

LA PREPARATION DU LAIT SEC ET DES PRODUITS LAITIERS SECS EN VUE DE L'ANALYSE DE LEUR COMPOSITION PRINCIPES ET POINTS CRITIQUES

Le lait sec et les produits laitiers secs sont soumis à des critères de composition dont notamment la teneur en humidité et la teneur en matière grasse.

Afin d'assurer le respect de ces critères et également de suivre les opérations de production, ces produits sont analysés régulièrement en utilisant des méthodes analytiques chimiques ou instrumentales.

Pour ces méthodes, une préparation de l'échantillon est nécessaire. Cette étape est généralement décrite dans les méthodes analytiques normalisées (AFNOR et/ou ISO notamment). On peut notamment citer les documents suivants :

- **ISO 5537** : Lait sec - Détermination de la teneur en humidité
- **ISO 5543** : Caséines et caséinates - Détermination de la teneur en matière grasse
- **ISO 21543** : Produits laitiers - Lignes directrices pour l'application de la spectrométrie dans le proche infra rouge

Comme pour tous les autres produits laitiers, les étapes d'échantillonnage et de préparation des échantillons pour les produits secs sont primordiales à l'atteinte de résultats, d'une part justes, et d'autre part, représentatifs de l'échantillon de départ.

Compte-tenu des modalités de préparation à appliquer, l'étape de sous-échantillonnage est souvent peu nécessaire pour ces types de produits, n'ayant pas le besoin d'effectuer une réduction massive de l'échantillon reçu dans ce cadre (à l'exception des caséines et caséinates dans certains cas).

Vous trouverez ci-dessous un descriptif de ces différentes étapes, de leurs objectifs, des conditions opératoires à mettre en place pour y satisfaire et des points critiques à maîtriser.

Echantillonnage

Comme pour la majorité des normes analytiques, la partie échantillonnage n'est pas intégrée dans les documents relatifs à la détermination de la composition de ces produits. On pourra se référer dans ce cas présent à la norme ISO 707 | FIL 50 qui spécifie les modalités d'échantillonnage à appliquer dans un domaine de production.

Une fois l'échantillon prélevé, il devra être emballé dans un contenant étanche à l'air et à l'eau et ensuite stocké à température ambiante. Ces types de produits étant très hygroscopiques, une attention toute particulière devra être portée pour assurer une étanchéité du contenant si l'on veut assurer la stabilité du produit pendant son stockage avant analyse : présence de joints au niveau du bouchon dans le cas de flacons, nature de la matière et caractéristique de sa perméabilité à l'eau dans le cas de sachets, ...

De plus, le choix du contenant (type et volume, et temps du stockage avant analyse) devra être effectué en prenant en compte certains éléments de l'étape de préparation.

Les points critiques majeurs de cette étape sont :

- **La représentativité de l'échantillon prélevé au regard du produit voulant être caractérisé**
- **Le respect des modalités de choix du contenant adapté à l'usage**

Préparation

La préparation préconisée dans les documents normatifs peut certes sembler simple (à l'exception de celle pour les caséines et caséinates qui sera développée en fin de ce chapitre), mais cette étape peut avoir néanmoins une influence significative sur les déterminations analytiques ultérieures.

Son principe général est un mélange de l'échantillon par agitation et rotation dans un contenant d'un **volume double** de celui de l'**échantillon** afin de pouvoir réaliser des prises d'essais représentatives de l'échantillon reçu. En effet, lors du stockage, on peut notamment observer une sédimentation des grains selon leur taille et un échange gazeux entre la couche externe du produit et l'air de l'espace de tête, ceci amenant potentiellement une non homogénéité dans l'échantillon reçu.

D'un point de vue pratique, le volume initial du contenant vs quantité d'échantillon déterminera donc si le laboratoire doit transférer l'échantillon dans un contenant au volume plus grand ou si une agitation est possible dans le contenant initial. Dans la réflexion initiale sur ce point, il sera également nécessaire de prendre en compte que tout transfert s'accompagne d'un risque de prise d'humidité.

Le choix devra donc être réfléchi en amont en intégrant les modalités analytiques (critères, temps avant analyse...) et les objectifs de l'essai.

Une modalité spécifique pour les caséines et caséinates

Pour les caséines et caséinates, après une agitation comme celle précisée ci-dessus, un broyage peut s'avérer nécessaire si la granulométrie du produit est supérieure à 500 µm (à l'aide d'un tamis spécifique). Ce point est précisé dans les méthodes analytiques et revêt une importance particulière pour la justesse des résultats obtenus.

Prise d'essai

Une fois l'échantillon rendu homogène, le laboratoire devra réaliser ses prises d'essais pour l'ensemble des déterminations dans un court intervalle de temps pour ne pas exposer le produit à l'air ambiant et voir ainsi une évolution de sa teneur en humidité.

Dans le déroulement de ces opérations, le laboratoire veillera à réaliser la pesée le plus rapidement possible et également à refermer le contenant entre chaque prise d'essai.

Si le laboratoire souhaite conserver l'échantillon pour une contre-analyse par exemple, les modalités de conservation devront être définies et validées pour garantir la non-évolution du produit au cours du temps.

Les points critiques majeurs de ces étapes sont :

- **Le choix du contenant en fonction des modalités d'analyse et des objectifs**
- **Le respect des modalités d'agitation telles que précisées ci-dessus qui pourraient provoquer si elles n'étaient pas appliquées une prise d'essai non représentative et non homogène.**
- **Une exposition à l'air du produit à analyser le plus court possible.**
- **Une rapidité dans la réalisation des prises d'essais**

Conclusion

Comme vous l'avez compris, le respect des bonnes pratiques au cours de ces étapes est l'unique solution pour assurer la qualité des déterminations qui sont effectuées dans les laboratoires. En effet, seul ce respect permettra d'assurer la représentativité de l'échantillon initial tout au long du processus analytique mais également la qualité des déterminations analytiques associées.

Philippe TROSSAT