

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

juillet 1995

N°15

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 CECALAIT, n° d'appel 84.73.63.20 e-mail : bapt@poligny.inra.fr

Rédaction achevée le 28 Juillet 1995

Equipe rédactionnelle :

A. BAPTISTE; R. GRAPPIN; O. LERAY; P. PACCARD; Ph. TROSSAT

SOMMAIRE

Intérêt des dosages d'urée dans le lait pour l'élevage et la transformation

p. 1 - 2

Nouvelles validations AFNOR

Normes et projets de normes parus récemment

Précision sur la révision de la norme FIL 108B:1991

p. 3-4 (Point orange Cebis)

Nouveautés dans la réglementation

Identification des microorganismes par spectroscopie infra-rouge

p. 5-6

Du côté de la biblio...

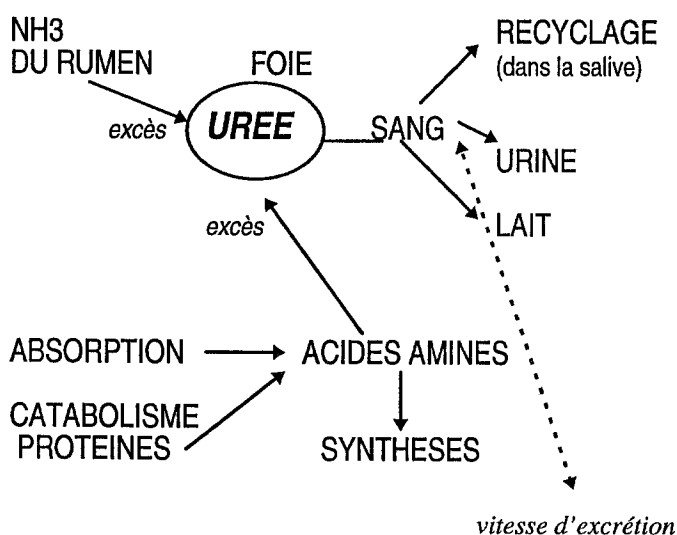
INTERET DES DOSAGES D'UREE DANS LE LAIT POUR L'ELEVAGE ET LA TRANSFORMATION

(Résumé de l'intervention de M. PACCARD, Institut de l'Elevage lors de l'Assemblée Générale de CECALAIT)

La teneur en urée du lait est susceptible de varier de façon notable sous l'effet de facteurs liés principalement à l'alimentation de l'animal. Des valeurs anormales constituent donc un outil d'alerte à la nutrition azotée. Elles peuvent également influencer sur la qualité fromagère du lait. Différentes études ont permis de proposer des seuils d'alerte en pratique. Ils commencent à être utilisés en fermes. Mais il reste nécessaire d'approfondir les connaissances sur l'origine et l'influence de l'urée, ainsi que sur sa mesure.

Dans le lait, 95% environ de l'azote est protéique. L'urée représente à elle seule environ la moitié des 5% d'azote non protéique, et explique la plus grande partie de ses variations. Sa teneur est liée à un certain équilibre alimentaire. En outre, des teneurs élevées en urée seraient susceptibles de perturber la qualité fromagère. C'est pourquoi les éleveurs, aussi bien que les transformateurs s'intéressent depuis quelques années au dosage de ce composé, bien qu'il soit souhaitable de compléter les études sur ce point.

ORIGINE ET FACTEURS DE VARIATION DE L'UREE



aminés, c'est à dire schématiquement si l'apport azoté est trop important, l'excès sera également dégradé en urée,

- * dans une moindre mesure, de la valeur énergétique de la ration,
- * de la production de lait,
- * de la vitesse d'excrétion, qui reste un facteur mal connu.

Ces différents facteurs peuvent mener à des variations de plusieurs dizaines de mg d'urée pour 100 ml de lait. Ils s'associent à d'autres facteurs tels que le saison, le rang de lactation, le stade de lactation, la chronologie repas-traite... pour lesquels il y a souvent un lien avec l'alimentation. Un effet de la race n'est pas impossible, mais n'a pu être clairement mis en évidence, faute d'études suffisantes.

UTILISATION PRATIQUE

Un outil d'alerte alimentaire!

Les variations du taux d'urée du lait sont clairement liées à l'alimentation des animaux. Cependant, un taux d'urée anormalement bas ou élevé du lait (cf valeurs ci-dessous) ne constitue qu'un outil d'alerte sur la nutrition azotée. Il ne permet pas de diagnostiquer la ou les erreurs alimentaires. En effet, il ne renseigne, ni sur le bilan énergétique, ni sur le bilan azoté de l'alimentation, qui ne pourront être obtenus que par une étude détaillée de la ration.

Les travaux menés de longue date à l'INRA permettent cependant de proposer les seuils pratiques suivants

La teneur en urée du lait correspond à celle du sang. Elle dépend à la fois :

- * de l'ammoniac du rumen : s'il est en excès, ce qui est schématiquement le cas dans une alimentation excédentaire en matière azotée fermentescible, l'excès sera dégradé en urée,
- * des relations entre l'absorption protéique, le catabolisme des protéines et les synthèses : s'il reste un excès d'acides

TENEUR EN UREE	PROBLEME
< 18 mg/100 ml	RISQUE DE DEFICIT AZOTE
ZONE NEUTRE	
> 27 mg /100 ml	RISQUE DE GASPILLAGE AZOTE

Un gaspillage azoté peut conduire à la fois à des conséquences négatives sur la santé des animaux, à des coûts d'exploitation plus importants et à une augmentation de la pollution de l'environnement par l'azote urinaire.

IMPACT DU TAUX D'UREE SUR LA QUALITE FROMAGERE

Différentes études ont permis d'observer des relations entre le taux d'urée du lait et certaines anomalies de qualité fromagère.

Ainsi, de façon générale, on a observé une corrélation négative entre l'azote non protéique et la vitesse de raffermissement pour les pâtes pressées. De même, avec le comté, les défauts de « lainure » seraient associés à des teneurs élevées en urée, surtout au printemps ou pour les repousses d'automne. Avec le reblochon, enfin, des laits riches en urée semblent conduire à des fromages dont l'extrait sec est faible et qui présentent des défauts d'ouverture de la pâte.

Il n'a toutefois pas été possible d'établir pour l'heure, si l'urée est la cause des défauts ou s'il est un simple traceur d'autres anomalies de composition du lait.

Sur le terrain

ETUDES EN FERMES

Elles ont commencé dans certaines régions ou départements comme en Ile de France ou en Mayenne, où elles conduisent à des actions de conseil auprès des éleveurs où les taux d'urée sont supérieurs à 35 mg/100 ml. Des suivis seront de même prochainement proposés en Franche-Comté.

Mais il serait souhaitable de pouvoir mener des études plus exhaustives sur les laits individuels, comme sur les laits de mélange.

Pour les laits individuels, il faudrait notamment étudier :

- * les liens entre reproduction et taux d'urée,

- * les relations entre les taux d'urée individuels et les taux d'urée des troupeaux, pour distinguer, en particulier si on peut regrouper les vaches par stade de lactation, par niveau de production...

Pour les laits de mélange, il serait souhaitable grâce à des dosages mensuels et à un suivi alimentaire :

- * d'étudier les liens entre les différences de taux d'urée et les différences de bilans alimentaires,
- * de fixer des seuils par système alimentaire,
- * d'établir un lien avec la reproduction,
- * d'étudier les aspects fromagers.

Attention aux aspects méthodologiques

La bonne conduite de ces études suppose toutefois d'avoir au préalable approfondi les travaux sur le dosage de l'urée.

En premier lieu, il faut préciser les conditions de conservation des échantillons, en particulier l'influence du délai d'acheminement, de la température et de la présence d'un conservateur sur les résultats d'analyse.

Pour ce qui est de la méthode de dosage, il apparaît indispensable de procéder à un bilan de toutes les expériences effectuées et d'organiser des chaînes d'analyse.

L'intérêt, qui va croissant à l'heure actuelle, pour la mesure et l'étude des taux d'urée du lait pourra alors pleinement s'exprimer aussi bien dans le contrôle laitier que pour les applications fromagères.

NB : les éléments présentés par P. PACCARD concernant la nutrition se réfèrent aux travaux de R. VERITE, de l'INRA de RENNES.

NOUVELLES VALIDATIONS AFNOR

Mme GOMY de l'AFNOR nous communique que quatre nouvelles méthodes microbiologiques rapides ont été validées par l'AFNOR en février et en avril 1995. Elles concernent toutes *Listeria*.

Validationstoujours la microbiologie !

* **Gene-Trak Systems, détection de *Listeria monocytogenes* DNA GT 604** de la société GENE TRAK SYSTEMS, distribué par la société DNA.

Il s'agit d'un test d'hybridation moléculaire en solution. Contrairement au test DNA GT 602, déjà validé par l'AFNOR (17/06/1994), il ne s'agit pas d'une méthode de tri, mais d'une méthode de détection qui permet d'aller jusqu'à l'identification de

Listeria monocytogenes. La méthode utilise donc une sonde nucléique spécifique de cette espèce, couplée à un marqueur qui permet une détection colorimétrique des hybrides formés, après enrichissement. Applicable à tous les produits d'alimentation humaine, elle donne des résultats positifs en 48h et des résultats négatifs en 72h.

(N° d'attestation : DNA-14/2-02/95 du 7.02.1995)

* **ACCUPROBE, détection de *Listeria monocytogenes*, ref. GP 2920** de la société GEN-PROBE, distribué par la société EURALAM.

Ce test, tout comme le précédent avait été présenté pendant la conférence de M. BRANGER, lors de l'Assemblée Générale de

CECALAIT en 1994 (cf La Lettre de CECALAIT, N° 11 de juillet 1994). Il s'agit également d'une méthode d'hybridation moléculaire, mettant en oeuvre une sonde nucléique spécifique de *Listeria monocytogenes*, et permettant donc d'aller jusqu'à l'identification de cette espèce. Le marqueur des hybrides formés est cette fois un émetteur de photons. Après un protocole d'enrichissement spécifique, ils sont détectés à l'aide d'un luminomètre. Cette méthode est applicable au lait et aux produits laitiers. Elle permet d'obtenir des résultats positifs en 48 à 72h et des résultats négatifs en 72h.

(N° d'attestation : EUR-15/1-02/95 du 7.02.1995)

* **OXOID LISTERIA RAPID TEST**, de la société UNIPATH

Cette méthode fait appel à une réaction immunologique et utilise le principe d'immunochromatographie. Elle ne détecte cependant pas *Listeria grayii*, *subsp. grayii* et *subsp. murrayi*. Applicable à tous les produits d'alimentation humaine, ce test se pratique après deux étapes d'enrichissement et la lecture de ses résultats est visuelle. Les échantillons présumés positifs doivent être confirmés

par isolement et identification à partir du second bouillon d'enrichissement. De ce fait, l'obtention de résultats positifs demande 5 jours, contre 2 jours pour les résultats négatifs.

(N° d'attestation : UNI-03/2-04/95 du 11.04.1995)

* **LISTERSCREEN**, de la société VICAM, distribué par la société AES Laboratoire

Ce test se pratique après une étape d'enrichissement en milieu sélectif, selon la norme V 08-055. Il se base alors sur l'immunocapture des *Listeria* grâce à des anticorps polyclonaux, fixés sur des billes magnétiques microscopiques. Ainsi physiquement enrichies, les *Listeria* sont étalées sur une gélose sélective Palcam. Applicable à tous les produits d'alimentation humaine, ce test permet d'obtenir des résultats négatifs en 3 jours environ. L'obtention de résultats positifs est plus longue (5 jours), car ils doivent être confirmés par les techniques de culture habituelles, à partir des colonies isolées.

(N° d'attestation : AES-10/2-04/95 du 11.04.1995)

NORMES ET PROJETS DE NORMES PARUS RECEMMENT (reçus entre Avril et Juillet 1995)

NORMES FIL

148A:1995 LAIT. Numération des cellules somatiques du lait.

PROJETS DE NORMES

FIL - ISO

Projet de norme ISO/DIS 5725

Application de la statistique. Fidélité des méthodes d'essai.

Projet de norme ISO/CD 13558

Produits laitiers. détermination de la teneur en carraghénanes : méthode par chromatographie

Projet de norme ISO/CD 13580

Yaourt : détermination de la matière sèche totale

Projet de norme ISO/CD 13559

Beurre, laits fermentés et fromages frais : dénombrement des micro-organismes contaminants : technique par comptage des colonies à 30°C

AFNOR

V 08-027 (NF ISO 10273) (ICS : 07.100.30) mai 1995

Microbiologie. Directives générales pour la recherche des *Yersinia enterocolitica* présumées pathogènes.

Projet V 08-059

Microbiologie des aliments

Dénombrement des levures et moisissures par comptage des colonies à 25°C : méthode de routine

PRECISION SUR LA REVISION DE LA NORME FIL 108B:1991

Nous reprenons ici une partie de l'intervention de M LALOUX, du LCHA-CNEVA, lors de l'Assemblée Générale de CECALAIT. Son exposé faisait le point sur l'état des travaux du groupe E601 de la FIL qui travaille à la révision de la norme 108B:1991 : détermination du point de congélation du lait par cryoscope à thermistance. Il s'avérait en effet nécessaire de remédier à des difficultés d'ordre matériel ou méthodologique rencontrées par les laboratoires de contrôle,

chargés d'appliquer la directive 92/46 de la CEE; celle-ci ayant introduit le point de congélation du lait comme critère de qualité pour les laits de technologie et de consommation.

Les points majeurs de cet exposé ont déjà été développés dans La Lettre de CECALAIT N° 13, de Janvier 1995.

M LALOUX a cependant apporté des précisions complémentaires sur l'état d'avancement des travaux du groupe E601.

Ainsi, la rédaction de la nouvelle version de la norme est entièrement réalisée. De même, la FIL a élaboré un questionnaire sur ce thème à destination de ses Comités Nationaux, qui sont en train d'y répondre. Les constructeurs ont, en outre, été avertis des nouvelles dispositions de la norme en ce qui concerne :

- * la recherche du palier de température,
- * la définition de sa stabilité et de sa variance,
- * la mesure du point de congélation, en méthode de référence comme en méthode de routine,

afin de pouvoir modifier leurs appareils en conséquence.

La réalisation de leurs nouveaux logiciels est quasiment terminée et les constructeurs passent donc à une phase de tests. Ils sont effectués principalement aux Pays-Bas, dans les laboratoires du COKZ, du RIKILT et du NIZO.

Il est prévu ensuite d'organiser des essais interlaboratoires au sein de la FIL, sans doute courant 1997, afin de valider la méthode au niveau international. La CEE la reprendra ensuite comme norme CEN, et la mettra en application dans le cadre de la directive 92/46.

A ce stade, un cadre plus cohérent aura donc été établi et une méthode permettant de respecter les seuils fixés par la CEE aura été clairement fixée.

NOUVEAUTES DANS LA REGLEMENTATION

EUROPE COMMUNAUTAIRE

Règlements n° 1430/94 et 2703/94 de la Commission, respectivement des 22 juin 1994 et 7 novembre 1994 (JO CEE L 156 du 23/6/1994 et JOCEE L287 du 8/11/1994), modifiant les annexes I, II III et IV du Règlement n° 2377/90 du Conseil établissant une procédure communautaire pour la fixation des limites maximales de résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments d'origine animale. Dans notre domaine, le dernier texte fixe notamment la valeur de la limite maximale -provisoire- de résidus du cefotiofur (antibiotique de la classe des céphalosporines) dans le lait : 100 µg/kg

Directive 95/71/CE du Conseil du 13/12/1994 (JOCEE L 368 du 31/12/1994) modifiant la directive 92/46 CEE arrétant les règles sanitaires pour la production et la mise sur le marché de lait cru, de lait traité thermiquement et de produits à base de lait. Ce texte modifie de façon mineure plusieurs paragraphes des annexes du texte initial, avec des précisions sur les prescriptions de santé animale, l'équipement des locaux, les conditions de collecte, de conditionnement, d'étiquetage...etc. Certaines modifications sont plus importantes toutefois, elles concernent :

* les normes à respecter lors de la collecte pour l'admission des laits crus de chèvre, brebis ou bufflonnes à l'établissement de traite ou de transformation (annexe A, chapitre IV, lettre C) :

♦ s'ils sont destinés à l'élaboration de produits devant subir un traitement thermique, leur teneur en germes à 30°C doit être inférieure ou égale à 3 000 000/ml, à partir du 1/1/1995 et inférieure à 1 500 000/ml, à partir du 1/12/1999,

♦ s'ils sont destinés à l'élaboration de produits ne subissant pas de traitement thermique, leur teneur en germes à 30°C doit être inférieure ou égale à 1 000 000/ml, à partir du 1/1/1995 et inférieure à 500 000/ml, à partir du 1/12/1999

* les critères microbiologiques obligatoires concernant les germes pathogènes, relatifs aux produits à base de lait et au lait de consommation (Annexe C, Chapitre II, lettre A, tableau du point 1) :

Pour *Salmonella spp.*, dans tous les produits, la norme devient « absence dans 1g » et non plus dans « 25g ».

Cette partie du tableau comprend donc les indications suivantes.

Types de germes	Produits	normes (ml,g)
<i>Salmonella spp.</i>	Tous sauf poudre de lait	absence dans 1g n = 5, c = 0
	Poudre de lait	absence dans 1g n = 10, c = 0

avec n : nombre d'unités d'échantillonnage dont se compose l'échantillon

c : nombre d'unités d'échantillonnage, dont le nombre de bactéries peut se situer entre une valeur seuil m et une valeur limite M.

IDENTIFICATION DES MICROORGANISMES PAR SPECTROSCOPIE INFRA-ROUGE

(Résumé de l'intervention de M. GRAPPIN de l'INRA Poligny lors de l'Assemblée Générale de CECALAIT)

Depuis peu, le développement des techniques et des outils d'exploitation des spectres a permis la mise en route de travaux qui utilisent la spectroscopie infra-rouge, à transformée de Fourier pour identifier les microorganismes. En soumettant les spectres à des traitements mathématiques, puis à des techniques de classification statistique, on a pu différencier nettement des espèces bactériennes, notamment dans le genre *Listeria*. Il semble même possible de séparer ainsi des sérotypes différents.. Cette technique simple et rapide, quoiqu'onéreuse au départ, ouvre de larges perspectives pour l'identification de pathogènes ou la caractérisation d'espèces d'intérêt industriel, ainsi que pour la taxonomie en général. Des mises au point méthodologiques restent cependant nécessaires.

La spectroscopie infra-rouge (IR) a principalement été utilisée pour l'analyse chimique, mais l'idée de l'employer pour différencier des microorganismes a été émise depuis longtemps déjà. Grâce à l'amélioration des techniques et des outils d'exploitation des spectres, il est maintenant possible d'exploiter la spectroscopie infra-rouge pour identifier des microorganismes. De fait, les travaux sur ce thème se multiplient et concernent un grand nombre d'espèces bactériennes, notamment les pathogènes. M GRAPPIN a ainsi plus particulièrement présenté des travaux sur *Listeria*, qui sont en cours au Hannah Research Institute en Ecosse, et auxquels collabore D. LEFIER, de l'INRA de Poligny, qui y est détaché pour un an. Malgré les mises au point encore nécessaires, les perspectives ainsi ouvertes sont susceptibles d'intéresser aussi bien les industriels que les chercheurs.

HISTORIQUE ET ETENDUE DES TRAVAUX

L'analyse IR mesure l'interaction entre l'énergie IR et l'énergie de liaison des molécules de la matière. Or les microorganismes sont constitués de molécules de protéines, de glucides, de lipides et d'acides nucléiques, dans leur cytoplasme et dans leur paroi. De ce fait, la caractérisation de microorganismes par leur spectre IR doit être *a priori* possible.

Identification d'espèces et même de souches

Les premiers travaux en ce domaine remontent aux années 1950 et avaient abouti à l'identification de 76 souches de Lactobacilles (GOULDEN et SHARPE, 1958). Mais les choses en étaient restées là jusqu'en 1988, où NAUMAN et ses collaborateurs différencient parfaitement les catégories Gram en utilisant l'infra-rouge à transformée de Fourier (IR - TF). Cette technique, qui permet d'exploiter la totalité du spectre IR, ainsi que l'amélioration des outils statistiques et des moyens informatiques de traitement des spectres ont depuis entraîné une multiplication des travaux en ce domaine. Ainsi, de 1991 à 1995, a-t-on vu la publication de résultats sur des lactobacilles, des *Enterobacteriaceae*, *Staphylococcus*, *Streptococcus*, *Clostridium*, des *Listeria*... par IR - TF. Selon les travaux, les taux d'identification des espèces varient de 75% -pour *Clostridium* sous microscope- à 94% pour les lactobacilles et diverses espèces pathogènes (CURK et al., 1994; HELM et al.; 1991), voire 100% pour les 6 espèces de *Listeria*, étudiées par HOLT et al., en 1995. A l'intérieur d'une même espèce, le taux d'identification des souches varie de 83% pour

différents pathogènes à 91% pour les souches de Lactobacilles (HELM et al.; 1991; CURK et al., 1994).

PRINCIPES DE MESURE

PREPARATION DES ECHANTILLONS

Les souches sont issues le plus souvent de collections, mais aussi de produits alimentaires. Une phase de mise en culture et d'enrichissement en milieu solide ou liquide est indispensable. Il y a trois possibilités de conditionner l'échantillon. La plus courante consiste à déshydrater la culture sur une plaque de Zn/Se, puis après lavage à mesurer l'échantillon en IR par transmission. On peut également procéder à un prélèvement direct sur milieu solide et l'appliquer sur un cristal pour une mesure en ATR. Une dernière possibilité, qui n'a toutefois été essayée qu'une seule fois consiste à mesurer directement sur la colonie, à l'aide d'un microscope IR (RUDZIK et al., 1994).

ANALYSE IR ET STATISTIQUE

La zone spectrale utile est le moyen Infra-Rouge, de 4000 à 750 cm^{-1} , avec des bandes spécifiques correspondant aux groupements CH_3 - CH_2 - CH , aux COO^- , aux peptides, aux OH, aux PO_4 , aux acides nucléiques.

Le spectre obtenu est ensuite soumis à un traitement mathématique de dérivation -1ère ou 2e-. Puis, après avoir procédé à une réduction (ACP), on cherche à appliquer une technique de classification :

- * Analyse factorielle des correspondances (AFC)
- * Analyse factorielle discriminante (canonique)
- * Analyse hiérarchique (dendrogramme)

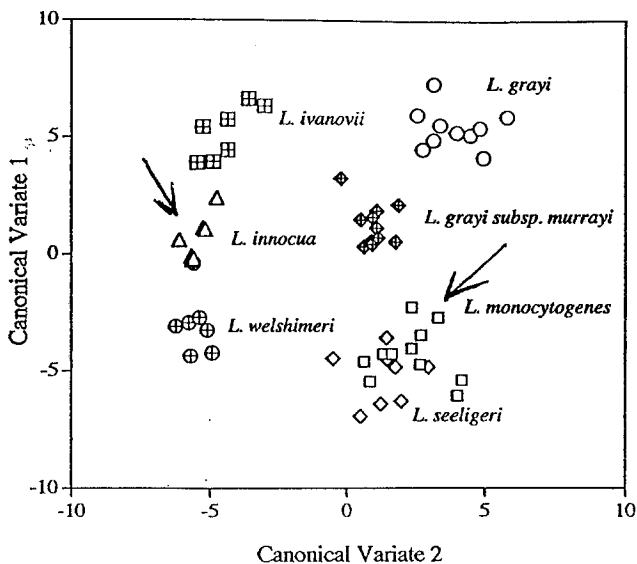
RESULTATS OBTENUS AVEC LISTERIA

Dans des échantillons contenant un mélange de diverses espèces de *Listeria*, l'observation de l'ensemble des spectres obtenus montre des zones où les différentes espèces se distinguent naturellement.

Après traitements statistiques, ces différences sont encore bien plus nettes. Ainsi HOLT et al. (1995), en appliquant un traitement

d'analyse canonique à 4 dimensions aux spectres obtenus avec un mélange de 6 espèces et une sous-espèce de *Listeria*, à savoir *L. monocytogenes*, *L. innocua*; *L. grayi*, *L. grayi subsp. murrayi*, *L. seeligeri*, *L. ivanovii* et *L. welshimeri* aboutissent au schéma ci-dessous. Les différentes espèces y sont clairement séparées, (d'autant plus que les deux groupes désignés par des flèches ne se situent pas en réalité dans le même plan que les autres.)

Analyse canonique à 4 dimensions de 6 espèces de *Listeria* (n = 59), d'après HOLT et al., 1995



Une analyse du même type, effectuée cette fois avec un mélange de différents sérotypes de *Listeria monocytogenes* montre qu'il pourrait y avoir de bonnes possibilités de discrimination entre groupes de sérotypes, voire entre sérotypes différents.

Des mises au point encore nécessaires

Cependant, le développement et l'utilisation plus facile de cette technique passent, à la fois par la mise au point des conditions de mesure et par l'amélioration des outils.

L'amélioration des mesures suppose, dans un premier temps, de bien définir les conditions de mesure. En effet, des modifications de la durée d'incubation de la culture utilisée, comme de la température d'incubation provoquent des changements dans les spectres observés pour une même espèce. Les spectres obtenus avec des espèces différentes restent cependant différents. Dans un deuxième temps, perfectionner la technique de mesure directe sur une colonie constituerait une avancée importante. La standardisation des conditions de préparation des échantillons, surtout dans le cadre d'une mesure directe est également nécessaire.

Les utilisateurs auraient un grand intérêt à voir se développer des outils tels que des « spectrothèques » pour aider à l'identification

des microorganismes et des procédures de transfert de calibrage entre différents types d'appareils.

Il n'en demeure pas moins que cette technique est séduisante à plus d'un titre. Elle est en effet simple à mettre en oeuvre et rapide, encore que la phase d'enrichissement de la culture soit toujours indispensable. Certes, elle demande de s'équiper d'un appareil onéreux, mais susceptible néanmoins d'avoir d'autres utilisations. En revanche, elle présente ensuite un coût de fonctionnement moins élevé que d'autres techniques de pointe dans ce domaine, telles que les techniques d'immunochimie ou de biologie moléculaire.

Des applications évidentes

Les possibilités d'identification d'espèces et de souches que donne cette technique offrent de grandes perspectives pour la taxonomie et la classification des microorganismes. D'un point de vue industriel; les possibilités d'identification des pathogènes, mais aussi des microorganismes d'intérêt industriel seraient déterminantes. Enfin, en fabrication fromagère, cette technique permettrait d'arriver à une caractérisation technologique des levains.

Pour l'heure, la plupart de ces travaux reste du ressort des centres de recherche et l'analyse quantitative n'a pas encore été abordée. Mais certaines études ont déjà été réalisées en collaboration avec des constructeurs de matériel, ce qui laisse augurer un passage à moyen terme aux applications industrielles.

Bibliographie

CURK, M.C.; PELADAN, F.; HUBERT J.C. Fourier infrared (FTIR) spectroscopy for identifying *Lactobacillus* species. FEMS Microbiology Letters, 1994, V. 123, p. 241-248

GOULDEN, J.D.S.; SHARPE, M.E. The infrared absorption spectra of *lactobacilli*. Journal of General Microbiology, 1958, V. 19, p. 76-86

HELM, D.; LABISCHINSKI, H.; SHALLEHN, G.; NAUMANN, D. Classification and identification of bacteria by Fourier transform infrared spectroscopy. Journal of General Microbiology, 1991, V. 137, p. 69-79

HOLT, C.; HIRST, D.; SUTHERLAND, A.; MAC DONALD, F. Discrimination of species in the genus *Listeria* by Fourier transform infrared spectroscopy and canonical variate analysis. Applied an Environmental Microbiology, 1995, V. 61, N. 1, p. 377-378

NAUMANN, D.; FIJALA, V.; LABISCHINSKI, H.; GIESBRECHT P. The rapid differentiation of pathogenic bacteria using Fourier transform spectroscopic and multivariate statistical analysis. Journal of Molecular Structure, 1988, V. 174, p. 165-170

RUDZIK, L.; HOFFMANN, A.; FEHRMANN, A.; WUST, A.; FRANZ, M. Identifizierung von Clostridien mittels FT - IR Spektroskopie. Deutsche Milchwirtschaft, 1994, V. 45, p. 130-132

DU COTE DE LA BIBLIO

Dans la littérature dépouillée ce trimestre, comme toujours, beaucoup d'équipes s'intéressent au dosage des antibiotiques et/ou sulfamides dans le lait et les produits laitiers. Ils font généralement appel à un ensemble de techniques chromatographiques sophistiquées.

↳ Ceux qui souhaiteraient faire le point sur une partie de ce vaste domaine liront avec profit un article de revue : **AGARWAL V.P.** Review : high-performance liquid chromatographic methods for the determination of sulfonamides in tissue, milk and eggs. *J. Chromatogr.*, 1992, V. 624, N. 1-2, p. 411-423.

↳ La recherche de résidus de pesticides, de désinfectants ou de métaux reste également un point d'intérêt fort. Pour son ancrage dans la pratique, nous avons repéré plus particulièrement l'article suivant.

LINDERER M.; GUTHY K. Untersuchungen zur Problematik von Rückständen in Milch nach Reinigungs- und Desinfektionsmaßnahmen. [*Etudes sur le problème des résidus dans le lait, après nettoyage et désinfection*] *Dtsch. Milchwirtsch.*, 1994, V. 45, N. 7, p. 778-782

↳ Des problèmes plus généraux continuent cependant d'attirer l'attention et reçoivent parfois un éclairage nouveau. Signalons ainsi les travaux suivants :

➤ Dans le lait...

LORENZEN P.C. Détermination du degré d'acidité du lait cru par potentiométrie. [*traduction d'un article paru dans*] *Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte*, 1994, V. 46, N. 4, p. 375-379

SUREL O.; DUCRUET V.; FAMELART M.H.; LAMBERET G. Quantification des lipides de produits laitiers à faible teneur en matière grasse à l'aide du détecteur à diffusion de lumière. *Analisis*, 1995, V.23, p. 31-34

STEELY J.S Chemiluminescence detection of sulfur compounds in cooked milk. In « Sulfur compounds in foods ». Washington : American Chemical Society, 1994, p. 22-35

FALTUSZ E. Bestimmung des Anzahl somatischer Zellen in Rohmilch mit der REF-methode. [*Dénombrement des cellules somatiques du lait par la méthode REF*]. *Z. Lebensm. Unters. Forsch.*, 1994, V. 199, N. 3, p. 219-221

➤ Dans le fromage...

PIERCE M.M., WEHLING R.L. Comparison between handling and data treatment methods for determining moisture and fat in cheddar cheese by near-infrared spectroscopy. *J. Agric. Food Chem.*, 1994, V. 42, N. 12, p. 2830-2835

ROHM H.; BENEDIKT J.; JAROS D. Comparison of two precipitation methods for determination of phosphotungstic acid soluble nitrogen in cheese. *Lebensm. Wiss. Technol.*, 1994, V. 27, N. 4, p. 392-393

TSCHAGER E. Utilisation de la méthode au dialdéhyde phtalique (OPA) pour la détermination de la protéolyse dans le fromage.

[*traduction d'un article paru dans*] *DMZ-Lebensmittel Industrie und Milchwirtschaft*, 1994, V. 115, p. 990-998

« Cheese yield and factors affecting its control » **IDF Seminar, Cork 1993. N° spécial de la FIL, N° 9402, 1994.** Il s'agit d'un numéro spécial de la FIL (actes d'un séminaire sur le rendement fromager) qui donne un ensemble d'articles sur tout ce qui se mesure, à tout point de vue dans le fromage, mais aussi sur la détermination des fractions azotées dans le lait.

➤ Dans le yaourt...

BIASIOLO M.; BERTAZZO A.; COSTA C.; BEGHETTO A.; ALLEGRI G. Determination of nonprotein tryptophan in yoghurts by selective fluorescence and HPLC. *Food Chemistry* 1995, V. 52, N. 1, p. 87-92

FERNANDEZ-GARCIA E.; MAC GREGOR J.U. Determination of organic acids during the fermentation and cold storage of yoghurt. *Journal of Dairy Science*, 1994, V.77, N. 10, p. 2934-2939

↳ La détection d'additifs ou la mise en évidence de procédés techniques nouveaux se signalent également à notre attention. Citons ainsi :

BERGAENTZLE M.; SANQUER F.; HASSELMAN C.; MARCHIONI E. Detection of γ -irradiated raw-milk Camembert cheeses by capillary gas chromatographic analysis of volatile hydrocarbons. *Food Chemistry*, 1994, V. 51, N. 2, p. 177-182

KLING S., VOGT A.; MIRN team. Qualitative Analyse pulverförmiger Lebensmittelzusatzstoffe mittels NIR-Spektroskopie. [*Analyse qualitative des additifs alimentaires sous forme pulvérulente par spectroscopie proche infra-rouge*]. *Dtsch. Milchwirt.*, 1994, V. 45, N. 25, p. 1262-1265

LEHR M.; SCHMID W. Anwendung der Festphasenextraktion bei der Bestimmung von Süßstoffen in Lebensmitteln mittels HPLC [*Utilisation de l'extraction en phase solide pour la détermination des édulcorants dans les aliments par HPLC*]. *Dtsch. Lebensm. Rundsch.*, 1993, V. 89, N. 2, p. 43-45

RUSTAN I.; DAMIANO M-A. LESGARDS G. Mise au point de la recherche d'antioxydants à usage alimentaire et applications. *Annales des Falsifications de l'Expertise Chimique et Toxicologique*, 1993, V.86, N. 919, p. 201-214

↳ Les travaux microbiologiques sont moins nombreux que d'habitude, mais ne sont pas absents, avec :

LECLERCQ-PERLAT M.N.; BERGERE J.L.; CORRIEU G. Mise au point d'une méthode de dénombrement de la totalité des cellules de levures de la surface d'un fromage à pâte molle. *Lait*, 1995, V.75, p. 151-168

➤ Et surtout

BLYSICK-MC KENNEL D.N.; SCHAFFNER D.W. Prediction of most probable number of *Listeria monocytogenes* using a generalized linear model and a modified FDA *Listeria* isolation method. *Journal of Food Protection*, 1994, V.57, N. 12, p. 1052-1056