

# ANALYSES DU LAIT DES PETITS RUMINANTS : CHOIX DES METHODES ET NORMALISATION

Intervention de Philippe Trossat lors de l'AG 2003

Dans les documents normatifs (AFNOR, FIL / ISO) analytiques et législatifs décrivant des méthodes d'analyses du lait, le terme "lait" signifie en fait "lait de vache". En conséquence, ces méthodes ne sont pas applicables en l'état aux laits d'autres espèces. C'est la raison pour laquelle CECALAIT, mais aussi la FIL, s'intéressent au choix des méthodes et à la normalisation de l'analyse du lait des petits ruminants. L'état des lieux fait par CECALAIT retient les critères et les méthodes habituellement concernés par le paiement du lait à la qualité : matière grasse, matière protéique, détermination du point de congélation, numération des cellules somatiques, méthodes microbiologiques, recherche des inhibiteurs, méthodes chimiques de référence, méthodes officielles pour le paiement du lait à la qualité, méthodes instrumentales.

## Introduction :

L'objectif de ce travail sur l'analyse du lait des petits ruminants est de présenter un état des lieux. Il expose donc le fruit de la réflexion menée par CECALAIT suite à la demande de l'interprofession. Il rend compte également des résultats des travaux menés au niveau international (FIL-ISO-AOAC) tels qu'ils ont été rapportés lors de la Semaine analytique de la FIL en mai dernier.

Il fait ainsi le point sur les différentes méthodes d'analyses, il précise si elles sont applicables au lait de petits ruminants tout en cernant les problèmes restant à résoudre.

## 1 - LAIT DE CHEVRE

### 1.1 - Détermination de la teneur en matière grasse du lait de chèvre

Il n'existe pas à l'heure actuelle de méthode de référence au niveau français et international (FIL / ISO / AOAC) pour la détermination de la matière grasse du lait de chèvre, la méthode existante n'étant normalisée que pour le lait de vache (norme NF EN ISO 1211, Röse-Gottlieb).

A cet égard, des travaux FIL / ISO sont en cours pour déterminer et caractériser une méthode de référence pour ce critère. La méthode utilisée dans ce cadre est la même que celle utilisée pour le lait de vache, soit une extraction aux solvants après une attaque ammoniacale (Rose Gottlieb).

Une étude collaborative a été réalisée pour déterminer les paramètres de fidélité, répétabilité et reproductibilité, mais au vu des résultats ( $S_r=0,021$   $S_R=0,031$  en g / 100 g), le Groupe de travail FIL / ISO / AOAC Matière Grasse a souhaité qu'elle soit renouvelée pour confirmation.

Une étude scientifique sera réalisée en 2003 ; elle portera de façon plus complète sur les méthodes et amènera des arguments scientifiques et techniques pour valider le choix de la méthode retenue. Les méthodes étudiées seront la méthode Röse-Gottlieb et la méthode éthérochlorhydrique (type Weibull-Berntrop) (voir : norme ISO 8262, partie 3).

La méthode officielle pour le paiement du lait à la qualité (méthode Gerber, selon NF V 04-210), utilisée à ce jour pour

raccorder les appareils infra rouge, n'est pas normalisée pour le lait de chèvre. Son application est certes possible mais susceptible d'être entachée d'erreurs en raison des caractéristiques spécifiques de composition de ce lait (composition en acides gras, teneur en acides gras libres, taille des globules gras, variations saisonnières...). Cette méthode est, de plus, une méthode conventionnelle qu'il est nécessaire de raccorder à la méthode de référence.

La méthode instrumentale selon la norme ISO 9622 / FIL 141 (infrarouge) est applicable au lait de chèvre. Un protocole d'évaluation des appareils prenant en compte ce type de lait vient d'être adopté par la CST (Commission scientifique et technique du Ministère de l'Agriculture, France) .

### 1.2 - Détermination de la teneur en matière protéique du lait de chèvre

La méthode de référence Kjeldahl (ISO 8968 / FIL 20) est applicable au lait de chèvre. De plus, ce type de lait entre dans le domaine d'application de la méthode (des travaux sont en cours au niveau international pour inclure des valeurs de fidélité dans le document normatif).

A ce propos une étude collaborative a été réalisée pour déterminer les valeurs de fidélité, mais au vu des résultats ( $S_r=0,015$   $S_R=0,038$  en g / 100 g), le Groupe de travail FIL / ISO / AOAC Protéines a souhaité qu'elle soit renouvelée pour confirmation.

A ce jour, la méthode officielle pour le paiement du lait à la qualité appliquée au lait de chèvre est la même que pour le lait de vache (méthode de routine au noir amido selon NF V 04-216).

Du fait d'une potentielle différence de composition protéique (caséines, protéines sériques) entre ces deux types de lait, il semblerait opportun de confirmer et ajuster au besoin la validation pour assurer le raccordement de la méthode au noir amido sur lait de chèvre, à la méthode de référence Kjeldahl.

La méthode instrumentale selon la norme ISO 9622 / FIL 141 (infrarouge) est applicable au lait de chèvre. Un protocole d'évaluation des appareils prenant en compte ce type de lait vient d'être adopté par la CST.

### 1.3 - Détermination du point de congélation du lait de chèvre

La méthode de référence actuelle (ISO 5764 / FIL 108 recherche de plateau) utilisée pour le lait de vache est applicable au lait de chèvre.

Des travaux sont en cours sur ce sujet au niveau international, pour aboutir à une extension du domaine d'application de la méthode actuelle aux laits d'autres espèces.

A ce propos une étude collaborative a été réalisée pour déterminer les valeurs de fidélité, mais au vu des résultats ( $S_r=1,5$  m°C  $S_R=3,1$  m°C en g / 100 g), le Groupe de travail FIL / ISO / AOAC Eau (détermination des caractéristiques de fidélité de la méthode) a souhaité qu'elle soit renouvelée pour confirmation.

La méthode instrumentale à temps fixe (infrarouge) utilisée pour le tri, est applicable au lait de chèvre. Un protocole d'évaluation des appareils prenant en compte ce type de lait vient d'être adopté par la CST.

### 1.4 - Numération des cellules somatiques du lait de chèvre

Les compteurs automatiques sont calibrés à l'aide de laits étalons (vache) dont la valeur de référence est déterminée par la méthode de référence (FIL 148-1).

Cette méthode de référence par comptage visuel au microscope, n'inclut pas dans son domaine d'application le lait de chèvre. Il est prévu d'inclure à terme les laits d'autres espèces, mais aucun travail n'a commencé, à ce jour, sur ce sujet.

Au vu de la particularité du lait de chèvre (cellules de faible taille, présence de cellules épithéliales de desquamation), il apparaît que la méthode de référence actuelle (colorant utilisé) n'est pas adaptée au lait de chèvre et qu'il convient en premier lieu de définir une nouvelle méthode spécifique à ce type de lait. Cette constatation a été confortée par des essais menés lors du programme européen FAIR sur ce sujet.

La méthode instrumentale selon la norme ISO 9622 / FIL 141 (infrarouge) est applicable au lait de chèvre. Un protocole d'évaluation des appareils prenant en compte ce type de lait vient d'être adopté par la CST.

### 1.5 - Méthodes microbiologiques

L'application au lait de chèvre de ces méthodes, horizontales pour la plupart, est parfaitement possible.

### 1.6 - Détection des inhibiteurs

Il n'y a pas de travaux au niveau national et international sur le sujet.

## BILAN

Les travaux en cours ou à réaliser sur le lait de chèvre portent :

- pour la matière grasse sur :
  - la détermination d'une méthode de référence (en cours à la FIL)
  - le raccordement de la méthode butyrométrique et l'estimation de la fidélité (à effectuer en France)
- pour la matière protéique sur :
  - la confirmation et/ou l'ajustement du raccordement de la méthode au noir amido (à effectuer en France)
- pour la détermination du point de congélation sur :
  - l'estimation de la fidélité de la méthode
- pour la numération des cellules somatiques sur :
  - la définition d'une nouvelle méthode de référence (à effectuer en France)
  - des travaux sur le calibrage des appareils instrumentaux (à effectuer en France).

## 2 - LAIT DE BREBIS

### 2.1- Détermination de la teneur en matière grasse du lait de brebis

Il n'existe pas à l'heure actuelle de méthode chimique de référence au niveau français et international (FIL / ISO / AOAC) pour la détermination de la matière grasse du lait de brebis, les méthodes existantes n'étant normalisées que pour le lait de vache (NF EN ISO 1211 Röse-Gottlieb).

Des travaux sont en cours au niveau international (pour déterminer et caractériser une méthode de référence pour ce critère) sur la base de la méthode lait de vache, en prenant une prise d'essai réduite de moitié, .

Une étude collaborative a été organisée pour déterminer les valeurs de fidélité, mais au vu des résultats ( $S_r=0,034$   $S_R=0,065$  en g / 100 g), le Groupe de travail FIL / ISO / AOAC Matière grasse a souhaité qu'elle soit renouvelée pour confirmation.

En ce qui concerne la méthode officielle pour le paiement du lait à la qualité, il existe une norme spécifique pour le lait de brebis. IL s'agit de la norme NF V 04-155 (méthode acidobutyrométrique), qu'il est nécessaire de raccorder à la méthode de référence.

La méthode instrumentale selon la norme ISO 9622 / FIL 141 infrarouge est directement applicable au lait de brebis. Un protocole d'évaluation des appareils prenant en compte ce type de lait pour le paiement du lait à la qualité vient d'être adopté par la CST.

### 2.2 - Détermination de la teneur en matière protéique du lait de brebis

La méthode chimique de référence : ISO 8968 / FIL 20 (Kjeldahl) est applicable au lait de brebis.

Une étude collaborative a été réalisée pour déterminer les valeurs de fidélité, mais au vu des résultats ( $S_r=0,036$   $S_R=0,052$  en g / 100 g), le Groupe de travail FIL / ISO / AOAC Protéines a souhaité qu'elle soit renouvelée pour confirmation.

A ce jour, la méthode officielle pour le paiement du lait, méthode de routine (noir amido) appliquée au lait de brebis est la même que pour le lait de vache (selon NF V 04-216).

La méthode instrumentale selon la norme ISO 9622 / FIL est applicable au lait de brebis. Un protocole d'évaluation des appareils prenant en compte ce type de lait pour le paiement du lait à la qualité vient d'être adopté par la CST.

### 2.3 - Détermination du point de congélation du lait de brebis

La méthode actuelle de référence ISO 5764 / FIL 108 (recherche de plateau) utilisée pour le lait de vache est applicable au lait de brebis.

Une étude collaborative a été réalisée, mais au vu des résultats ( $Sr=1,7\text{ m}^\circ\text{C}$   $SR=4,2\text{ m}^\circ\text{C}$  en g / 100 g), le Groupe de travail FIL / ISO / AOAC Eau a souhaité qu'elle soit renouvelée pour confirmation.

La méthode instrumentale à temps fixe, infrarouge, utilisée pour le tri, est directement applicable au lait de brebis. Un protocole d'évaluation des appareils prenant en compte ce type de lait pour le paiement du lait à la qualité vient d'être adopté par la CST.

### 2.4 - Numération des cellules somatiques du lait de brebis

Les compteurs automatiques sont calibrés à l'aide de laits étalons (de vache) dont la valeur de référence est déterminée par la méthode de référence par comptage visuel (FIL 148-1).

Cette méthode de référence est directement applicable au lait de brebis ainsi que l'ont attesté les essais menés lors du programme européen FAIR sur ce sujet mais des valeurs de fidélité reste à déterminer.

La méthode instrumentale selon la norme FIL 148-3 est directement applicable au lait de brebis mais nécessitera une adaptation du processus opératoire aux fortes teneurs en matière grasse et matière protéique. Un protocole d'évaluation des appareils prenant en compte ce type de lait pour le paiement du lait à la qualité vient d'être adopté par la CST.

### 2.5 - Méthodes microbiologiques

S'agissant de méthodes horizontales dans la plupart des cas, leur application est possible aux laits de petits ruminants

### 2.6 - Détection des inhibiteurs

Il n'y a pas de travaux au niveau national et international sur le sujet.

## BILAN

Les travaux en cours ou à réaliser sur le lait de brebis portent :

- pour la matière grasse sur :

- la détermination d'une méthode de référence (en cours à la FIL)
- le raccordement de la méthode butyrométrique et l'estimation de la fidélité (à effectuer en France)

- pour la matière protéique sur :

- la confirmation et/ou l'ajustement du raccordement de la méthode au noir amido (à effectuer en France)

- pour la détermination du point de congélation sur :

- l'estimation de la fidélité de la méthode

Philippe TROSSAT

## Abréviations

AG : acides gras

AGL : acides gras libres

CST : Commission Scientifique et Technique du Ministère de l'Agriculture (France)

EC : étude collaborative

FAIR 1 CT 95-0881: programme de l'Union Européenne intitulé "Stratégies de contrôle en fermes des comptages de cellules somatiques du lait de brebis et de chèvre"

MG : matière grasse

MP : matière protéique

r : écart maximal entre doubles

R : limite de reproductibilité

Sr : écart type de répétabilité

SR : écart type de reproductibilité

## Bibliographie

- TROSSAT Ph., **L'analyse du lait de chèvre et de brebis**, PréAO sous Powerpoint, AG CECALAIT 27 mai 2003, 28 p.

- TROSSAT Ph., **Note sur l'analyse du lait de chèvre**, CECALAIT, 7 avril 2003, 7 p.

