

Détermination du profil en acides gras du lait au moyen d'un appareil proche infrarouge équipé d'une sonde à fibre optique

Near-infrared Spectroscopy with a fiber optic probe for determination of fatty acid profile in raw milk

NGUYEN H.N. (1), DEHARENG F. (1), NIEMÖLLER A. (2) et DARDENNE P. (1)

(1) Centre wallon de Recherches agronomiques, Département Valorisation des Productions agricoles, 24 Chaussée de Namur, 5030 Gembloux (Belgique)

(2) Bruker Optik GmbH (NIR & Process Technology), Rudolf-Plank-Str. 27, 76275 Ettlingen (Germany)

INTRODUCTION

L'étude présentée ici fait partie d'un projet plus large qui vise à utiliser la spectrométrie proche infrarouge directement sur chaque poste de traite (projet MilkNir). Pour y arriver, il est important de disposer d'un appareillage permettant d'effectuer des mesures au même moment, à plusieurs endroits différents, tout en conservant une qualité spectrale suffisante afin de prédire un maximum de paramètres. L'utilisation de sondes à fibre optique reliées à un spectromètre de type proche infrarouge à transformée de Fourier (FT-NIR) est ici envisagée et l'objectif de cette étude est d'en évaluer le potentiel. Pour cette évaluation, nous avons choisi de nous intéresser à sa capacité à prédire la composition en acides gras (AG) du lait.

1. MATERIEL ET METHODES

Un appareil FT-NIR Matrix-F (780-2500 nm) de Bruker Optics a été utilisé pour enregistrer le spectre des échantillons. Cet appareil est de type multicanaux, ce qui permet le raccord simultané de plusieurs sondes. La sonde testée fonctionne en mode « transflexion » c'est-à-dire que l'absorbance résulte d'un double passage (espacement 1 mm) à travers l'échantillon. 583 échantillons de lait cru de vaches individuelles ont été récoltés entre août 2008 et juin 2009, dans des fermes choisies en fonction de la variabilité des rations et races utilisées. Tous les laits ont été mesurés à 39°C±1°C. Afin de procéder à une sélection des échantillons les plus différents les uns des autres, une analyse en composante principale (ACP) a été réalisée sur l'ensemble des 583 spectres. Une distance de Mahalanobis standardisée a permis de sélectionner 82 échantillons avec des distances entre les plus proches voisins égales ou supérieures à 0,6. Ces 82 laits ont été analysés par chromatographie en phase gazeuse (CPG), suivant la méthode décrite par Collomb et Bühler (2000). La variabilité de chaque constituant du profil AG est présentée au **Tableau 1** (Min-Max). La méthode de régression PLS1 (Partial Least Squares) a été appliquée pour établir les équations de prédiction sur base des profils AG obtenus. Les spectres ont été prétraités : dérivée première (Savitsky-Golay) et normalisation vectorielle (SNV). La validation des courbes de calibrage a été obtenue par validation croisée (CV).

2. RESULTATS ET DISCUSSION

Le critère «rapport performance/déviation (RPD)» permet d'évaluer l'efficacité d'un calibrage. Il est communément admis en spectrométrie infrarouge qu'une valeur de RPD supérieure à 2,4 indique la possibilité d'employer le modèle de prédiction en analyses de routine, offrant ainsi une diminution des coûts et une augmentation de la cadence de mesure par rapport à la CPG.

Nos résultats, similaires à ceux obtenus sur poudre de lait par Coppa *et al* (2010), montrent une bonne prédiction du C16:0, du C18:1n9, des acides gras saturés (SAT), insaturés (INSAT), monoinsaturés (MONO) et du total des acides gras à moyenne (≥ 12 C et ≤ 16 C) et longue (> 16 C) chaîne aliphatique.

Pour les AG pris individuellement : C4:0, C6:0, C8:0, C10:0, C12:0, C14:0, C14:1, C16:1, C17:0, C18:0, C18:1trans, C18:2n6, C18:3n3 et l'acide ruménique (CLA), ainsi que pour les Omega-3 et 6, les acides gras polyinsaturés (POLY) et à courte chaîne aliphatique (< 12 C), leurs faibles teneurs (toutes inférieures à 0,73 g/dl) rendent difficile leur prédiction avec le système concerné.

Tableau 1 : Résultats statistiques des étalonnages FT-NIR du profil AG du lait (g/dl de lait) - n=82.

n=82	Min-Max	SE _c	R ² _c	SE _{cv}	R ² _{cv}	RPD
MG	2,05-5,96	0,05	1,00	0,06	0,99	12,3
C4:0	0,07-0,18	0,01	0,61	0,02	0,48	1,4
C6:0	0,04-0,11	0,01	0,45	0,01	0,39	1,3
C8:0	0,03-0,07	0,01	0,34	0,01	0,27	1,2
C10:0	0,06-0,20	0,02	0,70	0,02	0,45	1,3
C12:0	0,05-0,27	0,02	0,74	0,03	0,50	1,4
C14:0	0,27-0,73	0,05	0,80	0,06	0,71	1,9
C14:1	0,02-0,08	0,01	0,66	0,01	0,56	1,5
C16:0	0,59-2,08	0,11	0,89	0,12	0,86	2,7
C16:1	0,03-0,16	0,02	0,72	0,02	0,64	1,7
C17:0	0,01-0,05	<0,01	0,77	<0,01	0,74	2,0
C18:0	0,16-0,71	0,07	0,66	0,07	0,62	1,6
C18:1trans	0,04-0,22	0,03	0,58	0,03	0,51	1,4
C18:1n9	0,25-1,64	0,06	0,95	0,09	0,88	2,9
C18:2n6	0,02-0,11	0,01	0,85	0,01	0,69	1,8
C18:3n3	0,01-0,04	<0,01	0,64	<0,01	0,51	1,4
CLA	0,01-0,08	<0,02	0,48	<0,02	0,37	1,3
ΣOmega-3	0,01-0,06	<0,01	0,69	<0,01	0,60	1,6
ΣOmega-6	0,05-0,16	<0,02	0,77	<0,02	0,65	1,7
SAT	1,57-4,16	0,11	0,97	0,14	0,94	4,2
INSAT	0,48-2,13	0,07	0,96	0,10	0,91	3,4
MONO	0,41-1,81	0,06	0,96	0,08	0,92	3,5
POLY	0,07-0,27	0,02	0,79	0,03	0,69	1,8
AG Courts	0,22-0,51	0,04	0,74	0,05	0,52	1,5
AG Moyens	1,18-3,20	0,16	0,90	0,18	0,88	2,9
AG Longs	0,59-2,76	0,14	0,91	0,15	0,87	2,8

MG : Matière grasse ; SE_c : Ecart-type résiduel de l'étalonnage ; R²_c : Coefficient de détermination de l'étalonnage ; SE_{cv} : Moyenne quadratique des écarts à la moyenne de la «validation croisée» ; R²_{cv} : Coefficient de détermination de la «validation croisée» ; RPD : Rapport performance / déviation

CONCLUSION

Bien que l'on n'atteigne pas le niveau du moyen infrarouge (Soyeurt *et al.*, 2006), le présent dispositif de mesure peut être envisagé pour donner une estimation des principaux AG. Les performances pour les AG individuels à faibles concentrations sont insuffisantes pour un dosage quantitatif mais pourraient cependant donner une indication pour le classement de lots.

Cette étude a été réalisée dans le cadre du projet de recherche MilkNir subsidié par le Ministère la Région wallonne - DGARNE-DGO 3 (Belgique).

Collomb M., Bühler T., 2000. Travaux Chimiques en Alimentation et Hygiène. 91, 306-332.

Coppa M., Ferlay A., Leroux C., Jestin M., Chilliard Y., Martin B. and Andueza D., 2010. Inter. Dairy Jour. : Vol. 20, Issue 3, 182-189.
Soyeurt H., Dardenne P., Dehareng F., Lognay G., Veselko D., Marlier M., Bertozzi C., Mayeres P. and Gengler N., 2006. J. Dairy Sci. 89 : 3690-3695.