

2^e trimestre 2000

N°33

LA LETTRE DE CECALAIT

CECALAIT INRA SRTAL BP 89 39801 Poligny TEL : 03.84.73.63.20 TELECOPIE : 03.84.73.63.29

E-mail : bapt@poligny.inra.fr ou trossat@poligny.inra.fr

Rédaction achevée le 2 juin 2000

Equipe rédactionnelle : A. BAPTISTE; P. ROLLIER, Ph. TROSSAT

Relecture par : H. DAMOUR et les auteurs

SOMMAIRE

Errata

Méthodes de routine d'analyse du lait : le point sur la procédure d'autorisation d'emploi dans le cadre du paiement du lait

Evaluation : le Milkoscan 6000

Normes et projets de normes parus récemment

Enquête « microbiologie » : les réponses

Validations AFNOR

Brèves...

Du côté de la biblio...

Le dosage de la matière grasse du lait par la méthode Gerber : influence de l'alcool amylique

Nouveautés dans la réglementation

Rendez-vous

Errata

Une erreur s'est glissée dans la dernière Lettre de CECALAIT (n° 32). En page 1, à la 7^e ligne de la 1^{ere} colonne, il fallait lire, pour des teneurs d'urée anormalement basses ou élevées :

< 18 mg/dl ou >27 mg/dl au lieu de mg/l. Beaucoup d'entre vous auront sans doute rectifié d'eux-mêmes. Nous vous prions néanmoins d'excuser cette regrettable erreur

Méthodes de routine d'analyse du lait : le point sur la procédure d'autorisation d'emploi dans le cadre du paiement du lait

Le paiement du lait en fonction de sa composition et de sa qualité repose notamment sur la détermination de la matière grasse, de la matière protéique, de la flore banale (microorganismes à 30°C) et des cellules somatiques. Ses conditions d'application sont définies principalement par l'arrêté du 2/5/1985* qui spécifie notamment quelles sont les méthodes officielles d'analyse à utiliser. Un certain nombre de notes de service émanant du Service Vétérinaire d'Hygiène Alimentaire (SVHA) de la DGAL ont depuis lors précisé dans quelles conditions, d'autres méthodes plus rapides, instrumentales notamment, peuvent être autorisées d'emploi. La procédure à suivre avait déjà été décrite dans un précédent numéro de La Lettre de CECALAIT N°0 (octobre 1991). Quelques modifications, précisées en 1996, par une note d'information de la CST à destination des fabricants et distributeurs de matériels d'analyse, y ont été apportées depuis ; d'où un rappel et une actualisation dans ce présent numéro.

Rappelons que la CST est une Commission présidée par la DGAL, dont le rôle est d'autoriser l'emploi de matériels et de méthodes nouveaux pour les analyses de routine du lait. Se réunissant trimestriellement, elle comprend 16 membres, nommés par le Ministère de l'Agriculture (les arrêtés de nomination sont publiés au Journal Officiel), pour une durée de 4 ans. 8 représentent l'Administration (DGAL, DGCCRF, INRA...); 8 autres, dont les noms sont proposés par le CNIEL, représentent la filière laitière.

Un fabricant ou un distributeur de matériels d'analyses qui souhaite obtenir une autorisation d'emploi dans le cadre du paiement du lait pour un des ses appareils doit donc se conformer à une procédure, dont les étapes successives sont décrites ci-dessous.

- Dépôt conjoint d'un dossier de demande d'autorisation d'emploi à la CST et au CNIEL. Ce dossier doit en particulier détailler le mode d'emploi de l'appareil, fournir les études et communications techniques ou scientifiques le concernant et préciser quels sont ses avantages attendus.
- Essais, phase I, effectués à la demande de la CST par CECALAIT pour évaluer les caractéristiques analytiques et instrumentales de l'appareil, notamment sa stabilité, sa linéarité, sa répétabilité et sa justesse, ainsi que l'éventualité d'une contamination entre échantillons.

- Avant de poursuivre la procédure, validation par la CST du rapport remis à la suite des essais de phase I.
- Essais de fonctionnement en routine pendant deux mois, dans deux laboratoires interprofessionnels, phase II.
- Examen des résultats par la CST, qui juge en fonction de l'ensemble des résultats, s'il y a lieu d'accorder son autorisation d'emploi, en vue de l'utilisation de l'appareil dans le cadre du paiement du lait.
- Décision notifiée au demandeur, avec éventuellement publication d'un avis au Journal Officiel. Quoiqu'il en soit, des avis, donnant la liste de l'ensemble des appareils autorisés d'emploi dans le cadre du paiement du lait, paraissent régulièrement au Journal Officiel. (dernier en date, le 30/7/1997).

* La version réactualisée de cet arrêté devrait être publiée prochainement au JO

Abréviations

CNIEL : Centre National Interprofessionnel de l'Economie Laitière

CST : Commission Scientifique et Technique

DGAL : Direction Générale de l'Alimentation

DGCCRF : Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation et de la Répression des Fraudes

INRA : Institut National de la Recherche Agronomique

Bibliographie

- ♦ arrêté du 2/5/1985 : modalités techniques selon lesquelles sont prélevés et analysés les échantillons de lait livrés par les producteurs aux fins de la détermination de leur composition et de leur qualité. JO France du 12/6/1985, pages 6484-6489
- ♦ Note de service DQ/SVHA/N° 8112 du 30/9/1985
- ♦ Note de service DQ/SVHA/N° 86 du 22/1/1986
- ♦ Note à l'attention des fabricants et distributeurs de matériels d'analyse susceptibles d'être utilisés dans le cadre du paiement du lait en fonction de sa composition et de sa qualité. CST, 1996, 2 pages
- ♦ Avis relatif aux appareils d'analyse utilisés dans le cadre du paiement du lait en fonction de sa composition et de sa qualité, JO du 30/7/1997, page 11385

EVALUATION : LE MILKOSCAN 6000

L'analyseur moyen infrarouge, à transformée de Fourier, Milkoscan 6000 de la société Foss permet la détermination des teneurs en matière grasse, protéines et lactose du lait, ainsi que d'autres critères comme la teneur en urée ou un équivalent « point de congélation ». Il peut être calibré selon deux modes de calcul différents. D'une part, un mode « traditionnel », la régression des moindres carrés partiels (PLS traditionnel), appliquée aux réponses obtenues aux longueurs d'onde habituellement utilisées pour la matière grasse et les protéines, s'utilise pour le dosage des composants majeurs. D'autre part, un mode expérimental, la PLS appliquée aux réponses obtenues sur un plus large éventail de longueurs d'onde (PLS Spectrum) convient pour l'ensemble des critères. CECALAIT a évalué les caractéristiques analytiques et instrumentales de l'appareil, pour la détermination de la matière grasse, des protéines et de l'équivalent « point de congélation », en utilisant les deux modes de calibrage. Ses caractéristiques de base : stabilité instrumentale et traçage apparaissent très satisfaisantes. Sa linéarité est, de même, correcte pour les plages de taux usuels. Quel que soit le mode de calibrage, les valeurs de répétabilité et de justesse, tant pour les laits individuels, que pour les laits de troupeaux sont conformes aux exigences réglementaires et normatives.

Le Milkoscan 6000 est un appareil automatique d'analyse du lait par spectrométrie moyen infrarouge, fabriqué et commercialisé par la société FOSS. Il permet de déterminer la teneur en matière grasse, en matière protéique et en lactose du lait et propose, en outre, la détermination d'autres critères tels que la teneur en urée et un équivalent point de congélation. Il a été évalué en phase I (cf page 1) par CECALAIT de juillet à octobre 1999.

L'APPAREIL

Il utilise un système infrarouge mono-faisceau basé sur la technique de la transformée de Fourier (IRTF) et comprend un interféromètre. Fonctionnant à haute cadence (450 échantillons / heure), il est entièrement piloté par un logiciel sous environnement Windows.

Il dispose de deux types de calculs pour concevoir un calibrage, à partir du signal primaire :

- ♦ la régression des moindres carrés partiels (PLS), à partir des absorbances obtenues aux longueurs d'ondes habituellement utilisées pour le calcul par régression multilinéaire (MLR), à savoir 3 longueurs d'onde pour la matière grasse et 4 pour les protéines (cf norme FIL 141 B: 1996).

Ce calibrage est dit « calibrage P.L.S. traditionnel » et convient pour la prédiction de la matière grasse, de la matière protéique et du lactose. Soulignons qu'il aboutit à des coefficients identiques à ceux qui seraient calculés par un calcul par M.L.R..

- ♦ la régression des moindres carrés partielle (PLS), à partir d'un ensemble d'absorbances du spectre des échantillons de calibrage. Ce mode est dit « calibrage P.L.S. Spectrum ». Il s'applique à la prédiction de l'urée et de l'équivalent point de congélation, mais convient également pour la matière grasse, la matière protéique et le lactose.

LES ESSAIS

Les essais d'évaluation ont été menés :

- au laboratoire de physico - chimie de CECALAIT pour les analyses de référence et les analyses infra-rouge au Milkoscan 6000
- au Laboratoire départemental d'Analyses du Jura (LDA 39), site de POLIGNY pour les analyses infrarouge comparatives avec un Milkoscan 4000.

S'intéressant aux critères matière grasse, matière protéique et équivalent point de congélation, ils ont porté sur les points suivants :

- Evaluation de la stabilité de l'appareil
- Evaluation de la contamination entre échantillons
- Evaluation de la linéarité
- Evaluation de la répétabilité
- Evaluation de la justesse

Les critères d'appréciation des paramètres estimés se basent, soit sur la norme FIL 141 B: 1996 "Guide pour l'utilisation des appareils de dosage par absorption dans le moyen infra - rouge", soit sur la « norme » d'utilisation des appareils infrarouge dans le cadre du paiement du lait en France (CNIEL).

① STABILITE

Elle a été évaluée à l'aide de 3 laits, couvrant la gamme de mesure normale en matière grasse et matière protéique. Ils ont été analysés, en mode automatique, en double, toutes les 15 minutes au cours d'une demi-journée de travail, ceci représentant environ 15 cycles de mesure.

Quel que soit le mode de calibrage utilisé, les résultats montrent que, pour les critères matière grasse et matière protéique, les valeurs moyennes journalières d'écart type de reproductibilité (S_R) observées sont conformes à celles déduites de la norme FIL 141 B, soit $S_R < 0,27g/kg$.

Pour le paramètre équivalent point de congélation (FPD), en l'absence de valeurs normalisées ou présentes dans le manuel du CNIEL, c'est la valeur de reproductibilité de la méthode de référence FIL 108, c'est à dire, $R = 5 m^{\circ}C$ qui sert de repère. Les valeurs de reproductibilité obtenues sont toutes inférieures à cette valeur.

② CONTAMINATION ENTRE ECHANTILLONS

Ce critère a été évalué en mode d'analyse automatique, par les analyses successives d'un même lait individuel de vache et d'eau distillée, selon la séquence : « LAIT - LAIT - EAU* - EAU* », répétée vingt fois. La mesure a porté sur les critères habituels : Matière grasse, Matière protéique et lactose, et ce à 3 niveaux de composition en matière grasse et matière protéique.

Le taux de contamination (Tc) a été estimé par la formule :

$$Tc = [(S(Eau 1) - S(Eau 2)) / (S(Lait 2) - S(Eau 2))] \times 100$$

Dans ces conditions, le système MS 6000 laisse apparaître des contaminations entre échantillons successifs allant de 0,39 à 0,97%, quel que soit le composant et le niveau testés. Ces taux satisfont donc à la limite d'acceptabilité de 1%, appliquée aux méthodes rapides de détermination de la richesse du lait pour le paiement du lait et le contrôle laitier.

NB : pour des raisons de conductivité liée au déclenchement de l'analyse, les échantillons d'eau ont été additionnés de KCl à 0,4 %, selon les recommandations du constructeur.

③ LINEARITE

Elle a été évaluée pour chacun des canaux analytiques, à l'aide de gammes de 11 laits, aux teneurs régulièrement réparties, variant de :

- ♦ 0 à 120 g/L de matière grasse, réalisées par mélange proportionnel (P/V) à partir de crème et de lait écrémé,
- ♦ 0 à 83 g/L de matière protéique, réalisées par mélange proportionnel (P/V) à partir de rétentat de protéines et de filtrat obtenu par ultrafiltration tangentielle (seuil de coupure 10 KD).

Ces gammes ont été analysées sur le MS 6000 en mode automatique, en double, dans l'ordre croissant, puis dans l'ordre décroissant des taux de matière grasse. L'évaluation de la linéarité a été effectuée sur les données brutes, correspondant au signal primaire obtenu pour la matière grasse et la matière protéique. Ces données ont donc été utilisées avant application des coefficients P.L.S, et, en conséquence ne sont pas corrigées par rapport aux interactions entre composants.

Les résultats montrent que l'ajustement de la linéarité, proposé par le constructeur, convient pour les laits de vache de teneur classique. En effet, la linéarité est satisfaisante pour toute l'étendue des teneurs testées en protéines et en MG. Cependant pour l'analyse des laits à teneur élevée, comme par exemple, les laits de brebis en fin de lactation (MG > 100 g/L), il apparaîtrait souhaitable d'optimiser la linéarité sur une gamme de concentrations plus étendue. Ceci est possible en appliquant un polynôme d'ordre 3 au traitement du signal obtenu.

④ REPETABILITE

La répétabilité de l'appareil a été évaluée en mode d'analyse automatique, à partir de 140 laits individuels de vache prélevés dans huit élevages du Jura et de 55 laits de troupeaux. Cet ensemble couvrait une plage de taux allant de 16 à 73 g/L en matière grasse et de 26 à 48 g/L en matière protéique.

Les dosages ont été effectués, en doublant chaque série de 10 échantillons et en contrôlant la stabilité de la réponse instrumentale par l'analyse d'un lait témoin entre les répétitions de séries. Il n'y a eu addition de conservateur (bronopol à 0,02%) qu'aux laits individuels.

La répétabilité a été évaluée selon les différentes possibilités de calibrage de l'appareil, soit :

- ♦ en calibrage P.L.S. «Traditionnel» pour la matière grasse et la matière protéique,
- ♦ en calibrage P.L.S. «Spectrum» ,pour la matière grasse, la matière protéique et l'équivalent point de congélation.

Le tableau 1 (cf page 4) regroupe l'ensemble des résultats obtenus

avec / with

PLS : moindres carrés partiels / **partial least squares**

FPD : équivalent point de congélation

Freezing Point Detection

\bar{X} : moyenne / **mean**

n : nombre d'échantillons / **number of samples**

Sx : écart-type de série

standard deviation between sets of about 20 samples – each set is analyzed twice -

Sr : écart- type de répétabilité

standard deviation of repeatability

Sr % : écart type de répétabilité relatif

relative standard deviation of repeatability

r : écart maximum entre doubles

maximum deviation between doubles.

Le tableau montre que le Milkoscan 6000 offre une répétabilité conforme aux prescriptions de la norme FIL 141 B : 1996, soient **Sr = 0,14 g/L et r = 0,4 g/L**, pour la matière grasse et la matière protéique, quel que soit le mode de calibrage, P.L.S. Traditionnel ou Spectrum, retenu.

En ce qui concerne le critère équivalent point de congélation (FPD), les valeurs de répétabilité obtenues (Sr ≈ 0,55 m°C pour les laits individuels et de troupeaux) sont inférieures à la limite de la méthode de référence au cryoscope à thermistance (Sr = 1,4 m°C).

tableau 1 : évaluation de la répétabilité
table 1 : repeatability

	N	\bar{X}	Sx	Sr	Sr %	r
LAITS INDIVIDUELS / INDIVIDUAL MILKS						
Matière grasse (g/L) fat P.L.S. Traditionnel « traditional PLS »	140	42,28	9,96	0,120	0,28 %	0,332
Matière grasse (g/L) fat P.L.S. Spectrum	140	43,64	10,33	0,083	0,19 %	0,230
Matière protéique protein (g/L) P.L.S. Traditionnel « traditional PLS »	140	33,26	3,87	0,050	0,15 %	0,139
Matière protéique protein (g/L) P.L.S. Spectrum	140	34,23	4,09	0,036	0,11 %	0,100
F.P.D. (m°C) PLS Spectrum	140	- 482,2	- 10,64	- 0,556	- 0,12 %	- 1,54
LAITS DE TROUPEAUX / HERD MILKS						
Matière grasse (g/L) fat P.L.S. Traditionnel « traditional PLS »	55	39,50	2,80	0,137	0,35 %	0,379
Matière grasse (g/L) fat P.L.S. Spectrum	55	40,24	2,81	0,084	0,21 %	0,233
Matière protéique (protein (g/L) P.L.S. Traditionnel « traditional PLS »	55	33,74	1,21	0,048	0,14 %	0,133
Matière protéique protein (g/L) P.L.S. Spectrum	55	34,73	1,29	0,051	0,15 %	0,141
F.P.D. (m°C) PLS Spectrum	55	- 480,7	- 6,19	- 0,533	- 0,11 %	- 1,48

⑤ JUSTESSE

La justesse a été évaluée à l'aide de deux types d'échantillons :

- ♦ d'une part, 112 laits individuels de vache provenant de 7 élevages du Jura, conservés avec du bronopol (0,02 % final), pour l'étude de la conformité pour le contrôle laitier,

- ♦ d'autre part, 55 laits de troupeaux provenant de la région Franche-Comté, sans conservateur, pour l'étude de la conformité pour le paiement du lait.

Les méthodes de référence utilisées sont les méthodes officielles de paiement du lait, à savoir :

- ♦ la méthode acidobutyrométrique Gerber pour la matière grasse, avec analyse en simple mais confirmée en cas de résidus trop importants,
- ♦ la méthode au Noir Amido pour la matière protéique, avec analyses en double,

ainsi que la méthode normalisée de détermination du point de congélation, par recherche de plateau, à l'aide d'un cryoscope à thermistance (norme FIL 108B).

Les analyses effectuées par le Milkoscan 6000 ont été réalisées en doubles non consécutifs, avec un contrôle de la stabilité du signal, comme au point ④.

Pour les critères matière grasse et protéique, l'évaluation a porté :

- ♦ d'une part, sur les valeurs obtenues après des calibrages «P.L.S. traditionnel» à partir d'une gamme de 13 échantillons de laits reconstitués en réseau orthogonal de TB TP selon la technique décrite par O. LERAY (1989),
- ♦ d'autre part sur les valeurs obtenues à partir des calibrages «P.L.S. Spectrum», réalisés par la société Foss, non ajustés avec des laits locaux.

Cette dernière procédure a également été appliquée au critère « Equivalent point de congélation » (FPD).

La justesse a été appréciée en calculant les moyennes des écarts, les écarts types des écarts, les écarts types résiduels et les équations des régressions linéaires estimées en prenant en variable expliquée Y, la méthode de référence et en variable explicative X, le Milkoscan 6000.

Les tableaux 2 et 3 regroupent les résultats obtenus, sur laits individuels, respectivement sur laits de troupeaux

tableau 2 : justesse du Milkoscan 6000 sur laits individuels
 table 2 : accuracy of Milkoscan 6000 on individual milks

	MG / fat P.L.S.Trad g/L	MG / fat P.L.S. Spect g/L	MP / protein P.L.S.Trad g/L	MP/ protein P.L.S. Spect g/L	F.P.D. m°C x -1
\bar{Y}	41,63	41,63	32,86	32,86	524,0
\bar{X}	41,38	42,70	32,85	33,80	482,0
Sy	7,77	7,77	3,48	3,48	8,72
$\bar{d} = \bar{X} - \bar{Y}$	-0,25	+1,07	-0,01	+0,94	-42,0
Sd	0,677	0,753	0,345	0,367	7,43
Sy,x	0,667	0,654	0,340	0,346	6,10
b	0,9831	0,9533	1,0195	0,965	(1)
a	0,953	0,923	-0,629	+0,255	(1)
n	112	112	112	112	111

(1) valeurs non communiquées car non significatives du fait de la faible amplitude des taux rencontrés

tableau 3 : justesse du Milkoscan 6000 sur laits de troupeaux
 table 3 : accuracy of Milkoscan 6000 on herd milks

	MG / fat P.L.S.Trad g/L	MG / fat P.L.S. Spect g/L	MP / protein P.L.S.Trad g/L	MP/ protein P.L.S. Spect g/L	F.P.D. m°C x -1
\bar{Y}	39,27	39,27	33,81	33,81	516,6
\bar{X}	39,54	40,24	33,73	34,72	480,46
Sy	2,79	2,79	1,21	1,21	8,05
$\bar{d} = \bar{X} - \bar{Y}$	+0,28	+0,98	-0,08	+0,91	-36,1
Sd	0,298	0,287	0,131	0,155	3,08
Sy,x	0,292	0,282	0,132	0,124	2,80
b	0,9750	0,976	0,9955	0,9278	1,2119
a	+ 0,710	-0,013	+0,232	+1,596	-65,67
n	55	55	55	55	55

NB : pour l'évaluation du FPD, 5 laits de troupeaux ont été dilués à 3 % pour élargir la gamme de taux en équivalent point de congélation

avec / with

PLS : moindres carrés partiels / partial least squares

FPD : équivalent point de congélation
 Freezing Point Detection

\bar{X} : moyenne appareil / mean Milkoscan 6000

\bar{Y} : moyenne référence / mean reference values

Sy : écart de série / difference among sets

$\bar{d} = \bar{X} - \bar{Y}$: moyenne des écarts appareil-référence
 mean of the differences

Sd : écart-type des écarts
standard deviation of the differences

Sy,x : écart-type résiduel de la régression
residual standard deviation for the linear regression

équation de la régression linéaire estimée, où la variable expliquée Y est le résultat donné par la méthode de référence et la variable explicative X, le résultat instrumental : $Y = bX + a$,
avec b : pente, a : ordonnée à l'origine

**equation of the estimated linear regression, where Y is the result given by the reference method and X the result given by Milkoscan 6000 : $Y = bX + a$,
with b : slope, a : point 0 ordinate**

n : nombre d'échantillons / **number of samples**

Les tableaux 2 et 3 montrent que les biais moyens, pour la matière grasse, sont de :

- - 0,25 g/L et + 0,28 g/L, en calibrage PLS traditionnel,
- + 1,07 g/L et + 0,98 g/L, en calibrage PLS Spectrum,

respectivement en laits individuels et en laits de troupeaux.

Les pentes de régression ne sont pas significativement différentes de 1,00 pour les laits de troupeaux, mais le sont, pour chacun des calibrages, en laits individuels. Les écarts type résiduels de régression sont :

- 0,667 et 0,292 en calibrage PLS traditionnel,
- 0,654 et 0,282 en calibrage PLS Spectrum,

respectivement en laits individuels et en laits de troupeaux.

En ce qui concerne la matière protéique, les biais moyens sont de :

- - 0,01 g/L et - 0,08 g/L, en calibrage PLS traditionnel,
- + 0,94 g/L et + 0,91 g/L, en calibrage PLS Spectrum,

respectivement en laits individuels et en laits de troupeaux.

Les pentes de régression sont significativement différentes de 1,00 pour chacun des calibrages, en laits individuels, ainsi qu'en laits de troupeaux, avec le calibrage PLS Spectrum. La pente n'est pas significativement différente de 1,00, en laits de troupeaux, pour le calibrage PLS traditionnel. Les écarts types résiduels de régression obtenus sont de :

- 0,340 et 0,132 en calibrage PLS traditionnel,
- 0,346 et 0,124 en calibrage PLS Spectrum,

respectivement en laits individuels et en laits de troupeaux.

En tout état de cause, les écarts observés pour les pentes et les biais, par rapport aux valeurs théoriques (1 et 0) restent faibles et en accord avec les exigences des utilisateurs.

En ce qui concerne l'équivalent point de congélation, les calculs de régression laissent apparaître un écart type résiduel proche de **6 m°C**, en laits individuels et de **2,8 m°C**, en laits de troupeaux, soit une précision d'estimation, pour ces derniers de **± 5,6 m°C**.

➤ **En conclusion**, pour les critères matière grasse et matière protéique, l'appareil Milkoscan 6000 satisfait aux exigences de la

norme FIL 141 fixant à 1,0 g/kg pour les laits individuels et 0,7 g/kg pour les laits de troupeaux, les valeurs d'écarts type résiduel de régression, que ce soit avec le calibrage PLS traditionnel (identique MLR) ou avec le calibrage expérimental PLS Spectrum.

Pour le calibrage PLS «Traditionnel» le biais moyen (d) est légèrement supérieur à la tolérance de +/- 0,15 g/kg pour le critère matière grasse (-0,28). Il peut toutefois s'expliquer par le décalage d'environ un mois entre la préparation de la gamme d'étalonnage et l'analyse des laits de troupeaux. Pour le calibrage PLS Spectrum, les biais moyens plus importants (de l'ordre de 1 g/L) aussi bien pour la matière grasse que les protéines peuvent s'expliquer par le fait que les résultats instrumentaux n'ont pas été ajustés avec des laits de la région et sont obtenus directement à partir d'un calibrage réalisé avec des laits du Danemark. Un ajustement basé sur l'analyse d'échantillons de la zone de collecte, comme requis dans la norme FIL 128 est nécessaire, pour tous les critères : matière grasse et protéines, aussi bien que l'équivalent point de congélation.

Pour ce dernier point, les résultats de justesse sont conformes aux valeurs avancées par la société FOSS, soit $Sy,x < 4 \text{ m}^\circ\text{C}$ pour les laits de troupeaux.

⑥ CONCLUSION GENERALE

Soumis à l'évaluation de la conformité de ses performances par rapport aux exigences du cadre réglementaire du paiement du lait et du contrôle laitier en France pour les critères matière grasse et protéines, le Milkoscan 6000 a donné toute satisfaction. En effet, ses caractéristiques de base, stabilité instrumentale, traçage, se sont avérées conformes à l'utilisation attendue de ce matériel. Les caractéristiques de linéarité, sont apparues satisfaisantes sur les plages de taux usuellement rencontrées en lait de troupeaux ou en lait individuel de vache.

Sur le plan de la répétabilité, les valeurs d'écarts types estimées apparaissent conformes aux exigences normatives et réglementaires pour la matière grasse et les protéines. De même, ses performances de précision mesurées par les moyennes et les écarts types des écarts ainsi que les écarts types résiduels liés aux régressions, satisfont aux mêmes exigences.

On peut remarquer que la précision obtenue en matière grasse et en protéines sur les laits individuels ou les laits de troupeaux avec le calibrage PLS traditionnel (équivalent MLR) est équivalente à celle obtenue avec le calibrage PLS Spectrum (Foss).

En ce qui concerne le critère équivalent point de congélation, les performances analytiques du Milkoscan 6000 sont conformes aux performances annoncées par le fabricant. Sa répétabilité apparaît, en outre, inférieure à la valeur indiquée par la méthode de référence (cryoscopie par recherche de plateau). Cette mesure, relativement précise, peut constituer une méthode économique de tri des laits avant analyse cryoscopique.

Abréviations

CNIEL : Centre National Interprofessionnel de l'Economie Laitière

FPD : freezing point detection : équivalent « point de congélation »

LDA 39 : Laboratoire Départemental d'Analyses de Poligny

MLR : régression linéaire multiple

PLS : moindres carrés partiels

Bibliographie

- ♦ **FIL 108 B: 1991** Détermination du point de congélation (méthode au cryoscope à thermistance)
- ♦ **FIL 128: 1985** Définition et évaluation de la précision globale des méthodes indirectes d'analyse du lait. Application au calibrage et au contrôle de qualité.
- ♦ **FIL 141 B: 1996** Détermination des teneurs en matière grasse laitière, protéines et lactose. Guide pour l'utilisation des appareils de dosage par absorption dans le moyen infrarouge

- ♦ **CNIEL** : « norme » d'utilisation des appareils infrarouge dans le cadre du paiement du lait en France
- ♦ **LERAY O.** Ajustement – Calcul des intercorrections des spectrophotomètres utilisés pour les dosages TB-TP-TL du lait en moyen infrarouge. Note technique ITEB-INRA Poligny n°2, 1989, 14 pages
- ♦ **TROSSAT Ph.** Rapport d'évaluation du Milkoscan 6000. CECALAIT, 1999, Poligny, 19 pages

Normes et projets de normes parus récemment (reçus entre Mars et Mai 2000)

NORMES FIL

FIL 170A :1999. LAIT ET PRODUITS LAITIERS. Dénombrement d'*Escherichia coli* présumés : partie 1 : technique du nombre le plus probable / partie 2 : technique du nombre le plus probable à l'aide de 4-méthylumbelliferyl- β -D-glucuronide (MUG) / partie 3 : technique de comptage des colonies à 44°C sur membranes.

Il s'agit de la version définitive de la norme provisoire de 1994.

NORMES INTERNATIONALES ET FRANCAISES

NF ISO 9622, février 2000, AFNOR V 04-056 (ICS 67.100.10 – *lait et produits laitiers transformés*-). LAIT ENTIER. Détermination des teneurs en matière grasse laitière, en protéines et en lactose. Lignes directrices pour l'utilisation des appareils de dosage par absorptions dans le moyen infrarouge. Ce texte est quasi équivalent à la norme FIL 141B :1996

ISO 1211 :1999 décembre 1999. LAIT. Détermination de la teneur en matière grasse. Méthode gravimétrique de référence. Ce texte remplace la version de 1984. Cette norme sera reprise prochainement dans la normalisation française et européenne, puisqu'il y a un projet de norme NF EN ISO 1211 depuis novembre 1999.

NORMES EUROPEENNES ET FRANCAISES

NF EN ISO 1737, mars 2000, AFNOR V 04-345 (ICS 67.100.10 – *lait et produits laitiers transformés*-) LAIT CONCENTRE SUCRE ET NON SUCRE Détermination de la teneur en matière grasse. Méthode gravimétrique de référence.

NF EN ISO 7328, mars 2000, AFNOR V 04-373 (ICS 67.100.40 – *crèmes glacées et glaces*-) GLACES DE CONSOMMATION ET PREPARATIONS POUR GLACE A BASE DE LAIT Détermination de la teneur en matière grasse. Méthode gravimétrique de référence.

Pour ces deux normes, les différences par rapport aux versions précédentes datant de 1985 sont liées à l'adoption de ces textes

en tant que normes européennes reprenant intégralement les normes ISO correspondantes, dans leur version la plus récente, et sont donc principalement d'ordre rédactionnel. Une modification significative apparaît cependant sur le plan de la méthodologie : la **possibilité d'utiliser du pentane en lieu et place de l'éther de pétrole.**

PROJETS DE NORMES AFNOR, SOUMIS A ENQUETE

Projet NF EN 13783, V 03-007, février 2000. Produits alimentaires. Détection d'aliments ionisés en utilisant la technique d'épifluorescence après filtration et dénombrement de la flore aérobie sur milieu gélosé (DEFT / APC). Méthode par criblage.

Projet NF EN 13784, V 03-008, février 2000. Produits alimentaires. Détection d'aliments ionisés en utilisant le test de criblage de comète d'ADN.

Projet NF EN 13804, V 03-080, mars 2000. Produits alimentaires. Dosage des éléments trace. Critères de performance et généralités.

Projet NF EN 13806, V 03-082, mai 2000. Produits alimentaires. Dosage des éléments trace – Dosage du mercure par spectrométrie d'absorption atomique par génération de vapeurs froides après digestion sous pression

Projet NF ISO 16269-7, X 06-040-7, mars 2000. Interprétation statistique des données. Partie 7 : médiane : estimation et intervalles de confiance.

➤ à signaler également la parution de :

↳ Deux textes concernant l'analyse sensorielle :

- **NF ISO 11056 mars 2000, AFNOR V 09-019.** Analyse sensorielle. Méthodologie. Méthode d'estimation de la grandeur.

▪ **Projet NF EN 1230-1, mai 2000**, AFNOR Q 03-085, . Papier et carton destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires. Analyse sensorielle – Partie 1 : odeur

↳ du recueil **Hygiène dans la restauration. Equipements et bonnes pratiques.**

Enquête « microbiologie » : les réponses

Au début de cette année vous avez reçu deux questionnaires, l'un sur la mise en place d'échantillons de référence (ETG) en microbiologie, l'autre sur l'ouverture d'un site Internet. Vous avez été nombreux à nous répondre, de France ou de l'étranger (118 laboratoires français, 37 laboratoires étrangers, soit 29% de retour globalement...un taux remarquable dans ce genre d'enquête !) et nous vous en remercions chaleureusement.

Pour l'heure, le deuxième questionnaire est encore en cours de traitement, mais l'enquête « microbiologie » a, en revanche été entièrement traitée et analysée. Voici les points importants qu'elle a mis en lumière !

Dès le départ, l'examen des réponses venues de France a montré qu'une population de laboratoires présente un profil bien particulier, original à bien des égards, par rapport à l'ensemble des réponses. Ce sont les laboratoires interprofessionnels. Ils se distinguent d'ailleurs, d'emblée, par un taux de réponse massif au questionnaire (64%, soit 16 laboratoires). C'est pourquoi leurs souhaits font l'objet d'une colonne particulière dans le tableau 4 ci-dessous.

↳ **échantillons à teneur garantie « Flore mésophile aérobie » (Germes à 30°C)**

C'est le type d'échantillons que nous envisageons de développer en premier. L'enquête révèle l'intérêt évident manifesté par les laboratoires : 73% de ceux ayant répondu se déclarent intéressés, à savoir tous les laboratoires interprofessionnels, 64% des autres laboratoires français, 86% des laboratoires étrangers. Notre projet correspond donc à un besoin réel !

La majorité d'entre eux, soit 86% (96% des français*, 78% des étrangers), préféreraient utiliser ces ETG pour vérifier une méthode « classique » en milieu gélosé. Seuls 28% se prononcent en faveur d'un appareil automatique. Les laboratoires interprofessionnels, en revanche, contrairement aux autres laboratoires, utiliseraient massivement ces ETG pour la vérification des appareils automatiques de dénombrement : 81%. Ils seraient cependant encore 56% à les utiliser également pour vérifier la méthode « classique » sur milieu gélosé.

Quant aux détails pratiques, le tableau 4 ci-dessous regroupe les préférences exprimées.

avec / with

LI : laboratoires interprofessionnels / *interprofessional laboratories*
* laboratoires français autres que les laboratoires interprofessionnels / *other french laboratories*

tableau 4: souhaits pratiques pour les échantillons « flore mésophile aérobie »

table 4: practical wishes for samples « microorganisms at 30°C »

	France* (%)	LI (%)	Etranger abroad (%)	Total (%)
Niveaux de contamination contamination levels				
1	31	33	13	26
2	49	27	45	45
3	24	47	48	33
Volume de l'échantillon volume of the sample				
10 ml	47	13	26	37
20 mL	28	13	23	25
30 mL	20	53	45	30
Fréquence / frequency				
hebdomadaire weekly	4	47	12	11
bimensuelle fortnightly	5	7	6	6
mensuelle monthly	30	33	22	29
trimestrielle quarterly	33	7	31	29
ponctuelle on request	33	27	28	31

↳ **Développements ultérieurs**

Quand les échantillons « flore mésophile aérobie » seront opérationnels, nous envisageons d'élargir la gamme d'échantillons « microbiologie ». Dans ce cadre, les laboratoires,

autres que les interprofessionnels, ayant répondu à l'enquête seraient intéressés principalement par :

- ♦ le dénombrement des coliformes : 61% de laboratoires intéressés,
- ♦ le dénombrement d'*Escherichia coli* et *L* ou des staphylocoques, ainsi que la détection de *Salmonella* et *L* ou *Listeria* : entre 40 et 50% de laboratoires intéressés.

Les attentes des laboratoires interprofessionnels sont, à nouveau, différentes des autres. Le point qui les intéresserait le plus, et de

loin, est en effet le dénombrement des spores butyriques (81%). Viennent ensuite la détection de *Salmonella* et *L* ou *Listeria* : entre 60 et 70% de laboratoires intéressés, puis seulement le dénombrement des coliformes ou de *E. coli* (50%).

👉 **En conclusion**, nous vous remercions de nous avoir informés de vos besoins et souhaits. Répondre à des attentes aussi diverses, voire contradictoires, tout en tenant compte d'impératifs techniques ou économiques, ne sera sans doute pas chose facile. Mais nous allons faire de notre mieux et vous donnons rendez-vous pour la « sortie » des premiers échantillons à teneur garantie « microbiologie » !

Validations AFNOR

Le département Certifications de l'AFNOR nous a fourni sa dernière liste de méthodes alternatives d'analyses validées, en date du 11/2/2000, ainsi que quelques informations complémentaires.

Il n'y a pas eu de nouvelle validation, au cours des derniers mois. En revanche, le test de détection *Listeria* spp de Transia (n° TRA 02/6 - 11/95) a vu sa validation reconduite pour une période de 4 ans, jusqu'en novembre 2003.

En outre, la validation du système d'immuno-analyse mini VIDAS, avec le kit VIDAS *Listeria monocytogenes* (n° d'attestation BIO 12/3 - 03/96) a été prolongée jusqu'en juillet 2000 (dossier en cours).

Sont également en cours, les dossiers pour la reconduction de la validation des :

- Dynabeads anti *E. coli* O157 et anti *Salmonella* (n°s d'attestations respectifs : DYN-16/2 - 06/96 et DYN-16/1 - 06/96)
- Probelia *Salmonella* (n° d'attestation : SDP-07/2 - 06/96).

Nous vous rappelons que la liste des méthodes validées, ainsi que toutes les attestations de validation sont disponibles auprès de l'AFNOR, département Certification. Dans notre prochain numéro, nous prévoyons d'ailleurs une mise au point sur l'ensemble des méthodes validées.

Brèves

Début mai, le ministre de l'Agriculture a annoncé la mise en place du Conseil National de l'Alimentation. Composé de 47 membres, représentant toute la chaîne alimentaire, du producteur au consommateur, il est chargé

notamment de faire le bilan des crises sanitaires de la décennie et de faire le point sur le principe de précaution et la traçabilité. (cf Le mel agricole, n°6)

Du côté de la biblio

Vous trouverez ci-joint la liste complète des références repérées pour notre base de données sur les techniques analytiques laitières au cours du dernier trimestre.

Si vous souhaitez obtenir des précisions sur ces références, ou la copie d'un document signalé, n'hésitez pas à prendre contact avec nous.

➤ A signaler également la parution

Dans la revue *Lait* d'un n° spécial, avec les actes du séminaire FIL de Saint Malo, consacré aux procédés

membranaires et aux nouveaux produits dans l'industrie laitière. 7 au 10 juin 1999. (*Lait*, 2000, Vol. 80, N° 1.)

Dans la revue *RIA* d'un article, comprenant deux tableaux très intéressants. L'un récapitule les hydrocolloïdes utilisés comme stabilisants dans les produits laitiers frais, l'autre compare les différentes législations sur les yaourts dans quelques pays de l'Union Européenne.

(P. LANGLEY-DANYSZ. Stabilisants : les tendances du marché. *RIA*, 2000, n° 601, p. 39-41).

LE DOSAGE DE LA MATIERE GRASSE DU LAIT PAR LA METHODE GERBER : INFLUENCE DE L'ALCOOL AMYLIQUE

*(résumé de l'intervention de M TROSSAT de CECALAIT
lors de l'Assemblée générale de CECALAIT en juin 1999)*

La méthode acidobutyrométrique Gerber est largement pratiquée dans l'ensemble des laboratoires laitiers pour le dosage, en routine, de la matière grasse du lait. L'un des réactifs qu'elle utilise est l'alcool amylique, un mélange de deux isomères. Les études menées à la suite d'observations de terrain ont montré que la justesse de la méthode dépend des proportions d'isomères en présence. Dès lors, il a été possible de déterminer par calcul une composition « idéale » de l'alcool amylique, afin de garantir l'équivalence de la méthode Gerber et de la méthode de référence Röse-Gottlieb dans la zone des taux butyreux usuels des laits entiers. Après validation, cette donnée nouvelle sera intégrée dans la révision de la norme V 04-210, à paraître dans le courant de l'année 2000.

La méthode acidobutyrométrique Gerber est utilisée depuis de nombreuses années comme méthode de routine pour le dosage de la matière grasse du lait, dans l'ensemble des laboratoires laitiers. Elle est, en effet, moins onéreuse et plus facile à mettre en œuvre que la méthode gravimétrique de référence, dite de Röse-Gottlieb. Cependant la relation de justesse liant les deux méthodes a toujours été examinée avec beaucoup d'attention par les organismes de normalisation à travers le monde. Il est connu, en effet, depuis longtemps qu'il n'y a pas équivalence stricte, d'où des révisions régulières de la méthode Gerber, afin d'en optimiser la précision. Par ailleurs, certains laboratoires français travaillant avec des laboratoires étrangers ont constaté des différences dans les résultats obtenus, en fonction de la provenance d'un des réactifs : l'alcool amylique (cf encadré).

CECALAIT a alors initié des travaux pour étudier l'influence de la composition de ce réactif. Menés dans le cadre de la Commission « Produits Laitiers » de l'AFNOR, en collaboration avec les laboratoires officiels de la DGCCRF et les laboratoires interprofessionnels, ces travaux ont d'abord permis de remédier au problème des différences entre alcools d'origine différente, en en définissant plus précisément la composition. L'objectif de travail est ensuite devenu plus ambitieux, visant à étudier et proposer une composition idéale permettant d'avoir une équivalence entre les résultats obtenus par la méthode Gerber et la méthode Röse-Gottlieb, sur une zone de taux butyreux aussi étendue que possible.

INFLUENCE DE L'ALCOOL ISOAMYLIQUE

Les réactions mises en œuvre dans la méthode Gerber sont complexes, mais la présence d'alcool amylique est destinée à faciliter la séparation de la matière grasse dans le butyromètre. Or il y a quelques années, des laboratoires avaient constaté que selon la provenance de l'alcool, en France, mais bien plus encore lors d'échanges internationaux, des écarts, parfois considérables, pouvaient apparaître dans les résultats de matière grasse.

L'hypothèse que certains alcools pouvaient n'être pas conformes à la norme avait alors été émise. En effet, dans la norme V 04-210 qui décrit la méthode Gerber en France, une annexe détaille les spécifications de l'alcool amylique (cf encadré).

Après prélèvement et analyse de 7 alcools du commerce, provenant de 7 fournisseurs différents, les laboratoires de la DGCCRF avaient conclu que tous étaient conformes. Cependant, l'analyse par chromatographie en phase gazeuse du ratio des deux isomères composant le mélange avait montré, qu'au sein d'alcools respectant tous ces spécifications, le pourcentage de méthyl-3 butanol 1 pouvait varier de 70% à 100%.

En parallèle, l'examen des résultats obtenus, de 1991 à 1996, dans les essais d'aptitude mettait en évidence l'existence d'un décalage entre les résultats obtenus par la méthode Gerber et la méthode Röse-Gottlieb. Cet écart, de -0,3 g à l'époque, dans la plage des taux moyens, (il a été considérablement réduit depuis) n'était cependant pas constant pour tous les taux.

L'organisation d'un essai interlaboratoire pour cerner clairement l'influence de la composition de l'alcool amylique sur la justesse de la méthode Gerber s'imposait donc. Cela a été chose faite en 1997.

Dix laboratoires ont alors analysé en double une gamme de 10 échantillons aux taux régulièrement répartis entre 15 et 50 g de MG/L. Ils ont pratiqué la méthode Gerber en utilisant 3 alcools différents, composés respectivement de :

- 83% de méthyl-3 butanol 1 et 17% de méthyl-2 butanol 1 (M3B1/M2B1 83/17)
- 91% de méthyl-3 butanol 1 et 9% de méthyl-2 butanol 1 (M3B1/M2B1 91/9)
- 100% de méthyl-3 butanol 1 (M3B1/M2B1 100/0)

Les moyennes des résultats obtenus ont été comparées aux résultats obtenus en parallèle dans un essai interlaboratoire pratiqué avec les mêmes échantillons, mais utilisant la méthode de référence Röse-Gottlieb.

Le tableau 5 présente les résultats obtenus

avec

\bar{Y} : moyenne référence / **mean reference values**

\bar{X} : moyenne de la méthode acidobutyrométrique Gerber
mean Gerber method

$\bar{d} = \bar{X} - \bar{Y}$: moyenne des écarts Gerber-référence

mean of the differences

Sd : écart-type des écarts

standard deviation of the differences

Sy,x : écart-type résiduel de la régression

residual standard deviation for the linear regression

équation de la régression linéaire estimée, où la variable expliquée Y est le résultat donné par la méthode de référence et la variable explicative X, le résultat de la méthode Gerber : $Y = bX + a$,

avec b : pente, a : ordonnée à l'origine

equation of the estimated linear regression, where Y is the result given by the reference method and X the result given by the Gerber method : $Y = bX + a$,

with b : slope, a : point 0 ordinate

tableau 5 : influence de la composition de l'alcool isoamylique sur la justesse de la méthode Gerber

table 5 : accuracy of the Gerber method depending on the composition of the amyl alcohol reagent

Ratio M3B1/M2B1	100/0	91/9	83/17
\bar{Y} (g/L)	33,39	33,39	33,39
\bar{X} (g/L)	33,60	33,30	33,05
$\bar{d} = \bar{X} - \bar{Y}$ (g/L)	+0,21	-0,09	-0,34
Sd (g/L)	0,36	0,37	0,36
Sy,x (g/L)	0,33	0,35	0,34
b	0,988	0,987	0,988
a (g/L)	+0,218	+0,53	+0,73

Le tableau 5 montre l'influence significative du ratio d'isomères de l'alcool amylique. Le mélange 83/17 conduit ainsi à un défaut de l'ordre de -0,3 g/L sur toute la gamme et à un biais de pente d'environ 1%.

La cause des différences de résultats constatées pour des alcools différents a donc clairement été établie par cet essai. Cependant quelle composition fallait-il conseiller par la suite ?

↳ VERS UN RATIO D'ISOMERES « IDEAL »...

En exploitant les résultats de ce premier essai, l'idée de déterminer par calcul un ratio d'isomères idéal pour une équivalence entre méthode Gerber et méthode Röse-Gottlieb dans la zone de taux butyreux de 15 à 50 g/L a été le prolongement logique de la réflexion entamée alors.

Le calcul a abouti à un ratio de M3B1/M2B1 de 94/6.

En 1998, un essai interlaboratoires impliquant 28 laboratoires interprofessionnels, pratiquant la méthode Gerber avec ce type d'alcool sur 10 échantillons aux taux régulièrement répartis de 15 à 50 g/L, a permis de valider cette composition. En effet, après

comparaison aux résultats obtenus par la méthode Röse-Gottlieb pratiqués sur les mêmes échantillons par 21 laboratoires, on observe un biais moyen de 0,05 g/L.

Une réunion de mise au point avec la profession, en mai 1999, a permis de constater :

- ♦ cette possibilité d'améliorer l'ajustement entre les deux méthodes en jouant sur la composition de l'alcool amylique,
- ♦ une notable réduction de l'écart entre les deux méthodes, depuis 1996 ; un fait à relier à des changements survenus alors dans la fabrication de l'alcool. D'après les fournisseurs, sa composition respecterait généralement un ratio de M3B1/M2B1 de 95/5 depuis le début de l'année 1997.
- ♦ le souhait de l'interprofession d'en arriver à une équivalence entre les deux méthodes préférentiellement dans la zone des taux butyreux situés entre 30 et 50 g/L. Il s'agit, en effet, de la zone la plus représentative en terme de paiement du lait et d'échanges, celle qui correspond à la grande majorité des laits – individuels ou de troupeaux - français.

Pour répondre à ces vœux, de nouveaux calculs ont été nécessaires et c'est finalement le ratio **M3B1/M2B1 91/9** qui a été proposé.

↳ VERS UNE REVISION DE LA NORMALISATION

Au vu de cet ensemble d'éléments, la commission « Produits laitiers » de l'AFNOR a finalisé une nouvelle version de la norme V 04-210 où on trouvera notamment dans le corps du texte :

- La composition précise de l'alcool amylique, à savoir un mélange des isomères M3B1/M2B1 dans la proportion **91%/9%**, avec une incertitude de $\pm 2\%$ affectée à chaque proportion du rapport. Cela aurait une incidence maximale de $\pm 0,06$ g/L sur le résultat final.
- La mention d'un domaine d'application de la norme pour des taux butyreux entre 30 et 50 g/L. Le texte informera donc clairement de l'équivalence entre la méthode Gerber et la méthode Röse-Gottlieb dans cette zone usuelle. En parallèle, il signalera les écarts observés en dehors de cette zone ; dans ces cas là, des essais complémentaires de validation (en interne) seraient très souhaitables.

La commission a également proposé de rester en contact avec les fournisseurs pour obtenir des changements de fabrication visant à garantir le ratio d'isomères exigé par la norme. Ce ratio devra d'ailleurs, à terme figurer sur le certificat de conformité du réactif.

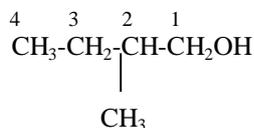
Cette nouvelle version de la norme a été soumise à enquête publique au cours du 2^e semestre de 1999.

Elle devrait donc paraître officiellement avant la fin de l'année 2000.

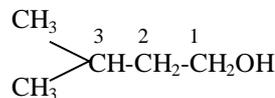
L'alcool amylique utilisé dans la méthode Gerber

Ce réactif, de formule, $C_5H_{12}O$, est en fait, composé du mélange de deux isomères.

le méthyl-2 butanol 1, ou alcool amylique
ou *dl-sec*-butylcarbinol



le méthyl-3 butanol 1, ou alcool isoamylique
ou alcool isopentylique
ou isobutylcarbinol



Quelques spécifications de l'alcool amylique, selon l'annexe de la norme V 04-210

- masse volumique comprise entre 0,808 et 0,818 g/ml
- incolore
- composé d'au moins 98% en volume du mélange des alcools primaires suivants :
 - méthyl-3 butanol 1
 - méthyl-2 butanol 1
- exempt d'alcools secondaires.

En conclusion,

les différentes études menées ont permis d'établir clairement l'influence de la composition de l'alcool amylique sur la justesse de la méthode Gerber.

Elles ont abouti à proposer un alcool composé d'un mélange d'isomères aux proportions fixées et normalisées : 91% de méthyl-3 butanol 1 et 9% de méthyl-2 butanol 1, pour garantir l'équivalence des méthodes Röse-Gottlieb et Gerber dans la gamme des taux butyreux usuels des laits entiers.

Abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation
DGCCRF : Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation et de la Répression des Fraudes

Bibliographie

- ♦ AFNOR V 04-210 – décembre 1990. Lait. Détermination de la teneur en matière grasse : méthode acido-butyrométrique
- ♦ AFNOR NF EN ISO 1211 (V 04-214) – octobre 1995. Lait. Détermination de la teneur en matière grasse : méthode gravimétrique (méthode de référence)
- ♦ TROSSAT Ph. Détermination de la matière grasse. Evolution de la méthode Gerber. RLF, mars 2000, n° 599, p. 28-30

Nouveautés dans la réglementation

EUROPE COMMUNAUTAIRE

Recommandation de la Commission (2000/207/CE) du 22/2/2000 concernant un programme coordonné pour le **contrôle officiel des denrées alimentaires pour 2000** (JOCE L 63 du 10/3/2000). Le programme en question concerne le contrôle : du système HACCP dans les entreprises alimentaires, du transport en vrac des aliments et des allégations nutritionnelles. Ce texte précise les modalités des contrôles et des enregistrements de résultats.

Directive 2000/13/CE du Parlement Européen et du Conseil du 20/3/2000 relative au rapprochement des législations des Etats membres concernant **l'étiquetage et la présentation des denrées alimentaires** ainsi que

la publicité faite à leur égard. (JOCE L 109 du 6/5/2000). Ce texte reprend l'ensemble de la législation communautaire concernant l'étiquetage des aliments et abroge notamment la directive 79/112 sur le même thème. Il spécifie quelles sont les indications obligatoires sur les aliments : ingrédients, durabilité, origine, conditions d'utilisation...L'indication des ingrédients n'est pas requise notamment pour les fromages, beurre, laits et crèmes fermentés.

Directive 2000/24/CE de la Commission du 28/4/2000 modifiant les annexes des directives.....86/363/CEE concernant la fixation de teneurs maximales **pour les résidus de pesticides** sur et dansles denrées alimentaires d'origine animale.... (JOCE L 107 du 4/5/2000). Ce texte complète la liste des teneurs maximales de résidus de

pesticides autorisées dans le lait cru avec les pesticides suivants : chlorfenson, chloroxuron, chlorbenside, barbane, chlorbufam
aramite, methoxychlore, 1.1-dichloro-2.2 bis ethane (0,01 mg/kg) ; (0,05 mg/kg) ; chlorobenzilate (0,1 mg/kg) ; diallate (0,2 mg/kg).

RENDEZ-VOUS

➤ RAPPELS

11 – 14 juin 2000

STRESA, ITALIE

Séminaire FIL sur l'immunologie des glandes mammaires chez les ruminants

New Team

Via Ghiretti, 2
43100 PARMA
ITALIE

ou

FIL

tél : +39 0521.29.39.13

télécopie : +39.0521.29.40.36

mel : newteam@paramiol.it

<http://www.newteam.it>

26 - 27 juin 2000

NANTES, FRANCE, FOODSIM 2000

1ere Conférence Internationale sur la simulation dans l'industrie alimentaire et biologique

Society for Computer Simulation International

tel : +33 (0)2.51.78.54.54

télécopie : +33 (0)251.78.54.55

mel : ICSFBI@enitiaa.nantes.fr

28 - 30 juin 2000

MELBOURNE, AUSTRALIE

Dairy Ingredients Science 2000

OzAccom Conference Services

PO Box 164
Fortitude Valley
QLD Australie 4006

ou

DIAA National Office

Kristine MANSER

Level 6, 84 William Street
Melbourne VIC Australie 3000

tel : +61 (0)7 3854 1611

télécopie : +61 (0)7 3854 1507

mel : ozaccom@ozaccom.com.au

tel : +61 (0)3 9670 0422

télécopie : +61 (0)3 9642 8144

mel : diaa@dairy.com.au

24 – 28 juillet 2000

BALTIMORE, MD, USA

Rencontres annuelles ADSA – ASAS

American Dairy Science Association / American Society of Animal Science

2000 ADSA/ASAS Joint meeting

111 North Dunlap Avenue
Savoy
IL 61874 USA

tel : 1/217.3563182

télécopie : 1/217.3984119

mel : adsa@assoq.org
asas@assoq.org

6 – 9 août 2000

ATLANTA, USA

87^e Rencontres annuelles International Association for Food Protection

anciennement IAMFES International Association of Milk, Food and Environmental Sanitarians

6200 Aurora Ave Suite 200W

DES MOINES IA 50322-2863
ETATS-UNIS

Tel : +1/515.2763344

Télécopie : +1/515.276.8655

mel : info@foodprotection.org
<http://www.foodprotection.org>

10 – 14 septembre 2000

PHILADELPHIE, USA

114^e rencontres annuelles de l'AOAC International

Association of Official Analytical Chemists

FIL Secrétariat

41, square Vergote
B-1030 BRUXELLES BELGIQUE

Tel : 32/2.733.1690

Fax : 32/2.733.04.13

mel : info@fil-idf.org
<http://www.fil-idf.org>

16 – 20 SEPTEMBRE 2000

DRESDE, ALLEMAGNE

84^e sessions annuelles de la FIL

FIL

➤ AUTRES MANIFESTATIONS

15 – 16 JUIN 2000

LA ROCHELLE, FRANCE

3^e journées Aliment et Santé

Fabienne LAUBIE

CRITT IA Poitou-Charentes
175, rue de Coureilles
17042 LA ROCHELLE CEDEX 1

tél : +33 (0)5 46 44 84 75

télécopie +333 (0)5 46 44 84 76

mel : critt.aab.poitou.charentes@wanadoo.fr

3 – 9 SEPTEMBRE 2000
LISBONNE, PORTUGAL
Euroanalysis XI

Dra Cristina OLIVEIRA
Dpt Quimica & Bioquimica
Fac. Ciencias. Univ. Lisboa
Edificio C1 – Piso 5
P-1700 LISBOA, PORTUGAL

télécopie : +351 1 3909352

18 – 20 SEPTEMBRE 2000
AVEIRO, PORTUGAL

5^e conférence internationale sur les applications de la résonance magnétique à la science de l'alimentation.

Fundação Joao Jacinto de Magalhaes
Edificio I
Campus Universitario de Santiago
3810-193 AVEIRO, PORTUGAL

tél : +352 234 380901
télécopie : +352 324 370084
mel : mrfood2000@dq.ua.pt
<http://www.dq.ua.pt/icmrafs>

20 – 22 SEPTEMBRE 2000
PRAGUE, REP. TCHEQUE

Réactions chimiques dans les aliments IV
Conférence européenne sur les nouvelles connaissances sur les réactions chimiques pendant la fabrication et le stockage des aliments.

Pr Dr Jiri DAVIDEK
Dpt Food Chemistry & Analysis
Institute of Chemical Technology
Technicka 1905
166 28 PRAGUE 6, REP TCHEQUE

télécopie : +420 2 3119990
mel : Jiri.Davidek@vscht.cz

10 OCTOBRE 2000
BRUXELLES, BELGIQUE

Séminaire CEN sur la sécurité alimentaire et la normalisation européenne

CEN
Comité Européen de Normalisation

mel : kristien.vaningelgem@cenorm.be

16 – 20 OCTOBRE 2000
ANVERS, BELGIQUE

CAC 2000. 7^e conférence internationale sur la chimométrie en chimie analytique

CAC 2000 secrétariat
University of Antwerp
Dpt Chemistry
Universiteitsplein 1
B-2610 ANTWERP-WILKIJK, BELGIQUE

télécopie : +32 3 820 2376
mel : cac2000@uia.ua.ac.be
<http://sch-www.uia.ac.be/cac2000>

19 – 20 OCTOBRE 2000
LONDRES, ROYAUME – UNI

Sécurité alimentaire en Europe. Défi et opportunités

http://www.foodsafetyeurope.com/body_home.html

La Lettre de CECALAIT est éditée par CECALAIT, BP 89, 39801 POLIGNY CEDEX
CECALAIT : association. Président : Joachim TROLARD ; Vice-Président : Ewald VAN BAAR ;
Trésorier : Pierre PARGUEL ; Directeur : Hugues DAMOUR
Directeur de la publication : Joachim TROLARD
Responsable de la rédaction : Annette BAPTISTE
Impression : CECALAIT, BP 89, 39801 POLIGNY CEDEX
2^e trimestre 2000
Dépôt légal : à parution
ISSN : en cours