

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

octobre 1998

**N°27**

# LA LETTRE DE CECALAIT

CECALAIT INRA SRTAL BP 89 39801 Poligny TEL : 03.84.73.63.20 TELECOPIE : 03.84.37.37.81  
E-mail : bapt@poligny.inra.fr ou trossat@poligny.inra.fr

Rédaction achevée le 30 octobre 1998

Equipe rédactionnelle : A. BAPTISTE; L. LALOUX; G. MAZEROLLES

Relecture par : O. LERAY; Ph. TROSSAT et les auteurs

## SOMMAIRE

Point de congélation :: état de la normalisation, évolutions et implications

Validations AFNOR

Normes et projets de normes parus récemment

Analyse du lait et des produits laitiers proche ou moyen infrarouge :  
avantages, inconvénients

Nouveautés dans la réglementation

Quelques précisions concernant l'article paru dans le n° 26 "Evaluation d'une  
méthode microbiologique : ISO 7932, dénombrement de *Bacillus cereus*"

Rendez-vous

Du côté de la biblio...

# POINT DE CONGELATION

## ETAT DE LA NORMALISATION, EVOLUTIONS ET IMPLICATIONS

(résumé de l'intervention de M. LALOUX du CNEVA lors de l'Assemblée générale de CECALAIT)

Le point de congélation du lait est un critère communautaire dont la mesure s'appuie sur la norme FIL 108B:1991. La méthode de référence de mesure cryoscopique du point de congélation du lait se base sur la recherche du plateau dans une courbe de congélation. Les travaux lancés par le groupe FIL/ISO/AOAC E601 dans le cadre de la révision de la norme ont mis en évidence des difficultés dans l'estimation du point constant. Elles sont liées à des logiciels de calcul différents, mais plus encore aux dimensions et aux caractéristiques thermiques des éléments de la cellule de mesure. Les constructeurs ont, dès lors modifié leurs appareils qui intègrent dorénavant une nouvelle définition du plateau : stabilité à 0,5 m°C pendant 20s, et respectent des conditions strictes concernant les dimensions des cellules de mesure et les caractéristiques thermiques des thermistances. La validation de la nouvelle méthode et des nouveaux cryoscopes au cours d'une chaîne d'analyse, mais aussi des études supplémentaires sur l'impact du traitement thermique sur le point de congélation sont maintenant les dernières étapes avant la publication effective de la nouvelle version de la norme.

Le point de congélation du lait est un indicateur de qualité pouvant servir à estimer la présence d'eau étrangère dans le lait. En fixant, dans la directive 92/46, comme critère pour la mise sur le marché communautaire un point de congélation du lait inférieur à -520 m°C, la réglementation européenne a déclenché de nombreux travaux sur cette question et précipité l'évolution de la norme FIL 108B:1991 sur laquelle elle s'appuie. Ces études ont, d'ores et déjà abouti à la modification des textes officiels puisque le règlement 2597/97 spécifie maintenant que le lait de consommation doit avoir un point de congélation voisin du point de congélation moyen de sa zone de collecte. Elles ont également mis en lumière les lacunes des méthodes et appareils actuels, d'où des évolutions notables, qui seront prochainement répercutées dans les normes.

### Les faiblesses des méthodes actuelles

Rappelons que sont actuellement en vigueur les normes AFNOR V 04 205:1990, ISO 5764/1987 et FIL 108B:1991, toutes équivalentes. Elles utilisent toutes un cryoscope à thermistance. Leur principe est qu'une vibration mécanique provoque la cristallisation du lait et entraîne ainsi une augmentation de sa température jusqu'à un plateau qui correspond au point de congélation. La méthode de référence mesure la température de ce plateau alors que les méthodes de routine effectuent la lecture à un temps fixe sur la courbe. Les études autour du point de congélation se sont principalement axées sur la méthode de référence et ont mis en évidence des lacunes d'ordre méthodologique ainsi que des paramètres dont l'influence ne doit pas être sous-estimée.

### ↳ LACUNES METHODOLOGIQUES

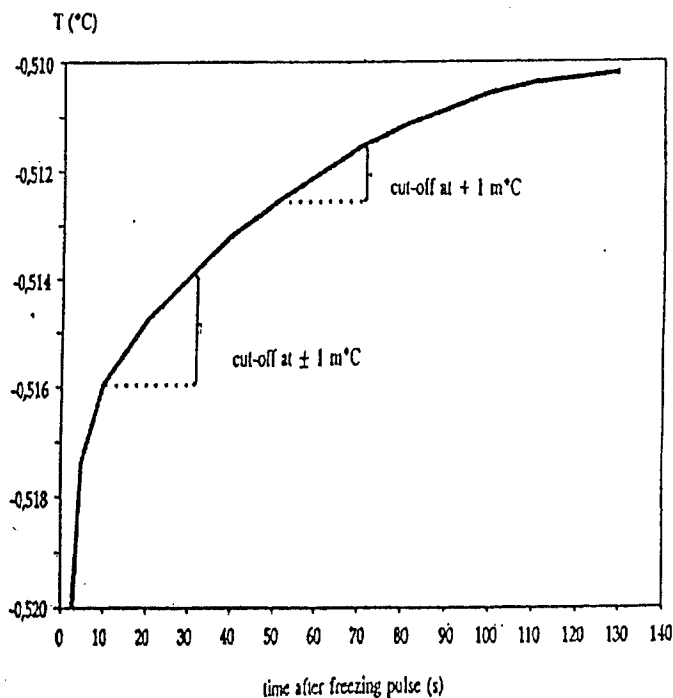
Le point de congélation mesuré sur le plateau est la valeur pour laquelle la température est stable pendant 20s. Il est apparu cependant que les logiciels des cryoscopes n'utilisaient pas la même méthode d'estimation de ce point constant, certains l'estimant à + 1 m°C, d'autres à ± 1 m°C. Au final, deux appareils différents peuvent ainsi donner des valeurs différentes pour le point de congélation d'un même échantillon, comme le montre la figure 1 ci-dessous

Fig 1 : courbe de congélation :  
température de l'échantillon en fonction du temps écoulé depuis le choc congélateur

Fig 1 : *freezing curve* :  
sample temperature versus time after freezing pulse

d'après / from H. Van Den Bijgaart IDF/ISO/AOAC JGE E601

Cut off : critère d'arrêt de la mesure



Des contacts pris avec les principaux fournisseurs d'appareils, après ces observations, ont abouti à un mouvement d'uniformisation des logiciels. Il n'a cependant pas suffi à éliminer les différences de mesure entre appareils différents. Celles-ci seraient donc liées aux caractéristiques propres, c'est à dire les dimensions et les caractéristiques thermiques des éléments de la cellule de mesure (thermistance, agitateur, circuit de refroidissement) des appareils utilisés. D'où une étude plus

approfondie des paramètres influents qui dépendent des appareils.

## ↳ PARAMETRES INFLUENTS

Certains semblent être pas ou peu influents, notamment :

- le matériau de l'agitateur,
- la position de la sonde à thermistance, choisie centrale, d'office,
- et pour peu que la calibration ait été bien conduite, le matériel et les dimensions du tube d'échantillon ainsi que la température de déclenchement du choc congélateur,

En revanche, la température du programme de refroidissement peut exercer une influence. Mais les paramètres les plus importants sont :

- le temps de mesure ; plus il est long, plus la température ambiante est susceptible de perturber la mesure,
- le matériau et les dimensions de la cellule de mesure ; le tableau 1 résume ainsi les différences obtenues avec deux matériaux différents

Tableau 1 : **différence des moyennes de mesures obtenues avec des cryoscopes différents**

table 1 : *difference between means of two different cryoscopes*

appareil I ,Advanced 4D3 : cellule de mesure en acier inoxydable  
appareil II, Funke Gerber Cryostar V : cellule de mesure en PVC

*Cryoscope I : Advanced 4D3, with a stainless steel measuring cell*

*cryoscope II : Funke Gerber Cryostar V, with a PVC measuring cell*

Echantillon de lait <i>Milk sample</i>	Nombre <i>Number</i>	Différence des moyennes I-II <i>Difference of means I-II</i> (m°C)
Cru / raw	10	5,9
Pasteurisé / pasteurized	24	5,8
UHT	25	5,9

d'après / from H. Van Den Bijgaart IDF/ISO/AOAC JGE E601

## De nécessaires évolutions méthodologiques

L'ensemble des constatations effectuées a mené à de profondes évolutions méthodologiques, portant à la fois sur les logiciels des appareils, sur les caractéristiques des cryoscopes et des thermistances, mais aussi en aval sur la précision des solutions d'étalonnage.

D'une part, les logiciels de calcul des appareils définissent maintenant le plateau comme la zone où la température est stable à 0,5 m°C près pendant 20s. Notons que H. Van Den Bijgaart affirme que les appareils actuels sont tout à fait

capables techniquement d'apprécier des différences de température inférieures à 0,5 m°C. Pour les appareils anciens, de moins bonne résolution, le projet de révision de la norme 108 prévoit que c'est la stabilité de la température pendant 20s qui sera le critère déterminant.

D'autre part, les caractéristiques dimensionnelles et thermiques de la thermistance et de la cellule de mesure du cryoscope sont clairement fixées :

- pour la cellule de mesure :
  - diamètre interne :  $13,7 \pm 0,3$  mm;
  - diamètre externe :  $16,0 \pm 0,2$  mm;
  - hauteur :  $50,5 \pm 1,0$  mm
- pour la thermistance, qui doit être du type sonde en verre
  - résistance comprise entre 500 et 25000Ω à 0°C
  - échanges thermiques entre la tige de la thermistance et l'échantillon < 2,5 mJ/s

Enfin, il importe d'être attentif à la précision des solutions étalons de chlorure de sodium.

Ces points seront tous clairement spécifiés dans la version révisée de la norme 108 qui doit paraître en fin d'année 1999, après les Assises de la FIL.

## Un programme de travaux complémentaires

D'ici là, les groupes de travail impliqués dans la révision des normes se fixent un programme de travail qui comprend notamment

- La réalisation d'une chaîne d'analyse avec des cryoscopes équipés de logiciels et de sondes à thermistance conformes aux spécifications ci-dessus. Cette chaîne a eu lieu au cours de ce mois d'Octobre ; CECALAIT y est maître d'œuvre, assurant la préparation et l'acheminement des échantillons, ainsi que le traitement statistique des résultats,
- La publication des résultats fin 1999,
- La définition de nouvelles méthodes de routine, à temps fixe, sans doute, plus rapides que cette méthode de référence et la publication d'abaques de correspondance entre ces méthodes,
- Une étude plus approfondie de l'influence du traitement thermique sur le point de congélation du lait.

## TRAITEMENT THERMIQUE ET APPORT D'EAU

En effet, on constate depuis longtemps que les traitements thermiques du lait aboutissent à des points de congélation plus élevés en valeur relative, c'est à dire plus faibles en valeur absolue. Ce fait correspond donc à une addition d'eau dans le lait. Cependant, l'apport d'eau déduit des différences de points de congélation est, dans tous les cas, plus élevé que l'apport d'eau technologique, lié au procédé de traitement thermique. Le tableau 2 reprend les valeurs de points de congélation relevées à l'issue des traitements thermiques et les additions d'eau réelles (technologiques) ou apparentes (déduites d'après les courbes d'étalonnage).

Tableau 2 : point de congélation et traitement thermique

Table 2 : freezing point and milk heating

lait milk	point de congélation freezing point °C	Matière sèche dégraissée Defatted dry matter %	Addition d'eau apparente Apparent amount of extraneous water %	Addition réelle d'eau Actual amount of extraneous water %
lait cru / raw milk	-0,524	8,85	-	-
lait sortie pasteurisateur milk after pasteurization	-0,521	8,84	0,6	0,1
lait pasteurisé emballé packed pasteurized milk	-0,518	8,83	1,1	0,2
lait cru / raw milk	-0,523	8,92	-	-
UHT indirect	-0,517	8,82	1,2	1,1
UHT direct	-0,500	8,69	4,5	2,6

D'après/ from : Buchberger, 1992, in Travaux du groupe E601 FIL/ISO/AOAC "Freezing point". Président : H. VAN DEN BIJGAART, Rapporteur : L. LALOUX.

Clairement, l'apport d'eau technologique ne suffit pas à rendre compte des différences observées. En conséquence, l'influence du traitement thermique sur le point de congélation, notamment *per se*, reste un point d'importance à étudier.

Il se place d'ailleurs dans un contexte plus général de réflexion sur la pertinence du point de congélation en tant que marqueur d'addition d'eau, certains le considérant plus comme un marqueur de qualité.

Il reste que l'évolution prochaine de la normalisation et des appareils et son impact sur la pratique des laboratoires laitiers fera certainement partie des points de discussion majeurs des prochaines années. Ce d'autant que l'épineuse question de la définition, voire de l'étude du "point de congélation moyen d'une zone de collecte", auquel se réfère la réglementation européenne est toujours en suspens.

#### Bibliographie

- FIL 108B:1991. LAIT. Détermination du point de congélation. Equivalente à ISO 5764 et à AFNOR NF V04 205  
Travaux du groupe E601 FIL/ISO/AOAC "Freezing point". Président : H. VAN DEN BIJGAART, Rapporteur : L. LALOUX  
Draft IDF standard 108C  
Directive 92/46 du Conseil arrêtant 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. (JO CEE L268 du 14/9/1992)  
Règlement 2597/97 du Conseil établissant les règles complémentaires de l'organisation commune des marchés dans le secteur du lait et des produits laitiers en ce qui concerne le lait de consommation. (JO CEE L351 du 23/12/1997)

## VALIDATIONS AFNOR

**M**me MEYER de l'AFNOR nous a fait part de l'actualité en matière de validations AFNOR.

Une nouvelle méthode microbiologique vient d'être validée, jusqu'au 15/09/2002. Il s'agit du RAPID L. mono, test de détection des *Listeria monocytogenes*, distribué par la société SANOFI. L'attestation de validation porte le n° SDP-07/4-09/98, mais n'est consultable, pour l'heure, qu'à l'AFNOR. En conséquence, nous vous donnerons plus de détails dans un prochain numéro de La Lettre de CECALAIT.

A la demande du distributeur, la société AES, l'attestation de validation du *Salmonella* 1-2 test n'a pas été reconduite et n'est donc plus valable depuis le 30/09/1998.

En revanche, la méthode Accuprobe de détection de *L. monocytogenes*, distribuée maintenant par Biomérieux à la place d'Euralam change de n° d'attestation, mais reste validée jusqu'au 07/02/1999.

↳ Par rapport à notre dernier numéro, nous disposons de plus d'informations sur le test **MASTAZYME *Salmonella***, validé sous le n° MAS-17/1-03/98 jusqu'au 23.03.2002.

Il s'agit d'un test ELISA de détection du genre *Salmonella*, distribué par la société MAST Diagnostic et applicable à tous produits d'alimentation humaine ou animale.

Au départ, l'échantillon alimentaire est mis en culture sur milieu sélectif. Le chauffage jusqu'à ébullition d'un aliquot de cette

culture provoque la lyse de la paroi bactérienne et libère d'éventuels antigènes. Ceux-ci sont détectés, après refroidissement par une réaction enzymatique ELISA de type sandwich. La méthode permet d'obtenir des résultats négatifs en 2,5 jours contre 5 jours au moins par la méthode de référence. Ce délai augmente jusqu'à 4 jours -donc toujours moins que la méthode de référence- pour les résultats présumés positifs, puisqu'ils demandent un isolement, puis une identification. Du fait de l'utilisation de microplaques à barrettes amovibles et sécables, la méthode alternative paraît particulièrement souple quant au

nombre d'échantillons à analyser. Elle offre également la possibilité de différer les analyses dans le temps. Ses performances de justesse et de fidélité, déterminées par rapport à la méthode de référence apparaissent satisfaisantes, de même que sa limite de détection, estimée entre 3 à 8 UFC/mL (Unité formant colonie/mL). Certaines souches immobiles de *Salmonella* semblent cependant d'une détection délicate.

## NORMES ET PROJETS DE NORMES PARUS RECEMMENT (reçus entre Juillet et Octobre 1998)

### NORMES EUROPEENNES

**NF EN ISO 11290-2 Août 1998, -AFNOR V 08-028-2 (ICS 07.100.30).** MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS. Méthode horizontale pour la recherche et le dénombrement de *Listeria monocytogenes*. Partie 2 : méthode de dénombrement.

Cette norme remplace le projet de même intitulé. Elle décrit une méthode en six étapes, dont :

- une éventuelle préparation de suspension mère pour des produits non liquides, à l'aide des diluants : eau peptonée tamponnée ou milieu de base du bouillon Fraser-demi, sans agent sélectif,

- une inoculation en gélose sélective PALCAM
- une incubation à 35 ou 37°C pour 24 à 48h
- les habituels tests de confirmation.

### NORMES ISO

**NF ISO 15214 Septembre 1998, -AFNOR V 08-030 (ICS 07.100.30).** MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS. Méthode horizontale pour le dénombrement des bactéries lactiques mésophiles.

Cette norme remplace le projet du même intitulé. La méthode décrite compte les colonies obtenues après 3 jours d'incubation à 30°C en milieu solide MRS (Man, Rogosa et Sharpe), à pH 5,7.

**Rectificatif technique à ISO 5725-1 :** Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure. Partie 1 : principes généraux et définitions. Il remplace le tableau 2, paragraphe 6.3.3.1 des valeurs de A, l'incertitude dans une estimation du biais de la méthode de mesure, par un autre tableau de même intitulé, plus complet.

Signalons, d'autre part, la parution de la **5e partie de la norme ISO 5725 (ISO 5725-5)**, consacrée aux méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée. Elle sera très prochainement reprise en norme française (X 06-041-5) et nous vous donnerons alors plus d'informations sur ce texte.

### NORMES AFNOR

**AFNOR B 35-530 Juin 1998 (ICS 67.260, 71.040.20).** VERRERIE DE LABORATOIRE. Butyromètre à fromage.

Par rapport à la version antérieure (décembre 1971), certaines caractéristiques géométriques des butyromètres ont été modifiées, par exemple leur longueur totale qui passe de 180 mm  $\pm$  5 mm à 190 mm  $\pm$  5 mm ou le diamètre intérieur de l'ouverture opposée au col qui passe de 9,5 mm  $\pm$  5 mm à des valeurs allant de 8,7 à 10 mm. Le nouveau texte donne également des indications plus précises de tolérance ( $\pm$  0,00846 ml) sur la capacité de la graduation et fait disparaître la dénomination "Van Gulik" !

**AFNOR B 35-540 Juin 1998 (ICS 67.260, 71.040.20).** VERRERIE DE LABORATOIRE. Butyromètre à crème

Par rapport à la version antérieure (octobre 1989), le nouveau texte redéfinit, de même, certaines caractéristiques géométriques, par exemple le diamètre intérieur de l'ouverture opposée au col qui passe de 9,5 mm  $\pm$  5 mm à des valeurs allant de 8,7 à 10 mm. Il fixe également la tolérance sur la capacité :  $\pm$  0,020 ml sur la capacité de la graduation

### PROJETS DE NORME AFNOR SOUMIS A ENQUETE

**Projet NF EN ISO 1042, B 35-507.** VERRERIE DE LABORATOIRE. Fioles jaugées à un trait

**Projet B 35-523.** VERRERIE DE LABORATOIRE. Pipettes à lait de 11 ml

**Projet NF ISO 15161, V 01-004 .** Lignes directrices pour l'application de l'ISO 9001 et de l'ISO 9002 dans l'industrie alimentaire et des boissons.

**Projet NF ISO 11843-2, X 06-048-2.** CAPACITES DE DETECTION. Méthodologie dans le cas de l'étalonnage linéaire.

**Projet NF EN ISO/CEI 17025, X 50-061.** Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essai.

# ANALYSE DU LAIT ET DES PRODUITS LAITIERS

## PROCHE OU MOYEN INFRAROUGE : AVANTAGES, INCONVENIENTS

(résumé de l'intervention de M. MAZEROLLES de l'INRA-SRTAL Poligny lors de l'Assemblée générale de CECALAIT)

La spectrophotométrie infra-rouge a pris une place considérable en analyse laitière dans les trente dernières années. Les appareils moyen infra-rouge (MIR) ont été les premiers à donner des résultats quantitatifs satisfaisants et ont alors connu un fort développement. Constamment améliorés depuis, ils restent, aujourd'hui encore, parfaitement adaptés à l'analyse de routine des composants majeurs du lait. La technologie actuelle, avec notamment l'apparition de moyens de calculs puissants et l'utilisation de fibres optiques a conduit à un développement récent de la spectroscopie proche infra-rouge (PIR). Le suivi de la bibliographie des quinze dernières années montre que ce type de spectroscopie possède un potentiel intéressant pour l'analyse du lait comme pour celle du fromage.

Depuis une trentaine d'années, la spectrophotométrie infra-rouge prend une place de plus en plus importante dans les laboratoires laitiers. Les appareils moyen infra-rouge (MIR) ont été les premiers à fournir des résultats quantitatifs fiables en analyse laitière. Améliorés au fil des années, ils restent majoritairement utilisés pour l'analyse du lait. Cependant, depuis quelques années, le développement de la micro-informatique a permis d'adapter à l'analyse courante les appareils proche infra-rouge (PIR), ainsi que les appareils infra-rouge (MIR ou PIR) à transformée de Fourier (IRTF). Il est utile, par conséquent, de faire le point sur les caractéristiques des domaines considérés, sur les différents types d'appareils et leur fonctionnement, leurs avantages et inconvénients, ainsi que sur les travaux qu'ils ont permis de mener et les perspectives de travail qu'ils ouvrent.

### \* CARACTERISTIQUES DES DOMAINES MIR OU PIR

Le MIR est le domaine des longueurs d'onde comprises entre 2,5 et 50  $\mu\text{m}$ . Il se caractérise par de fortes bandes d'absorption des composés à doser, mais aussi de leurs solvants. L'absorption des groupements chimiques y est de plus fortement influencée par leur environnement. C'est le domaine de choix pour l'analyse structurale.

Le PIR est compris entre 0,7 et 2,5  $\mu\text{m}$ . Ce sont des longueurs d'onde plus énergétiques qu'en MIR, d'où des phénomènes de pénétration et de diffusion plus importants. En outre, les absorptions y sont moins intenses qu'en MIR. Enfin, l'information spectrale y est moins bien décrite. En revanche, les éléments des systèmes optiques transparents aux PIR sont moins coûteux et moins fragiles que ceux transparents aux MIR.

### \* LES SPECTROPHOTOMETRES

➤ Quel que soit le domaine d'onde considéré, un spectrophotomètre est toujours constitué d'une source de lumière infra-rouge, d'un système dispersif ou interférentiel et d'un détecteur de signal. Ils se répartissent en trois catégories :

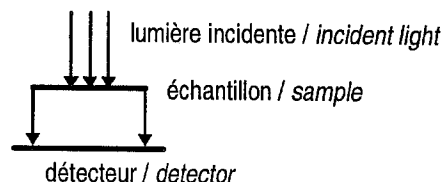
- les appareils à filtres interférentiels, très utilisés dans les années 60 et équipant les analyseurs intégrés de lait,

- Les appareils dispersifs, à prisme, pour les appareils anciens, ou à réseau avec simple ou double faisceau,

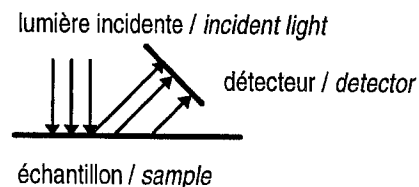
- Les appareils IRTF.

➤ Deux modes de travail sont principalement utilisés en analyse laitière : la transmission ou la réflexion, décrits schématiquement ci-dessous.

travail en / working in  
TRANSMISSION



travail en / working in  
REFLEXION



Transmission ou réflexion sont chacun, largement déclinés à travers les appareils, les produits à analyser etc...

➤ Pour les appareils MIR dédiés à l'analyse du lait, l'étape de calibrage du spectrophotomètre considère généralement des longueurs d'onde bien définies. De la même façon, en PIR, cette étape de calibrage peut ne faire intervenir qu'un nombre restreint de longueurs d'ondes, reliées aux concentrations en éléments à doser par régression linéaire multiple (MLR).

Toutefois les applications les plus récentes du PIR en analyse laitière considèrent un domaine de longueurs d'onde plus étendu et font appel à des prétraitements mathématiques du signal obtenu et à des outils statistiques sophistiqués (analyse en composantes principales, PCA, moindres carrés partiels, PLS). En fait, c'est l'apparition, relativement récente, d'outils informatiques permettant d'effectuer rapidement ces calculs statistiques complexes, qui est en grande partie responsable du développement actuel des analyses en PIR.

#### \* TRAVAUX EN INDUSTRIE LAITIÈRE

Les analyses en MIR comme en PIR sont bien adaptées à l'industrie laitière. Les critères de choix entre les deux dépendent à la fois :

- de la problématique : est-elle d'ordre quantitatif ou qualitatif ?
- de l'état physique de la matrice utilisée : liquide, poudre...
- de la simplicité, la rapidité et la facilité de mise en oeuvre du dosage.

Une synthèse de la bibliographie consacrée aux analyses du lait par infra-rouge, effectuée sur la période des quinze dernières années fournit, comme il fallait s'y attendre, des résultats beaucoup plus nombreux en MIR qu'en PIR. Elle confirme que l'analyse en MIR reste la technique de choix pour l'analyse de routine des constituants majeurs du lait. Cependant, les résultats obtenus notamment à partir des années 1980 en PIR font apparaître des performances sensiblement voisines entre ces deux domaines et indiquent un potentiel intéressant pour le PIR.

De nombreux points demeurent encore flous toutefois, faute de recul suffisant. Ainsi, s'il semble que la lipolyse n'influe pas le signal PIR dans le lait, l'influence éventuelle d'un agent conservateur n'est pas encore connue. De même, en PIR, le calibrage semble possible pour le lait, mais reste très largement empirique.

En ce qui concerne le fromage, la synthèse de la bibliographie récente montre des résultats et des perspectives intéressants

obtenus en PIR. Ainsi certains éléments permettraient d'envisager une calibration commune à tous les stades d'affinage. En outre, quelques essais effectués sur des fromages assez humides ont donné des résultats encourageants.

D'autres perspectives de travail en PIR s'adressent notamment à l'analyse du lait en ferme, à l'étude de la coagulation du lait ou au suivi en ligne de la fabrication, de la matière première au produit fini. Cette dernière application de la PIR est généralement couplée à l'utilisation de fibres optiques et est, d'ores et déjà, apparue dans certaines unités de production.

Enfin, le développement actuel de l'IRTF -lui-même lié au développement d'outils de calcul puissants-, où l'utilisation de plusieurs plages spectrales devrait permettre de s'affranchir de certains facteurs de variation, concerne aussi bien le MIR que le PIR.

#### \* CONCLUSION

La pratique des laboratoires et les travaux de recherche / développement effectués au cours de ces quinze dernières années montrent que les analyses en MIR et en PIR conviennent toutes deux à l'industrie laitière.

Technique ayant donné depuis longtemps déjà des résultats fiables dans l'analyse quantitative du lait, le MIR reste l'outil le plus satisfaisant pour l'analyse de routine des composants majeurs. De développement plus récent, le PIR présente cependant un potentiel intéressant aussi bien pour l'analyse du lait que du fromage.

*A noter que M. MAZEROLLES collabore à la rédaction d'un ouvrage faisant le point sur ces questions. Nous vous tiendrons bien évidemment au courant de sa parution.*

## NOUVEAUTES DANS LA REGLEMENTATION

### FRANCE

**Arrêté du 20/7/1998 fixant les conditions techniques et hygiéniques applicables au transport des aliments (JO France du 6/8/1998).** Ce texte spécifie les conditions de conception et d'équipement des moyens de transport, l'hygiène du transport proprement dit, l'hygiène et la formation du personnel manipulant les denrées transportées. Il décrit précisément les procédures d'autocontrôle à établir et à mettre en oeuvre régulièrement. Une partie spécifique du texte est consacrée aux dispositions destinées à garantir le respect de la chaîne du froid dans le transport des denrées s'altérant à température ambiante.

En ce qui concerne les produits laitiers, cet arrêté s'adresse notamment aux crèmes glacées, aux produits laitiers frais, au lait cru destiné à la consommation ou à l'industrie, au lait pasteurisé.

**Arrêté du 8/9/1998 modifiant l'arrêté du 5/12/994 relatif au retrait de la consommation humaine des denrées alimentaires d'origine animale contaminées par des résidus de pesticides JO France du 17/9/1998**

Il recule de 3 mois -jusqu'au 1/7/2000- la date limite d'adoption d'une teneur maximale de résidus pour certains pesticides, faute de quoi c'est une valeur arbitraire qui sera applicable.

**Avis des 7/8 et 8/10/1998 modifiant la liste du 08 février 1998, relatif à la mise sur le marché communautaire de laits de consommation et de produits à base de lait**

Ces textes complètent la liste des établissements conformes aux dispositions de l'arrêté du 02 mars 1995 relatif à l'agrément des centres de collecte, de standardisation, de traitement, de transformation du lait et des produits à base de lait.

## ↳ Autres textes

➤ **Avis du 14/10/1997 du Conseil supérieur d'hygiène publique de France (section de l'alimentation et de la nutrition) sur les résultats du plan de surveillance de la contamination du lait par les dioxines 1994-1995 de la DGAI.** (Bulletin Officiel du Ministère de l'Emploi et de la Solidarité, n° 98/9 du 14/3/1998).

Il constate que l'ensemble des résultats se situe favorablement par rapport aux fourchettes de valeurs observées dans l'Europe Communautaire, avec notamment la moitié des laits de mélange étudiés qui correspondent au niveau basal des pays européens. Il relève néanmoins que les laits produits dans des zones à forte activité industrielle, notamment à proximité d'un incinérateur peuvent montrer une élévation significative des taux de contamination. Le dépassement du taux d'exclusion n'est toutefois qu'exceptionnel, chez des producteurs accumulant les facteurs défavorables.

Pour mieux saisir les conséquences des contaminations, la section estime nécessaires des informations supplémentaires, principalement sur les modèles de consommation des produits laitiers ainsi que sur les niveaux de contamination du lait humain. Elle rappelle néanmoins qu'une solution à long terme passe nécessairement par une réduction des sources de contamination.

➤ **Autorisation des chymosines d'origine fermentaire.** Le JO du 19/5/1998 autorise l'emploi de chymosines de synthèse pour la fabrication de fromages, sauf ceux bénéficiant d'une appellation d'origine contrôlée. Ces enzymes sont produites par transformation (pH2, comme dans l'estomac du veau) de la prochymosine produite par des cultures de microorganismes génétiquement modifiés à cette fin.

➤ Du fait de la transposition de la législation communautaire, le lyzozyme, utilisé comme auxiliaire technologique dans certaines fabrications de fromages, est maintenant repris dans la liste des additifs alimentaires. Il doit donc figurer désormais sur la liste des ingrédients lors de l'étiquetage.

## EUROPE COMMUNAUTAIRE

**Règlements n° 1568/98, 1569/98 et 1570/98 du 17/7/1998, 1916/98 et 1917/98 du 9/9/1998, 1958/98 du 15/9/1998 de la Commission modifiant les annexes I à 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.** (JOCE L205 du 22/7/1998, L250 du 10/9/1998, L 254 du 16/9/1998)

Ces textes complètent la liste des différents antibiotiques et agents antiparasitaires avec les LMRs exprimées en µg/Kg de lait : spectinomycine (200 µg), marbofloxacin (75 µg), amitraz (10 µg), cyfluthrine (20 µg)

Enfin, ils rajoutent à la liste des substances qui ne sont pas soumises à une limite maximale de résidus quelques composés organiques (diprophylline, huile de ricin, vitamine D...) et inorganiques (chlorure d'ammonium, sulfate de fer...)

☺ **A noter : le règlement 1570/98 fait une remarquable tentative d'unification des différents modificatifs du règlement 2377/90, dispersés au fil des années et des règlements. Il reprend en une seule fois l'ensemble des annexes modifiées et donne donc la liste (au 17/7/1998) des LMRs fixées pour les substances pharmacologiquement actives (annexes I et III), la liste des substances pour lesquelles aucune LMR ne peut être fixée (annexe IV), la liste des substances non soumises à LMR (annexe II).**

**Directive 98/34/CE du Parlement Européen et du Conseil du 22/6/1998 prévoyant une procédure d'information dans le domaine des normes et réglementations techniques.** (JOCE L204 du 21/7/1998),  
**modifiée par la Directive 98/48/CE du Parlement Européen et du Conseil du 20/7/1998.** (JOCE L217 du 20/7/1998)

Ces deux textes sont destinés à améliorer et formaliser la communication entre les instances de normalisation nationale et les instances communautaires (dont le CEN). Ils ont également pour but de faciliter la diffusion d'une information à caractère normatif ou réglementaire en provenance d'un Etat, vers les autres Etats. Ils s'efforcent, en outre, de limiter les risques d'entraves aux échanges que pourraient constituer certaines normes ou règlements.

**Directive 98/66/CE de la Commission du 4/9/1998 modifiant la directive 95/31/CE établissant des critères de pureté spécifiques pour les édulcorants pouvant être utilisés dans les denrées alimentaires** (JOCE L257 du 19/9/1998)

Ce texte définit une nouvelle fiche technique pour l'isomalt (E953)

**Règlement n° 2597/97 du 18/12/1997** (JO L351 du 23/12/1997)

Ce règlement avait échappé à notre attention en son temps et nous nous en excusons.

Dans le cadre de la commercialisation des laits de consommation, ce texte donne ou redonne les définitions des lait cru, lait entier, normalisé ou non, lait demi-écrémé, lait écrémé. Il rappelle les valeurs minimales de masse volumique : 1028 g/L, de taux protéique : 2,9% (m/m), de taux de matière sèche dégraissée : 8,50% (m/m) -ces trois valeurs étant à constater sur du lait à 3,5% de matière grasse-. Enfin, il modifie les exigences concernant le point de congélation (cf l'article sur cette question au début de cette Lettre).

**Décision du Conseil 98/582/CE du 6/10/1998 modifiant la décision 97/80/CE de la Commission portant dispositions d'application de la directive 96/16/CE du Conseil concernant les enquêtes statistiques à effectuer dans le domaine du lait et des produits laitiers.** (JOCE L281 du 17/10/1998)

Ce texte fait une nouvelle classification des différentes catégories de beurre dans la liste des produits laitiers soumis à enquêtes statistiques.

➤ **eurobaromètre de la sécurité alimentaire**

Sur le forum électronique Mercure (créé par l'AFNOR), A. Amgar (de l'ASEPT) nous informe de la parution d'un Eurobaromètre de



la Sécurité Alimentaire publié par la DG24 le 3/9/1998 ([http://europa.eu.int/comm/dg24/library/pub/eurobarometer/index\\_fr.html](http://europa.eu.int/comm/dg24/library/pub/eurobarometer/index_fr.html)). Ce sondage auprès des consommateurs des différents pays de l'Europe Communautaire portait sur la sécurité des produits alimentaires, les facteurs la déterminant, l'étiquetage, l'information sur la sécurité, l'impact du lieu de vente.

➤ Depuis plusieurs semaines, les **Journaux Officiels Européens** des vingt derniers jours (séries L et C) sont consultables gratuitement -dans chacune des onze langues communautaire !- sur Internet sur le site <http://europa.eu.int/eur-lex>. Passé ce délai, ils sont archivés en <http://www.eudor.com>, où ils restent consultables.

## QUELQUES PRECISIONS

### concernant l'article paru dans le n° 26 "Evaluation d'une méthode microbiologique : ISO 7932, dénombrement de *Bacillus cereus*"

**M**ademoiselle LAHELLEC du CNEVA nous communique quelques précisions concernant les objectifs et les suites de l'étude d'évaluation de la méthode ISO 7932, dont nous avons rendu compte dans notre n° 26.

La réalisation de cette étude collaborative a répondu à un appel d'offres lancé par la Commission Européenne afin d'introduire des paramètres de précision dans les normes ISO pour adoption en tant que norme CEN. Ce dernier organisme s'est en effet engagé à adopter autant que possible les normes ISO. Toutefois les données de précision ainsi obtenues seront également reprises par l'ISO pour amender, voire réviser ses propres normes.

Les conclusions de l'étude ont été présentées, non seulement au groupe de travail concerné au CEN; mais aussi au groupe de travail correspondant de l'ISO et transmises à l'Union Européenne (le commanditaire !).

Le groupe de travail de l'ISO (SC9) a notamment décidé d'amender rapidement la norme 7932 en :

- incluant les données de fidélité obtenues grâce à l'étude d'évaluation,
- en introduisant le terme "présomptif" dans le titre de la norme,
- en maintenant l'utilisation du milieu MEYP, puisque le milieu PEMBA n'améliore pas les résultats,
- en éliminant le test de confirmation VP, étant donné ses résultats discordants et le calcul des données de fidélité sans prise en compte de cet essai,

A plus longue échéance, cependant, il a décidé de conduire des essais pour améliorer les tests de confirmation. Des membres du groupe ont d'ores et déjà amélioré notablement la fiabilité de l'essai VP par des modifications dans le pH et la composition du milieu. La collecte puis l'analyse de l'ensemble des résultats ainsi obtenus devraient alors aboutir à une révision de la norme ISO 7932.

## RENDEZ-VOUS

### ➤ RAPPEL

**30 NOVEMBRE 1998 - 1 DECEMBRE 1998 :  
SYMPOSIUM COST95 : "QUALITE ET  
MICROBIOLOGIE DES FROMAGES  
TRADITIONNELS ET AU LAIT CRU" A DIJON**

Pour tout renseignement, prendre contact avec

**INRA - SRTAL**

BP 89

39801 POLIGNY

tel : 03.84.73.63.00

Fax : 03.84.37.37.81

mel : [grappin@poligny.inra.fr](mailto:grappin@poligny.inra.fr) ou [fleuriot@poligny.inra.fr](mailto:fleuriot@poligny.inra.fr)

### ➤ AUTRES MANIFESTATIONS

**9-13 NOVEMBRE 1998 CONFERENCE POUR LE  
25E ANNIVERSAIRE DU BCR**

titre : "Measuring tomorrow"

Pour tout renseignement, prendre contact avec Community

Bureau of reference

c/o Dr Cristina Rivas

CIED

University of Plymouth

Plymouth PL48AA

Royaume-Uni

**19-24 AVRIL 1999 SEMAINE ANALYTIQUE :  
FIL/ISO/AOAC, A OTTAWA (CANADA)**

& en parallèle

**19 AVRIL 1999 : SYMPOSIUM FIL/ISO/AOAC  
"LABORATORY ACCREDITATION AND PROFICIENCY  
TESTING"**

**FIL**  
Secrétariat  
41, square Vergote  
B-1030 BRUXELLES  
BELGIQUE  
Fax : 32/2.733.04.13  
mel : info@fil-idf.org  
http://www.fil-idf.org

Pour tout renseignement, prendre contact avec

## **DU COTE DE LA BIBLIO**

**V**ous trouverez ci-joint la liste complète des références repérées pour intégration dans 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.

Attention, nous vous rappelons que nous ne pouvons photocopier ni les ouvrages, ni les normes !

Par manque de place, nous reportons au prochain numéro de La Lettre de CECALAIT (n° 28, à paraître fin janvier 1999) le résumé de l'intervention de M. GRAPPIN de l'INRA-SRTAL Poligny lors de l'Assemblée générale de CECALAIT : la normalisation internationale : enjeux, acteurs et relais européens et nationaux. Merci de votre compréhension.