIT n° 11, mais concerne *Listeria monocytogenes*.

Il s'agit donc d'un automate, qui utilise une réaction immunoenzymatique fluorescente se déroulant en phase solide. L'obtention de résultats négatifs ne prend alors qu'environ deux jours. En revanche, il faut confirmer les échantillons présumés positifs par isolement et identification après un enrichissement. Ce test s'applique à tous les produits d'alimentation humaine.

(N° d'attestation BIO-12/2-06/94 du 17.06.1994)

* Gene-Trak Systems, détection du genre *Listeria* DNA GT 602 de la société GENE TRAK SYSTEMS, distribué par la société DNA

Il s'agit d'une technique d'hybridation moléculaire en solution, dont nous avons présenté les principes généraux dans la Lettre de CECALAIT n° 11.

Elle utilise donc une sonde nucléique spécifique de *Listeria*, couplée à un marqueur qui permet une détection colorimétrique des hybrides formés. Donnant des résultats en 48 à 72 h, elle est utilisée comme méthode de tri, applicable à tous les produits d'alimentation humaine.

Cependant pour des produits comme les fromages au lait cru ou certains produits de la mer, il est prudent d'effectuer une subculture à partir de l'enrichissement en milieu Fraser selon la méthode de référence (AFNOR V08-055). Le test d'hybridation moléculaire est effectué ensuite aux deux stades d'incubation de la subculture, qui sont prévus dans la norme, à savoir après 18 à 24 h d'incubation à 37°C, suivie d'une nouvelle incubation de même durée.

(N° d'attestation DNA-14/1-06/94 du 17.06.1994)

* *Salmonella*-Tek, de la société ORGANON TEKNIKA

Ce test fait appel à une réaction immunoenzymatique de type « sandwich », qui révèle des antigènes spécifiques du genre *Salmonella*, détectés par colorimétrie.

Les échantillons à tester sont enrichis en milieu sélectif puis soumis à un choc thermique, qui libère ces antigènes spécifiques. Les résultats négatifs sont obtenus au bout de deux jours ; le délai est plus long pour les résultats positifs car ceux-ci doivent être confirmés par isolement et identification après enrichissement.

(N° d'attestation ORG-13/1-06/94 du 17.06.1994)

NORMES ET PROJETS DE NORMES PARUS RECEMMENT

LISTE DES NORMES OU PROJETS DE NORMES REÇUS ENTRE JUILLET ET OCTOBRE 1994

NORMES FIL

LAIT TRAITE THERMIQUEMENT 147A:1994 (équivalente à ISO CD 11868) Détermination de la teneur en lactulose (CLHP, méthode de référence)

LAIT CONCENTRE EN BOITE 168:1994 (équivalente à ISO CD 14377) Détermination de la teneur en étain (méthode spectrométrique d'absorption atomique sans flamme)

NORMES AFNOR

PRODUITS AGRICOLES ET ALIMENTAIRES

V 03-120 juin 1994 : Dosage de l'aflatoxine M1 dans le lait et la poudre de lait. Méthode par chromatographie liquide haute performance après purification par immuno-affinité

MICROBIOLOGIE ALIMENTAIRE

V 08-053 décembre 1993 : Dénombrement des *Escherichia coli* β -glucuronidase positive par comptage des colonies (méthode de routine).

Il s'agit d'une correction du texte du premier tirage (signalé dans La Lettre de CECALAIT n°9). Dans le tableau 2, page 7, il faut lire « 100 mg du sel de cyclohexylammonium » au lieu de « 10 mg » et « 192 μ mol d'acide 5-bromo-4-chloro-3-indoxyl- β -D-glucuronique » au lieu de « 192 mmol »

MANAGEMENT ET ASSURANCE DE LA QUALITE

NF EN ISO 9000-1 Août 1994 (X 50-121-1) Normes pour le management de la qualité et l'assurance de la qualité - partie 1 - lignes directrices pour leur sélection et leur utilisation

NF EN ISO 9004-1 Août 1994 (X 50-122-1) Management de la qualité et éléments de système qualité - partie 1 - lignes directrices

NF EN ISO 9001 Août 1994 (X 50-131) Systèmes qualité - Modèle pour l'assurance de la qualité en conception, développement, production, installation et prestations associées

NF EN ISO 9002 Août 1994 (X 50-132) Systèmes qualité - Modèle pour l'assurance de la qualité en production, installation et prestations associées

NF EN ISO 9003 Août 1994 (X 50-133) Systèmes qualité - Modèle pour l'assurance de la qualité en contrôle et essais finals

ISO 8402 Avril 1994 (X 50-120) Management de la qualité et assurance de la qualité - vocabulaire

NF EN 29004-2 Août 1994 (X 50-122-2) Gestion de la qualité et éléments de système qualité - partie 2 : lignes directrices pour les services

X 50-122-3 Juillet 1994 Management de la qualité et éléments de système qualité - partie 3 : lignes directrices pour les produits issus de processus à caractère continu.

X 50-122-4 Juillet 1994 Management de la qualité et éléments de système qualité - partie 4 : lignes directrices pour l'amélioration de la qualité

X 50-121-2 Juillet 1994 Normes pour le management de la qualité et l'assurance de la qualité - partie 2 : lignes directrices pour l'application de l'ISO 9001, l'ISO 9002 et l'ISO 9003

X 50-180-1 Avril 1994 Qualité et management - Défauts de contribution du compte d'exploitation pour l'industrie et les services - partie 1 : identification de la réserve cachée de productivité liée à la non-qualité du travail

PROJETS DE NORMES AFNOR

LAIT ET PRODUITS LAITIERS

Projet V 04-019 (NF ISO 11866-1) Dénombrement d'*Escherichia coli* présumés. Partie 1 : technique du nombre le plus probable

Projet V 04-020 (NF ISO 11866-2) Dénombrement d'*Escherichia coli* présumés. Partie 2 : technique du nombre le plus probable avec utilisation de 4-méthylumbelliféryl- β -D-glucuronide (MUG)

Projet V 04-021 (NF ISO 11866-3) Dénombrement d'*Escherichia coli* présumés. Partie 3 : technique par comptage des colonies obtenues sur membrane à 44°C

Projet V 04-393 (NF ISO 11813) Détermination de la teneur en zinc : méthode par spectrométrie d'absorption atomique

LAIT

Projet V 04-394 (NF ISO 12081) Détermination de la teneur en calcium : méthode titrimétrique

FROMAGES FONDUS

Projet V 04-395 (NF ISO 12082) Détermination, par calcul, de la teneur en émulsifiants et substances acidifiantes et de contrôle du pH ajoutés, à base de citrate, exprimée en acide citrique.

MANAGEMENT ET ASSURANCE DE LA QUALITE

Projet X 50-122-5 (NF ISO 9004-5) Management de la qualité et éléments de système qualité - partie 5 : lignes directrices pour les plans qualité

Projet X 50-125 Management de la qualité et assurance de la qualité - vocabulaire - Termes complémentaires

OUVRAGE AFNOR

Parution de la 5e édition de l'ouvrage « **Gérer et assurer la qualité** » en 2 volumes.

Le premier volume reprend toutes les normes dans le domaine de l'assurance qualité, dont celles citées ci-dessus. S'y ajoutent des normes connexes concernant la métrologie et les essais, ainsi que l'analyse de la valeur.

Le deuxième volume donne des informations complémentaires sur la certification, l'analyse de la valeur et l'analyse fonctionnelle ainsi que sur la réalisation d'un cahier de charges fonctionnel. Il compare enfin de façon détaillée la structure des différentes normes ISO 9001, 2, 3 et 4 et analyse les différences entre leur version de 1988 et celle de 1994.

NOUVEAUTES DANS LA REGLEMENTATION

FRANCE

IGPs*, agents pathogènes et normes annulées ou homologuées...

Décret du 06/07/1994 (JO France du 19/07/1994) consacré aux IGPs* et aux attestations de spécificité.

Il précise les modalités d'examen de leurs demandes d'enregistrement : consultations publiques, en cas d'opposition, consultation de l'INPI*, intervention de la Commission Nationale des Labels et Certifications. La consultation publique concerne également les demandes d'enregistrement émanant d'autres pays membres de la Communauté Européenne.

*

IGP : Indication Géographique Protégée

INPI : Institut National de la Propriété Industrielle

Arrêté du 18/07/1994 (JO France du 30/7/1994) fixant la liste des agents biologiques pathogènes. Les textes français reprennent des dispositions prévues par les textes communautaires. Cet arrêté fixe la liste des bactéries, virus, parasites et champignons pathogènes auxquels les travailleurs sont susceptibles d'être exposés sur leurs lieux de travail. Il donne également leur répartition au sein des groupes 2, 3 ou 4 - définis dans le code du travail -.

JO France du 21 Août 1994. Avis relatif à l'homologation et l'annulation de normes. De la métallurgie à l'administration, ces annulations et homologations couvrent un grand nombre de domaines. Ce qui nous intéresse plus particulièrement, c'est l'annonce de l'homologation des nouvelles normes ISO 9001, 9002, 9003 et 9004, couplée à l'annulation de leur ancienne version de 1988.

EUROPE COMMUNAUTAIRE

Point de congélation du lait et additifs alimentaires

Décision de la Commission du 25/05/1994 modifiant la directive 92/46/CEE du 16 /06/1992. (JO CEE L146 du 11/06/1994)

Rappelons que cette directive porte sur les règles sanitaires à respecter pour la production et la mise sur le marché de lait cru ou traité thermiquement et de produits à base de lait (voir La Lettre de CECALAIT n° 5).

Le texte initial prévoyait la possibilité de réexaminer certaines exigences, sur demande d'un Etat membre, dûment étayée par des études scientifiques et statistiques sur les variations saisonnières de certains paramètres.

La modification du texte s'est faite dans ce cadre et porte sur le point de congélation du lait traité thermiquement (article 5, point 9). Elle autorise désormais la mise sur le marché de lait de vache traité thermiquement, dont le point de congélation est supérieur à $-0,52^{\circ}\text{C}$. Les contrôles prévus dans l'annexe de cette directive doivent cependant avoir prouvé au préalable qu'il n'y a pas présence d'eau étrangère;

Directives 94/34, 94/35 et 94/36 du Parlement Européen et du Conseil, du 30/06/1994 (JO CEE L 237 du 10.9.1994),

Ces trois directives concernent les additifs pouvant être employés dans les denrées destinées à l'alimentation humaine.

La première autorise les Etats membres à maintenir les interdictions d'emploi de certains additifs, autorisés par ailleurs, dans des denrées considérées comme traditionnelles.

La deuxième traite des édulcorants. Elle donne le nom et le code des édulcorants autorisés. Pour chacun d'entre eux figure la liste des aliments auxquels il peut être ajouté ainsi que les doses maximales d'emploi.

Dans notre domaine sont concernés divers produits à base de lait, à valeur énergétique réduite tels que les préparations dessert et les boissons; les pâtes à tartiner, les glaces de consommation. Les services officiels contrôlent régulièrement la présence et la dose d'édulcorants de synthèse dans ces type de produits.

La troisième directive s'intéresse aux colorants. Elle donne leur nom et leur code, la liste des denrées où ils sont autorisés, ainsi que la quantité maximale admissible.

Dans le domaine laitier, il n'y a, en fait que peu de produits concernés. Il s'agit, par exemple, du beurre, des fromages affinés à pâte orange, jaune ou blanc cassé, des fromages fondus non aromatisés, de fromages comme la mimolette ou le morbier. La directive contient en outre la liste des denrées où les colorants sont interdits, par exemple les laits non aromatisés, les laits chocolatés, la crème.

DU COTE DE LA BIBLIO

Trimestre après trimestre, la littérature scientifique et technique de notre domaine s'intéresse aux mêmes thèmes dominants. Dosages des traces de métaux, des résidus de pesticides ou d'antibiotiques, dosage des vitamines, détection de *Listeria*...restent donc des thèmes à l'honneur !

Nous avons cependant repéré quelques autres domaines ayant donné lieu à des travaux.

Ainsi trois articles récents s'intéressent au dosage de l'eau dans le lait : par spectrométrie infra-rouge à transformée de Fourier, par RMN (Résonance magnétique nucléaire), ou plus classiquement par mesure du point de congélation et de l'acidité, dans le cas d'apports d'eau dans du lait de brebis. De même, les composés volatils et aromatiques du lait ou des produits laitiers et la détection des mycotoxines bénéficient également d'un intérêt certain.

En microbiologie, on remarque des études sur la détection d'*Escherichia coli* (entérotoxigène ou non) ou sur différentes méthodes rapides d'estimation de la flore totale.

A signaler enfin, la parution d'un dossier d'une vingtaine de pages, consacré à la « validation des méthodes analytiques » (cf Analisis de ce mois de Mai)

QUELQUES EXEMPLES

Nous évoquerons dans cette rubrique les documents qui ont particulièrement retenu notre attention au cours du dépouillement de la littérature de notre domaine.

Cela signifie que le thème traité, la façon d'aborder un problème ou les techniques utilisées nous ont semblé dignes d'intérêt, mais n'augure en rien de la qualité scientifique ou technique des documents cités...

* **BOSSET J.O.; BUTIKOFER U.; FUCHS D.; IMHOF M.I.; TAGLIAFERRI E.; MARCHIANDAU C.; BRUTTEL P.** Le dosage des acides ascorbique et déhydroascorbique du lait : survol bibliographique et comparaison de quelques méthodes titrimétriques et chromatographiques par HPLC. *Trav. Chim. hyg.*, 1992, V. 83, P. 173-196

* **BOURSIER B., VANTREPOTTE V., BOHNERT M.** Recherche des *Escherichia coli* entérotoxigènes dans les fromages au lait cru. In **FLASH SUR LES MICROORGANISMES PATHOGENES DANS LES ALIMENTS** : Paris, Société Française de Microbiologie, 1993, P. 193-197

* **COLLINET L.** Protéines laitières : définir, standardiser. *Revue Laitière Française*, 1994, N. 542, P. 12-13

Cet article évoque les récentes prises de position de la FIL sur la définition de la teneur en protéines des laits et dresse la liste des problèmes qu'elle va soulever. Rappelons qu'un séminaire sur la définition et la standardisation des protéines laitières a eu lieu à Aarhus (Danemark) au mois de Juin.

Dans le débat entre une expression en « protéines vraies » et en « matière azotée totale (MAT) », la FIL a tranché en faveur de la **MAT**, calculée selon la formule « **NT x 6,38** » (NT : azote total) pour exprimer désormais la teneur en protéines des laits.

Cette position a été confirmée lors des Assises de la FIL en septembre, à Adélaïde (Australie).

La FIL recommande donc d'exprimer la teneur en protéines par la MAT, pour toutes les transactions internationales. Bien entendu, au niveau national, chaque pays reste libre du choix de son mode d'expression, en particulier pour des applications comme le paiement du lait... Affaire à suivre donc !

* **CURIALE M.S.; SONS T.; FANNING L.; LEPPER W.; MAC IVER D.; GARRAMONE S.; MOZOLA M.** Deoxyribonucleic acid hybridization method for the detection of *Listeria* in dairy products, seafoods and meats : collaborative study. *Journal of AOAC International*, 1994, V. 77, N. 3, P. 602-617

La méthode utilisée dans cette étude est le Gene-Trak System, qui vient d'être validé par l'AFNOR (cf ci-dessus)

* **FRANZ M., MIRN** Identifizierung von *Klostridien* mittels FT-IR Spektroskopie. *Deutsche Milchwirtschaft*, 1994, V. 45, N. 3, P. 130-133

* **HUI CHENG CHEN; TSUNG CHAIN CHANG.** Detection of penicillin G in milk using a colorimetric method. *J. Dairy Sci.*, 1994, V. 77, P. 1515-1520

* **LAWTON B.A., PETHIG R.** Determining the fat content of milk and cream using AC conductivity measurements. *Meas. Sci. Technol.*, 1993, V. 4, P. 38-41

* **LIN T. C.; CHEN I. J.; KO Y.C.** The mechanism of determining the adulteration of whole milk with powder by spectrophotometry. *NAHRUNG*, 1991, V. 35, N. 4, P. 351-358

* **MOIO L.; ETIEVANT P.; LANGLOIS D.; DEKIMPE J.; ADDEO F.** Detection of powerful odorants in heated milk by use of extract dilution sniffing analysis. *Journal of Dairy Research*, 1994, V. 61, P. 385-394

* **PICARD C.; PLARD I; RONGVAUX-GAIDA D.; COLLIN J.C.** Detection of proteolysis in raw milk stored at low temperature by an inhibition ELISA. *Journal of Dairy Research*, 1994, V. 61, P. 395-404

* **UKEDA H., WAGNER G., BILITEWSKI U., SCHMID R.D.** A microbial sensor for determination of short-chain fatty acids and its application to raw milk samples. *J. FLOW INJECTION ANAL.*, 1992, V. 9, N. 2, P. 164-174

* **VERMUNT A.E.M.; STADHOUDERS J.; LOEFFEN G.J.M.; BAKKER R.** Improvements of the tube diffusion method for detection of antibiotics and sulfonamides in raw milk. *Neth. Milk Dairy J.*, 1993, V. 47, P. 31-40