

LES METHODES BUTYROMETRIQUES SUR LE LAIT ET LA CREME

Projet d'une normalisation internationale

Les méthodes butyrométriques sont largement utilisées au niveau français et international pour la détermination de la matière grasse dans le lait et les produits laitiers. Ce sont des méthodes rapides et ne nécessitant pas de solvant.

Actuellement, deux normes internationales (documents assez anciens) existent sur le sujet :

- ISO 488 pour les butyromètres à lait, et
- ISO 2446 pour la méthode butyrométrique sur le lait.

La France au travers de la commission AFNOR V 04A a longuement étudié ces méthodes dans les dernières années et les a révisées en intégrant leur ajustement aux méthodes de référence correspondantes.

- o En 1989, AFNOR a révisé la méthode butyrométrique sur la crème (NF V 04-263) et les butyromètres associés (NF B 35-540) et ajusté le volume interne du butyromètre (NF B 35-540) afin de la faire correspondre à la méthode de référence ISO 2450.
- o En 2002, AFNOR a également révisé la méthode Gerber sur le lait et introduit un nouveau critère de composition de l'alcool amylique utilisé (rapport des isomères) afin d'harmoniser et d'ajuster la méthode butyrométrique à la méthode de référence ISO 1211.

Fort de cette compétence, de la pratique soutenue et de plus en plus internationale de ces méthodes, la commission de normalisation AFNOR V 04A et FIL France ont souhaité proposer à la FIL et l'ISO la révision des documents normatifs sur la méthode Gerber en proposant un document supplémentaire sur la pipette utilisée et la création de deux normes internationales relatives à la méthode butyrométrique sur la crème.

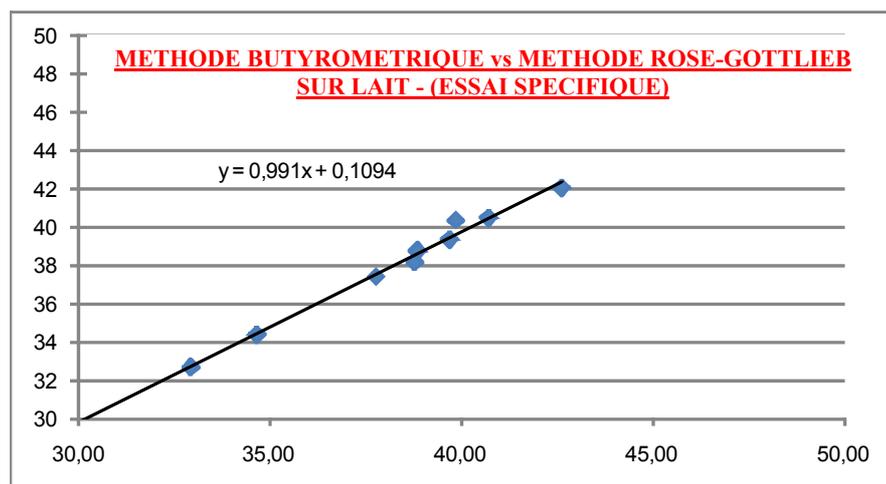
Les premières discussions au niveau international ont eu lieu lors de la semaine analytique à Montréal en 2010. Il est apparu un intérêt très fort pour ces méthodes et plusieurs pays sont intervenus pour supporter cette démarche. Au fur et à mesure des discussions, une question est apparue sur l'influence de la matrice sur ces deux méthodes et il a été décidé, lors de la réunion du comité permanent SCAMC (composés majeurs et mineurs), de mener des investigations en ce sens avant de proposer officiellement les méthodes.

Différentes investigations ont donc été menées au niveau d'Actilait (site de Poligny) pour répondre à cette demande et les résultats ont été présentés lors de la semaine analytique à Lyon du 25 au 29 mai 2011 :

1) ESSAI « INFLUENCE DE LA MATRICE » POUR LE LAIT

Pour la méthode sur le lait, un essai spécifique a été mené par l'analyse conjointe en méthode Gerber et Röse Gottlieb de 10 échantillons de lait provenant de différents pays européens (Allemagne, Belgique, Suisse, France, Grèce et Israël), conservés avec du Bronopol (0.02 %). Les analyses ont été effectuées en double par le laboratoire d'Actilait, site de Poligny, selon la méthode Gerber (NF V 04-210) et la méthode Röse-Gottlieb (ISO 1211). La conversion g/L en g/Kg a été réalisée en utilisant la masse volumique réelle.

Les résultats obtenus sont les suivants (droite de régression et paramètres statistiques):



Moyenne des écarts	0,23
Pente	0,991
Ordonnée à l'origine	0,11
SD résiduel	0,33

Unités : g/Kg de lait

On peut observer un écart moyen de 0,23 g/Kg entre les deux méthodes avec une pente de régression non significativement différente de 1.00. Les écarts individuels observés entre les 2 méthodes sont au maximum de 0,5 g/Kg environ, ce qui est très proche des limites de répétabilité de la méthode Gerber ($r = 0,5 \text{ g/L}$) et des limites de reproductibilité de la méthode Röse-Gottlieb ($R = 0.53 \text{ g/Kg}$).

2) EXPLOITATION DES DONNEES DES ESSAIS D'APTITUDE POUR LA METHODE SUR LE LAIT ET LA CREME

Actilait propose depuis plusieurs années des essais d'aptitude (EA) Cecalait® pour la détermination de la matière grasse sur le lait et la crème par les méthodes acidobutyrométrique et Röse-Gottlieb sur une même série d'échantillons. Ces EA sont programmés 4 fois par an, en mars, juin, septembre et décembre pour le lait, et en février, mai, septembre et novembre en ce qui concerne la crème.

L'alimentation des animaux durant ces 4 périodes étant significativement différente (dans la région de production du lait et de la crème servant à la réalisation des échantillons), on obtient une composition de la matière grasse des produits de base (lait et crème) différente. Il semblait alors intéressant de vérifier si la relation entre les 2 méthodes était influencée par les différentes périodes de préparation des échantillons.

Les données comparées ci-dessous sont issues des résultats d'essais d'aptitude de 2003 à 2010 (4 essais par an). Les valeurs butyrométriques correspondent aux moyennes robustes (selon ISO 13528) des résultats d'environ 100 laboratoires principalement français utilisant la méthode NF V 04-210 pour le lait et NF V 04-263 pour la crème. Les valeurs Röse-Gottlieb correspondent aux moyennes robustes (selon ISO 13528) d'environ 40 laboratoires français et étrangers utilisant la méthode ISO 1211 pour le lait et ISO 2450 pour la crème. La comparaison a été effectuée sur 32 EA différents comportant 10 échantillons, et une étude supplémentaire sur la gamme 3-5 % de matière grasse dans le lait (meilleure correspondance entre ces 2 méthodes) a été effectuée afin d'observer la traçabilité de la méthode alternative.

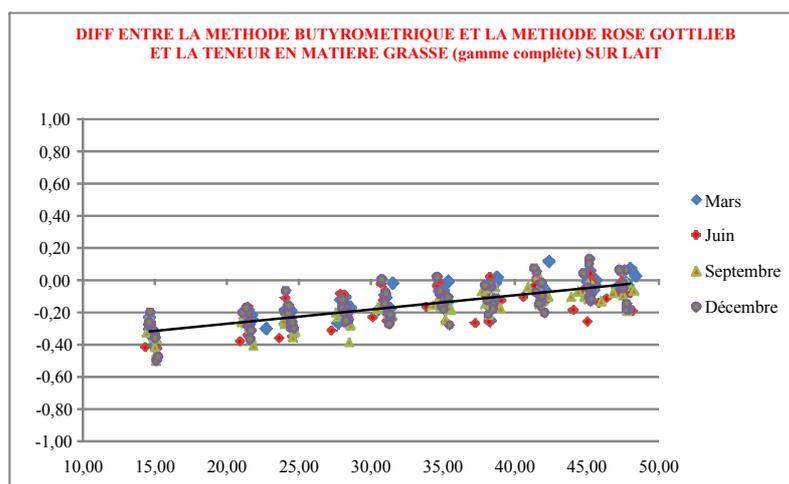
Les résultats de la comparaison méthode butyrométrique – méthode par extraction entre les 4 périodes pour le lait et la crème sont les suivants :

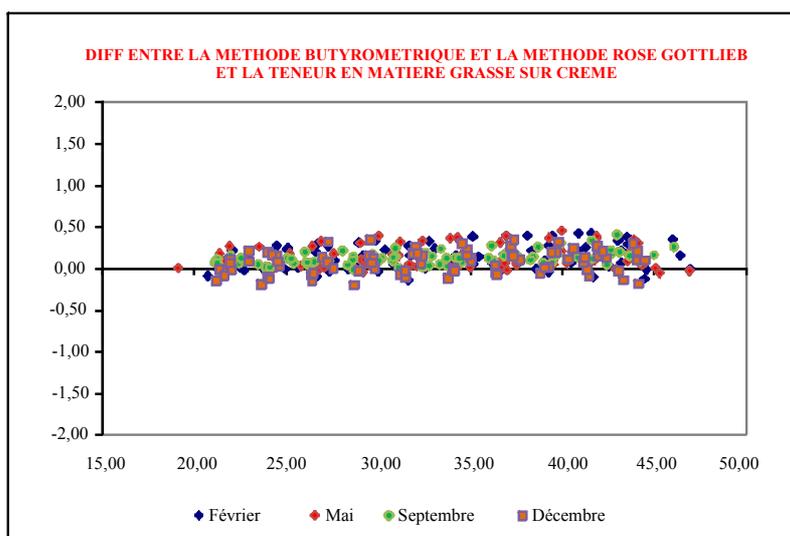
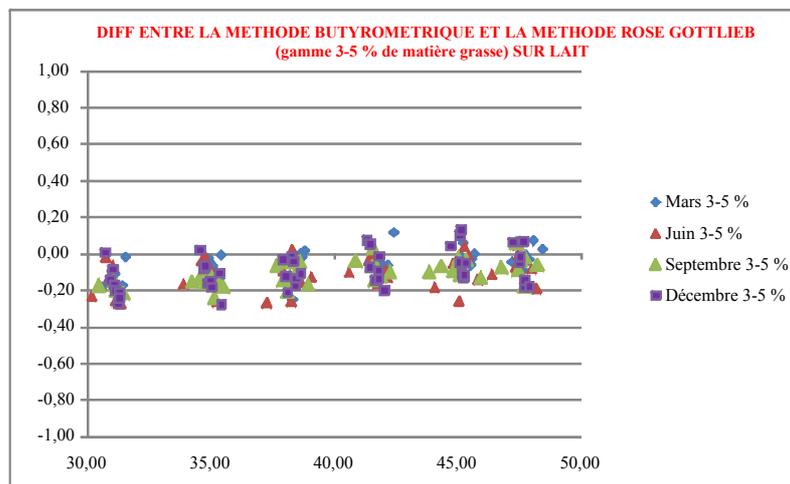
	Ecart Buty / RG	Pente	Tendance	Sy,x
Mars	-0,13	0,991	0,444	0,057
Juin	-0,17	0,992	0,440	0,08
Septembre	-0,19	0,991	0,493	0,061
Décembre	-0,16	0,991	0,446	0,085
Tous EA	-0,16	0,991	0,446	0,074

Relation entre la méthode butyrométrique Gerber et la méthode Röse-Gottlieb (en g/Kg) (gamme complète) – Cas du lait

	Ecart Buty / RG	Pente	Tendance	Sy,x
Février	0,12	0,995	0,05	0,15
Mai	0,12	0,996	-0,01	0,13
Septembre	0,13	0,994	0,07	0,07
Novembre	0,08	0,995	0,09	0,14
Tous EA	0,11	0,995	0,05	0,13

Relation entre la méthode butyrométrique Gerber et la méthode Röse-Gottlieb (en g/100 g) – Cas de la crème





Pour le lait, on peut noter un écart moyen de $-0,16$ g/Kg sur toute la gamme de mesure (15 à 50 g/Kg) de la méthode Gerber par rapport à la méthode Röse-Gottlieb. Si l'on s'intéresse à la plage de 30 à 50 g/Kg correspondant à la gamme qui avait été ciblée pour un raccordement optimum lors de la révision de la méthode en 2002, l'écart moyen entre les deux méthodes n'est que de $0,10$ g/Kg. Ces écarts moyens ainsi que les paramètres de la régression linéaire (pente, ordonnée à l'origine et écart type résiduel) sont équivalents pour toutes les périodes observées.

Pour la crème, on peut noter un écart moyen de $+0,11$ g/100 g sur toute la gamme de mesure de la méthode entre la méthode butyrométrique et la méthode Röse-Gottlieb. Cet écart moyen, ainsi que les paramètres de la régression linéaire (pente, ordonnée à l'origine et écart type résiduel) sont équivalents pour toutes les périodes observées.

CONCLUSION GENERALE

Sur la base de l'essai spécifique sur le lait et le traitement des données des essais d'aptitude, nous avons pu constater que la relation entre les deux méthodes est très stable tout au long de l'année, tant pour le lait que pour la crème. Aucune différence significative n'a été mesurée entre les 4 périodes de test, on peut donc conclure que la composition de la matière grasse n'a pas d'influence sur les méthodes butyrométriques sur le lait et la crème. De plus, on peut observer un bon ajustement entre la méthode butyrométrique et la méthode par extraction pour les deux types de matrice lait et crème.

Ces résultats ont donc été présentés lors du groupe de travail sur les méthodes butyrométriques lors de la semaine analytique à Lyon. Le groupe de travail a confirmé ces conclusions et a validé l'envoi officiel des nouveaux projets, dans un premier temps, aux comités nationaux de la FIL pour une consultation et l'inscription au programme de travail en cas de vote positif. Si le projet est accepté à ce niveau, la même procédure sera réalisé par l'ISO pour envoi aux pays membres.