



**HAL**  
open science

## Authentification de l'origine herbagère de la viande et du lait

Sophie Prache, Bruno Martin, Mauro Coppa

► **To cite this version:**

Sophie Prache, Bruno Martin, Mauro Coppa. Authentification de l'origine herbagère de la viande et du lait. Les Journées de l'AFPF (Association Française pour la Production Fourragère), Mar 2019, Paris, France. hal-02735690

**HAL Id: hal-02735690**

**<https://hal.inrae.fr/hal-02735690>**

Submitted on 2 Jun 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Authentification de l'origine herbagère de la viande et du lait

S. Prache<sup>1</sup>, B. Martin<sup>1</sup>, M. Coppa<sup>1</sup>

<sup>1</sup> : Université d'Auvergne, INRA, Vetagro Sup, UMR Herbivores, F-63122 St-Genès-Champanelle ;  
sophie.prache@inra.fr

## Résumé

Les valeurs portées par les produits issus d'animaux alimentés à l'herbe et leurs qualités sensorielle et nutritionnelle conduisent à s'intéresser aux moyens d'authentifier leur origine herbagère pour la garantir. Cet article synthétise les connaissances scientifiques sur l'authentification de l'origine herbagère de la viande et des produits laitiers des bovins et des ovins. Il expose les résultats obtenus avec les différentes méthodes développées jusqu'à présent, d'abord dans des situations alimentaires contrastées, puis en conditions plus complexes, notamment lors d'alternances de régimes alimentaires ou lorsque l'herbe ne représente qu'une partie de la ration de l'animal. Il souligne le potentiel de ces méthodes, les difficultés auxquelles elles se heurtent, liées notamment à la variabilité des conditions d'alimentation et à la variabilité de la réponse animale, leurs limites et l'intérêt de les combiner. Les travaux ont jusqu'à présent pour beaucoup été de type 'preuve de concept' et cet article souligne la nécessité de gagner en généralité et robustesse en développant des bases de données plus importantes.

## Introduction

L'authentification de l'origine herbagère de la viande et des produits laitiers intéresse les acteurs de la chaîne alimentaire pour plusieurs raisons. L'alimentation à l'herbe des animaux porte des valeurs particulières pour les consommateurs (naturalité, respect des animaux et de l'environnement, entretien du paysage, valorisation de surfaces en prairies parfois non cultivables mais favorables à la biodiversité, etc.). Par ailleurs, de nombreuses études scientifiques montrent des effets bénéfiques de l'alimentation à l'herbe des animaux sur la qualité de leurs produits (teneur plus élevée en composés d'intérêt nutritionnel - acides gras, vitamines, antioxydants -). Enfin, les éleveurs qui s'engagent sur des conditions spécifiques de production (à travers des cahiers des charges, par ex.) cherchent à se protéger des contrevenants qui pourraient profiter de la plus-value des produits sans subir les contraintes correspondantes. En regard de la plus-value potentielle et du surcoût des produits, les éleveurs et les consommateurs s'inquiètent donc des risques potentiels de fraude (PRIMROSE *et al.*, 2010), d'où le développement de méthodes analytiques qui, au-delà des contrôles par visites (autocontrôles ou contrôles par organismes indépendants), peuvent permettre de garantir qu'un produit est conforme aux engagements pris dans un cahier des charges. L'objectif de cet article est de faire le point sur les connaissances scientifiques et les méthodologies actuelles concernant l'authentification de l'origine herbagère de la viande et des produits laitiers chez les bovins et les ovins.

# 1. Discrimination de régimes alimentaires contrastés

L'alimentation des animaux est un facteur de variation majeur de la composition du lait et de la viande. Ses effets sont liés à des composés spécifiques qui sont soit transférés directement de la ration au produit, soit transformés ou produits par les microbes du rumen ou par le métabolisme animal sous l'effet du régime alimentaire. Ces composés peuvent donc être utilisés comme marqueurs de l'alimentation de l'animal. Par ailleurs, comme les différences de composition du lait ou de la viande induisent des différences dans leurs propriétés optiques, celles-ci peuvent aussi être utilisées pour authentifier l'alimentation à partir du produit. Deux grandes approches ont ainsi été développées pour authentifier l'origine herbagère des produits : la quantification de composés spécifiques et des méthodes plus globales, comme l'analyse des propriétés optiques des produits.

## 1.1. Traceurs moléculaires et isotopes stables

### - Acides gras

Sur la viande ovine, AUROUSSEAU *et al.* (2004) ont montré que la mesure du profil en acides gras (AG) permettait de discriminer sans erreur les agneaux engraisés à l'herbe des agneaux engraisés en bergerie avec une ration à base de concentré. Sur la viande bovine également, ALFAIA *et al.* (2009) ont pu discriminer sans erreur 4 modalités d'alimentation (pâturage vs ration à base d'orge à l'étable vs pâturage puis finition à l'étable pendant 2 ou 4 mois avec une ration à base d'orge). De même, une étude irlandaise a montré que la composition en AG pouvait permettre de discriminer avec une fiabilité de 92,9% la viande de bovins alimentés selon 4 modalités : pâturage pendant 1 an vs ration concentrée à base d'orge pendant 1 an vs herbe ensilée pendant 6 mois puis pâturée pendant 6 mois vs herbe ensilée pendant 6 mois puis pâturée pendant 6 mois avec une complémentation avec un concentré à base d'orge à raison de 50% de la ration (MONAHAN *et al.*, 2018). Les échantillons mal classés provenaient d'animaux exclusivement au pâturage, qui étaient considérés comme ayant consommé de l'herbe ensilée puis pâturée. L'erreur de classification n'était donc pas majeure si l'objectif était d'authentifier l'origine herbagère de la viande, et lorsque les animaux ayant consommé uniquement de l'herbe (pâturée ou ensilée) étaient regroupés, tous les échantillons étaient bien classés.

Plusieurs études ont également montré que l'analyse de la composition en AG du lait permettait d'authentifier les rations à base d'herbe. En comparant des laits de citernes issus de fermes où les troupeaux étaient nourris avec plus de 30% ou moins de 25% d'ensilage de maïs, ENGEL *et al.* (2007) ont montré que les AG étaient les composés qui présentaient le meilleur pouvoir discriminant (comparativement aux caroténoïdes, à la couleur ou aux composés volatils...). L'intérêt des AG a été confirmé dans des études comparant des laits produits par des troupeaux nourris avec de l'ensilage de maïs vs de l'ensilage d'herbe (GASPARDO *et al.*, 2010) ou de l'ensilage d'herbe vs au pâturage (MITANI *et al.*, 2016). Dans les fromages, des résultats similaires ont été obtenus par SEGATO *et al.* (2017) en comparant plusieurs types de régimes (foin vs ensilage de maïs vs pâturage). COPPA *et al.* (2015a) ont confirmé que l'analyse de la composition en AG du lait permettait de discriminer les types d'alimentation d'un grand nombre de fermes en Europe lorsque les régimes sont contrastés ; en revanche, lorsque les régimes sont moins contrastés (mêmes types de fourrages apportés en proportion variable), le pouvoir de discrimination des AG se réduit significativement (91% vs 84% d'échantillons bien classés).

Au-delà de l'origine herbagère, MOLONEY *et al.* (2018) ont utilisé le profil en AG de la viande de bovins pour authentifier la nature de la prairie pâturée : ils ont bien classé 80,7% et 86,1% des échantillons issus d'animaux qui avaient pâturé des prairies de graminées vs de graminées + trèfle blanc. Sur le lait, plusieurs études ont montré que la nature botanique des prairies (temporaire vs permanente diversifiée) modifiait de façon substantielle le profil en AG du lait (COLLOMB *et al.*, 2002 ; LEIBER *et al.*, 2005 ; COPPA *et al.*, 2015b). Néanmoins, compte tenu de la variabilité du profil en AG selon le stade phénologique de l'herbe (COPPA *et al.*, 2011), sa composition botanique (POVOLO *et al.*, 2013) et la conduite du pâturage (COPPA *et al.*, 2015c), il est difficile de calibrer des méthodes de discrimination entre types de prairies qui soient répétables au cours de l'année et fiables à grande échelle.

A signaler une possible source de confusion et donc une limite à l'utilisation du profil en AG comme indicateur d'une production à base d'herbe : certaines sources d'AG autres que l'herbe, par exemple les graines de lin, peuvent donner des teneurs en 18 :3 n-3, 18 :2 n-6 et CLA dans les produits similaires

à celles obtenues à l'herbe (SHINGFIELD *et al.*, 2013 ; BERTHELOT et GRUFFAT 2018). Malgré cela, HURTAUD *et al.* (2014) ont montré que de petites différences en AG (isomères des 18 :1 notamment, + 0,25 g/100 g AG) étaient suffisantes pour distinguer le lait issu du pâturage du lait issu d'une ration d'ensilage de maïs supplémentée avec des graines de lin.

## – Composés volatils

Les composés volatils du lait et de la viande sont extraits par la technique d'espace de tête puis analysés par le couplage de la chromatographie en phase gazeuse et de la spectrométrie de masse (ENGEL et RATEL, 2018). Parmi les composés volatils de la viande et des produits laitiers, les AG à chaîne ramifiée, les lactones, les aldéhydes, les indoles, la 2,3-octanedione, les terpènes et les composés soufrés sont les plus influencés par la ration (en particulier alimentation à l'herbe vs au concentré (VASTA et PRIOLO, 2006) et vs les fourrages conservés (BENDALL, 2001 ; CROISSANT *et al.*, 2007 ; ABILLEIRA *et al.*, 2011)). Certains de ces composés peuvent être des constituants volatils de la ration qui sont directement incorporés dans les tissus (terpènes) ; d'autres, comme le scatol et l'indole, sont issus du métabolisme animal ; d'autres, enfin, comme certains composés soufrés ou certains produits d'oxydation des lipides, sont générés lors de la cuisson de la viande ou du chauffage du lait en cuve pendant les traitements thermiques ou la fabrication fromagère. COPPA *et al.* (2011) ont identifié 8 composés qui discriminent le lait issu de vaches au pâturage de celui issu de vaches nourries avec du foin. De même, BERGAMASCHI *et al.* (2015) et FAULKNER *et al.* (2018) ont relevé des différences de profil en composés volatils du lait de vaches ayant consommé ou pas de l'ensilage. VASTA *et al.* (2007) ont également identifié 33 composés volatils significatifs (à partir d'un total de 114 présents dans la viande) qui pouvaient contribuer à discriminer la viande d'agneaux au pâturage de celle d'agneaux alimentés au concentré. Dans une comparaison de 4 modalités d'alimentation de bovins (pâturage pendant 1 an vs ration concentrée à base d'orge pendant 1 an vs herbe ensilée pendant 6 mois puis pâturée pendant 6 mois vs herbe ensilée pendant 6 mois puis pâturée pendant 6 mois + un concentré à base d'orge à raison de 50% de la ration), VASTA *et al.* (2011) ont identifié 4 composés (scatol, 3-undecanone, alcool cuminique et 2 méthyl-1-butanol) permettant de discriminer la viande des animaux nourris uniquement avec de l'herbe de celle issue d'animaux recevant du concentré. Le Germacrene D, en particulier, un terpenoïde, était un bon marqueur de l'alimentation à l'herbe. A partir de la mesure de la 2,3-octanedione, du scatol et des terpènes dans le tissu adipeux, SERRANO *et al.* (2011) ont discriminé sans erreur la viande de veaux allaités et complémentés soit avec du foin, soit avec de l'herbe fraîche coupée, soit avec de l'herbe fraîche pâturée. Au-delà de l'alimentation à l'herbe, les terpènes ont également été proposés comme marqueurs du pâturage de prairies permanentes riches en dicotylédones (AGABRIEL *et al.*, 2007 ; ABILLEIRA *et al.*, 2011).

Il faut toutefois signaler que l'enrichissement en composés volatils dans les lipides des ruminants n'est pas uniforme entre les différentes fractions lipidiques, et qu'ainsi la sélection d'une fraction lipidique particulière peut être importante dans la qualité de la discrimination (SERRANO *et al.*, 2007). Par ailleurs, le profil terpénique des aliments peut varier largement sous l'effet de différents facteurs. Pour les prairies notamment, ce profil est très dépendant de la composition botanique (FEDELE *et al.*, 2005 ; DE NONI et BATELLI, 2008 ; VALDIEVIELSO *et al.*, 2017), du stade de l'herbe (TORNAMBE *et al.*, 2006) et des choix alimentaires des animaux, qui dépendent de la conduite du pâturage (pâturage tournant vs continu, pâturage plus ou moins intensif, etc. ; FEDELE *et al.*, 2005 ; COPPA *et al.*, 2011). Le profil terpénique des produits présente alors une spécificité difficilement compatible avec la généricité recherchée dans les modèles d'authentification de l'alimentation des animaux. Ceci constitue une difficulté importante pour établir des relations robustes, généralisables et stables entre la ration consommée par l'animal et le profil en composés volatils dans ses produits. On peut cependant relever que certains terpènes (paracymène,  $\beta$ -caryophyllène et trans-cadina-1(6), 4-diène) ou d'autres composés volatils (toluène et plusieurs composés soufrés) ont été identifiés de manière récurrente comme des marqueurs de l'alimentation au pâturage (VASTA et PRIOLO 2006 ; ENGEL *et al.*, 2007 ; COPPA *et al.*, 2011). Enfin, comme ces analyses sont longues et coûteuses, elles ont été généralement réalisées sur un faible nombre d'échantillons et il reste à préciser la fiabilité de la discrimination sur des effectifs plus importants. Observer un effet significatif du régime sur les teneurs en certains composés n'est en effet pas suffisant dans un objectif d'authentification. Il est indispensable de déterminer la proportion d'échantillons correctement attribués à chaque régime. Le scatol et l'indole, par exemple, ont souvent été proposés pour authentifier la viande d'agneau ou le lait produits à l'herbe (VASTA et PRIOLO, 2006 ; COPPA *et al.*, 2011) mais pas dans les fromages. Si certaines études observent

effectivement que ces composés sont très discriminants (RIVAROLI *et al.*, 2019 ; COPPA *et al.*, 2011), d'autres études sur la viande montrent que ces composés peuvent également être détectés chez des agneaux de bergerie (DEVINCENZI *et al.*, 2019), voire que leur teneur n'est pas différente entre agneaux d'herbe et de bergerie (PRIOLO *et al.*, 2004). De plus, il faut veiller aux biais possibles liés à la production par la flore microbienne de composés volatils pendant l'affinage des fromages. Par ailleurs, des extraits végétaux ou les huiles essentielles riches en certains composés volatils (comme les terpènes notamment) sont fréquemment utilisés dans l'alimentation des ruminants (SERRANO *et al.*, 2007) ou en application cutanée sur la mamelle, ce qui peut limiter l'intérêt de ces composés comme traceurs de l'alimentation. Enfin, ces composés ont deux autres grandes limites : i) les techniques d'extraction présentent encore des limites importantes, en termes de capacité de piégeage des composés volatils et de répétabilité analytique, ii) les marqueurs potentiels ayant été identifiés sur un faible nombre d'échantillons, des questions se posent donc sur leur généralité et leur robustesse dans d'autres contextes et en conditions « réelles » (ENGEL et RATEL, 2018).

## - Composés phénoliques

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires de plantes qui peuvent être transférés au lait ou à la viande, tels quels ou après avoir été partiellement transformés par les bactéries du rumen ou par le métabolisme de l'animal. Ces composés sont spécifiques à chaque espèce végétale (FRAISSE *et al.*, 2007) et les prairies naturelles montrent des profils différents selon leur composition botanique (REYNAUD *et al.*, 2010). BESLE *et al.* (2010) ont montré que le profil en composés phénoliques (UV absorbants) du lait permettait de nettement discriminer les régimes à base de foin, d'ensilage d'herbe, d'ensilage de maïs et d'herbe pâturée. KUHNEN *et al.* (2014) ont obtenu des résultats similaires en comparant du lait issu de fermes commerciales au Brésil. Des composés du groupe des quinoline, carboline et glycinamide ont été proposés comme marqueurs du pâturage et de l'ensilage (quelle que soit la nature de celui-ci) (ROUGE *et al.*, 2013), l'acide hippurique ayant été proposé par CAPRIO *et al.* (2013) comme marqueur du pâturage. Ces composés restent cependant très peu connus dans les produits animaux et ils sont très variables selon la composition botanique de l'herbe, son stade phénologique et les modalités de sa conservation, ainsi que la conduite du pâturage (FRAISSE *et al.*, 2007 ; REYNAUD *et al.*, 2010). Les mêmes limites que celles concernant les composés volatils sont donc à signaler.

## - Caroténoïdes

Les caroténoïdes forment le principal groupe de pigments naturels ; la lutéine est le seul stocké dans le tissu adipeux des ovins, les bovins accumulant également (et surtout) le  $\beta$ -carotène (PRACHE *et al.*, 2003a ; ROHRLE *et al.*, 2011a). Les ruminants ne stockent pas la zéaxanthine, le caroténoïde majoritaire du maïs. La concentration de ces pigments dans les tissus et produits est liée à la quantité de caroténoïdes ingérée par l'animal (CALDERON *et al.*, 2007 ; DIAN *et al.*, 2007a). L'herbe verte est très riche en ces pigments ; leur teneur dans le fourrage diminue avec le séchage et la durée de conservation en liaison avec le degré d'exposition à la lumière, car ces pigments sont photodégradables. Les teneurs observées dans l'ensilage pré-fané sont d'environ 60% (à 28% de MS) à 30% (à 35% de MS) de celles observées initialement dans l'herbe verte ; elles sont d'environ 30 % pour l'enrubannage et 20% pour le foin (NOZIERE *et al.*, 2006). La plupart des aliments concentrés sont très pauvres en lutéine et  $\beta$ -carotène. C'est pourquoi ces pigments ont été proposés pour discriminer une alimentation à l'herbe d'une alimentation à base de concentré ou d'ensilage de maïs (PRACHE et THERIEZ, 1999, pour la viande ovine ; ROHRLE *et al.*, 2011a, pour la viande bovine ; NOZIERE *et al.*, 2006 ; ENGEL *et al.*, 2007 ; STERGIADIS *et al.*, 2012 sur le lait de vache). Dans ces études, les caroténoïdes sont dosés directement par HPLC ou indirectement à partir du spectre de réflectance du tissu adipeux, du lait ou du fromage. PRACHE et THERIEZ (1999) ont montré que les caroténoïdes, mesurés sur le plasma ou *via* le spectre de réflectance du tissu adipeux, permettaient de discriminer la viande d'agneaux d'herbe de celle d'agneaux de bergerie. Ils ont proposé de calculer un index spectrocolorimétrique (IS) à partir du spectre de réflectance dans la zone d'absorption de la lumière par les caroténoïdes, index qui permet de quantifier l'intensité de la « signature » de ces pigments et donc d'estimer leur concentration (PRACHE *et al.*, 2003a). Ce procédé simple, portable, rapide et peu coûteux a été étendu à la viande bovine et aux produits laitiers (NOZIERE *et al.*, 2006 ; SERRANO *et al.*, 2006 ; PRACHE *et al.*, 2007). Ces résultats et ce procédé ont ensuite été confirmés sur des bases de données plus importantes comportant plusieurs races d'ovins (PRACHE *et al.*, 2018), ainsi que dans

d'autres pays (Irlande, Espagne et Italie) et sur différents produits laitiers et carnés. En Irlande, par exemple, la même analyse du spectre de réflectance a permis de discriminer la viande de bovins nourris pendant 12 mois à l'herbe ou avec un concentré à base d'orge (RÖHRLE *et al.*, 2011a).

Il faut préciser que l'enrichissement en caroténoïdes différant entre dépôts adipeux, la fiabilité de la discrimination dépend du site de la mesure (DIAN *et al.*, 2007a). De plus, à même niveau d'ingestion de caroténoïdes, il peut y avoir des différences entre races dans l'intensité de la signature de ces pigments dans le tissu adipeux (MACARI *et al.*, 2017). Malgré ces différences, une étude récente sur plus de 1 000 agneaux de 3 races montre que l'on perd peu de fiabilité de discrimination entre agneaux d'herbe et de bergerie si l'on regroupe les données des 3 races par rapport à un traitement par race (PRACHE *et al.*, 2018). Concernant le lait, la teneur en caroténoïdes du lait de vaches au pâturage est assez variable au cours de la saison (CALDERON *et al.*, 2006 ; STERGIADIS *et al.*, 2015). Elle diminue nettement avec le stade de maturité de l'herbe, pouvant même atteindre des niveaux proches de ceux obtenus avec des vaches nourries au foin, surtout si ce dernier est séché en grange (NOZIERE *et al.*, 2006). Elle dépend aussi de la conduite du pâturage et de la nature botanique des prairies (CALDERON *et al.*, 2006 ; MARINO *et al.*, 2014). Cette importante variabilité génère ainsi un bruit de fond qui limite l'utilisation des seuls caroténoïdes pour l'authentification à grande échelle de l'origine herbagère du lait. Un autre point de vigilance doit être signalé : il est possible d'ajouter des caroténoïdes dans la ration des animaux à l'auge (en utilisant par ex. du concentré de luzerne, MACARI *et al.*, 2017). Ces limites et sources de biais concernent la plupart des composés marqueurs de l'alimentation à l'herbe.

## – Stéréoisomères de la vitamine E

L'analyse des stéréoisomères de la vitamine E dans les produits animaux peut renseigner sur les sources de vitamine E alimentaire – naturelle ou synthétique -. RÖHRLE *et al.* (2011b) ont ainsi montré que le stéréoisomère RRR dominait dans la viande de bovins alimentés à l'herbe (vitamine E naturelle), alors que les 8 stéréoisomères étaient présents dans la viande d'animaux alimentés avec des concentrés et recevant un complément de vitamine E synthétique. De même, le lait produit à l'herbe contient plus de stéréoisomère RRR que le lait produit avec des fourrages conservés (BUTLER *et al.*, 2011).

## – Composition isotopique

Les rapports d'isotopes stables des principaux atomes constitutifs des molécules des tissus et des produits animaux dépendent de la composition isotopique de la ration ingérée (aliments et eau). La proportion d'isotopes stables dans un aliment donné (exprimée sous la forme d'un rapport entre l'abondance de deux isotopes mesurés par spectrométrie de masse à rapport isotopique (SMRI)) est modulée par les conditions de production (nature et proportion des aliments constitutifs de la ration, apport de fertilisants et leur nature) et environnementales (notamment latitude, altitude et proximité de la mer). Ces informations peuvent ainsi être utiles pour authentifier l'alimentation des animaux. Par convention, la valeur du rapport d'isotopes stables d'un élément pour un échantillon donné est rapportée à la valeur standard mesurée sur un produit de référence et exprimée sous la forme d'un indice  $\delta$ .

Les plantes en C4 (dont en particulier le maïs) et en C3 (plantes prairiales de pays tempérés, céréales, soja, betteraves...) ont des voies métaboliques différentes lors de la photosynthèse, ce qui induit des différences dans leurs rapports d'isotopes stables du carbone. La plage de variation de  $\delta^{13}\text{C}$  est ainsi de -14‰ à -10‰ pour les plantes en C4 vs de -35‰ à -21‰ pour les plantes en C3 (SCHMIDT *et al.*, 2005). La mesure de  $\delta^{13}\text{C}$  permet ainsi de clairement distinguer la viande d'animaux alimentés avec du maïs de celle d'animaux au pâturage (PIASANTIER *et al.*, 2003 pour les ovins ; GEBBING *et al.*, 2004 pour les bovins) ou alimentés avec de l'ensilage d'herbe (BAHAR *et al.*, 2005). Cette mesure permet également de distinguer le lait de vaches nourries avec du maïs ou de l'herbe (KORNEXL *et al.*, 1997 ; CAPUANO *et al.*, 2013 ; AUERSWALD *et al.*, 2015). Un point de vigilance doit cependant être signalé : certaines graminées prairiales tropicales étant des plantes en C4, un engraissement sur ce type de prairies peut être confondu avec un engraissement avec une ration à base de maïs (GEBBING *et al.*, 2004 ; SCHMIDT *et al.*, 2005).

La mesure de  $\delta^{18}\text{O}$  a également été proposée pour tracer l'alimentation au pâturage dans le lait de vache (RENOU *et al.*, 2004) et le fromage de brebis (VALENTI *et al.*, 2017). D'après ENGEL *et al.* (2007),

qui ont observé une forte augmentation du  $\delta^{18}\text{O}$  de l'eau du lait lors de la mise à l'herbe des vaches, ceci est lié à l'origine de l'eau ingérée car, comparativement à l'eau du sol, les plantes concentrent le  $^{18}\text{O}$  en raison de l'évapotranspiration (KORNEXL *et al.*, 1997).

Quant à la valeur de  $\delta^{15}\text{N}$  dans les composés azotés des plantes, elle est beaucoup plus faible dans les légumineuses que dans les graminées (DEVINCENZI *et al.*, 2014) du fait de la fixation de l'azote atmosphérique. Ainsi, DEVINCENZI *et al.* (2014) ont parfaitement discriminé la viande d'agneaux d'herbe qui avaient consommé 62% de luzerne vs uniquement des graminées. Sur la viande bovine, la combinaison du profil en AG et de  $\delta^{15}\text{N}$  a permis de bien classer 95,7% et 86,5% des échantillons issus d'animaux qui avaient pâture des prairies de graminées vs de graminées + trèfle blanc (MOLONEY *et al.*, 2018). La valeur de  $\delta^{15}\text{N}$  du lait a également été utilisée pour discriminer une alimentation à l'herbe vs une alimentation à base de maïs et de céréales (KORNEXL *et al.*, 1997).

Comme les systèmes d'élevage biologiques utilisent peu les plantes en C4 pour l'alimentation des animaux et qu'ils recherchent des légumineuses dans leurs prairies, certains travaux ont utilisé les isotopes du C et du N pour discriminer la viande bovine issue de systèmes d'élevage biologiques. Des études menées en Allemagne et en Irlande ont montré que les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  étaient plus faibles et moins variables dans la viande biologique (BONER et FORSTEL, 2004 ; SCHMIDT *et al.*, 2005 ; BAHAR *et al.*, 2008). Pour les isotopes du N, les résultats sont variables, avec des valeurs de  $\delta^{15}\text{N}$  parfois plus faibles (SCHMIDT *et al.*, 2005 ; BAHAR *et al.*, 2008) mais parfois similaires (BONER et FORSTEL, 2004) dans la viande biologique.

Plusieurs points de vigilance sont à signaler pour les isotopes du N : i) l'efficacité de la fixation de l'azote de l'air par les légumineuses peut varier largement avec l'âge de la plante, ii) les prairies « conventionnelles » peuvent, elles aussi, être riches en légumineuses, iii) l'apport d'azote organique augmente les valeurs de  $^{15}\text{N}$  dans les plantes relativement à un apport d'azote minéral (BONER et FORSTEL, 2004). Si les systèmes biologiques recherchent des légumineuses dans les prairies, ils apportent aussi de la fumure organique et ces 2 volets ont des effets antagonistes sur la valeur de  $\delta^{15}\text{N}$  dans les prairies et en conséquence dans les produits des animaux qui les pâturent. Par ailleurs, pour un régime donné, on constate une certaine variabilité de la réponse animale (DEVINCENZI *et al.*, 2014 ; MACARI *et al.*, 2017), à cause de la variabilité interindividuelle de l'efficacité d'utilisation de l'azote par l'animal (CANTALAPIEDRA-HIJAR *et al.*, 2016). Plus l'animal est efficace, moins l'écart en  $\delta^{15}\text{N}$  entre ses tissus et son régime (3,5‰ en moyenne) est élevé, en lien avec la « préférence » des enzymes du catabolisme pour le  $^{14}\text{N}$ . Cette variabilité interindividuelle conduit à un certain « bruit de fond » indépendant du régime, qui nuit à la puissance de discrimination. Enfin, comme les rations distribuées à l'auge peuvent également contenir des légumineuses (soja, luzerne, etc.), il convient de combiner plusieurs tissus et méthodes (BAHAR *et al.*, 2005 ; PRACHE *et al.*, 2009). Par exemple, c'est la combinaison de la valeur de  $\delta^{15}\text{N}$  dans le muscle, de la teneur d'un sesquiterpène dans le gras périrénal et de la teneur plasmatique en caroténoïdes qui a permis de discriminer complètement la viande d'agneaux au pâturage de celle d'agneaux nourris avec de la luzerne déshydratée et de la paille en bâtiments (PRACHE *et al.*, 2009).

## – Biomarqueurs protéiques

Récemment, trois pratiques de finition de vaches de réforme (pâturage vs enrubannage vs foin pendant 3 mois) ont été discriminées par des biomarqueurs de nature protéique (GAGAOUA *et al.*, 2017) : proportions des isoformes de chaînes lourdes de myosines (à la fois oxydatives (MyHC-IIA) et glycolytiques (MyHC-IIIX)), protéine de stress  $\alpha\beta$ -crystalline et protéine anti-oxydante superoxyde dismutase, dont les abondances sont plus élevées pour la finition au pâturage en lien avec un exercice musculaire plus important.

## 1.2. Méthodes globales

Les méthodes précédentes présentent l'inconvénient d'être sensibles à des biais (sources alimentaires permettant de « mimer » l'herbe). Les méthodes globales y sont moins sensibles, car elles constituent une signature globale du produit intégrant une large part de sa composition. En revanche, l'origine des différences de signature est plus difficile à expliquer. Les deux approches sont en fait souvent complémentaires.

## – Méthodes basées sur les propriétés optiques des produits

Les différences dans la composition chimique des produits liées à des différences dans l'alimentation de l'animal provoquent des modifications de leurs propriétés optiques qui peuvent être utilisées en retour pour authentifier l'alimentation. La spectrométrie dans le visible (VIS), le proche (SPIR) et le moyen infra-rouge (MIR) se sont ainsi révélées prometteuses pour authentifier l'origine herbagère des produits. Le spectre du produit est analysé par des méthodes chimiométriques pour discriminer des régimes alimentaires et identifier les zones spectrales d'intérêt pour la discrimination. Ces méthodes sont rapides ; elles ne nécessitent pas de produits chimiques et ne produisent pas de déchets.

La spectrométrie VIS a été utilisée avec succès sur la viande ovine (PRACHE et THERIEZ, 1999 ; DIAN *et al.*, 2007b), le lait (NOZIERE *et al.*, 2006) et le fromage (ANDUEZA *et al.*, 2013). Sur le fromage et la viande ovine, son intérêt a été confirmé sur des bases de données importantes (ANDUEZA *et al.*, 2013 ; PRACHE *et al.*, 2018). Les résultats montrent la contribution majeure de la zone d'absorption de la lumière par les caroténoïdes dans la discrimination entre agneaux d'herbe et agneaux de bergerie et pointent la possible implication d'autres composés (DIAN *et al.*, 2007b ; PRACHE *et al.*, 2018). La SPIR permet d'améliorer la qualité de la discrimination en élargissant la gamme explorée du spectre de réflectance (400-2 500 nm). Ainsi, en utilisant la SPIR sur le gras périrénal, DIAN *et al.* (2008) ont bien classé 97,5% des agneaux d'herbe et 97,8% des agneaux de bergerie (vs 90,8% et 98,6% pour la VIS). La seule étude sur le tissu musculaire est celle de COZZOLINO *et al.* (2002) qui ont bien classé 82% et 79% d'échantillons de viande de bovins finis au pâturage vs avec de l'ensilage de maïs en utilisant la SPIR. Sur le lait, COPPA *et al.* (2012a) ont bien classé 96,4 %, 92,2% et 93,3% des échantillons lorsqu'ils ont comparé des laits produits i) au pâturage vs à l'ensilage de maïs, ii) au pâturage vs avec du foin, iii) au pâturage vs avec de l'ensilage d'herbe. En revanche, la SPIR a été nettement moins performante pour discriminer des laits issus de régimes à base de fourrages conservés (ensilage de maïs vs herbe conservée). Sur le fromage, la SPIR a permis de correctement classer 96% des échantillons issus du pâturage vs de fourrages conservés (foin ou ensilage d'herbe).

Sur le lait, un intérêt particulier est porté à la MIR, car cette technologie est largement utilisée pour sa rapidité (1 échantillon toutes les 7 secondes). VALENTI *et al.* (2013) ont utilisé la MIR avec succès pour discriminer le lait de vaches au pâturage du lait de vaches nourries avec du foin et de l'ensilage d'herbe (proportion d'échantillons bien classés > 95%), mais ils n'ont pas pu distinguer du lait issu de régimes à base de foin ou d'ensilage de maïs.

Ces méthodes spectrales, bien que nécessitant des approches mathématiques sophistiquées, sont assez simples à mettre en œuvre sur le terrain et ont certainement un potentiel d'application très important. A signaler que des appareils SPIR portables commencent à être utilisés (PRIETO *et al.*, 2015).

## – Génomique fonctionnelle

La génomique fonctionnelle est l'une des approches les plus récentes. Son principe est que la régulation de l'expression des gènes étant sous le contrôle de différents facteurs, dont les nutriments, le profil d'expression des gènes pourrait donc donner des informations pertinentes sur les conditions d'alimentation de l'animal. Des techniques d'analyse de génomique fonctionnelle permettent de comparer les profils d'expression des gènes (transcriptomique) (HOCQUETTE *et al.*, 2009) ou de protéines (protéomique) (SHIBATA *et al.*, 2009) dans des échantillons tissulaires d'animaux. Chez des bœufs de 30 mois conduits à l'auge (ensilage de maïs) ou au pâturage, CASSAR-MALEK *et al.* (2009) ont détecté une sous-expression du gène de la sélénoprotéine W associée à la conduite au pâturage, des analyses complémentaires suggérant qu'elle serait davantage liée à la teneur ou à la biodisponibilité du sélénium (inférieure dans l'herbe par rapport à l'ensilage de maïs) plutôt qu'à l'exercice musculaire des animaux au pâturage. L'expression de ce gène pourrait ainsi constituer un marqueur de la conduite au pâturage. Dans une étude comparant des bovins nourris au pâturage vs en bâtiment avec du concentré, SWEENEY *et al.* (2016) ont identifié 26 gènes exprimés différemment ; certains étaient associés au métabolisme des AG, certains étaient positivement corrélés à la concentration en AG n-3 et une bonne discrimination des deux systèmes de production était obtenue (95% des animaux au pâturage et 100% des animaux en bâtiment bien reconnus) à partir du niveau d'expression de 3 gènes (*ALAD*, *EIF4EBP1* et *NPNT*).



## 2. Discrimination de régimes moins contrastés : lois de réponse et changements de modalités d'alimentation

La première étape pour évaluer le potentiel d'une méthode à discriminer entre différents régimes alimentaires consiste à comparer des conditions contrastées et stables. Cependant, la réalité est souvent plus complexe. Les rations des animaux peuvent ainsi varier au cours de la vie productive de l'animal en fonction de changements de disponibilité ou du coût des aliments. De plus, la concentration d'un aliment donné en traceurs d'intérêt ou sa signature isotopique peuvent varier avec la saison. En Irlande, par exemple, où la production de viande de ruminants est généralement à base d'herbe, il existe des variations saisonnières des rapports d'isotopes stables dans la viande, en lien avec l'inclusion dans le régime d'autres composants tels que l'ensilage de maïs, en particulier en hiver si les animaux sont entrés à l'étable (BAHAR *et al.*, 2008 ; SCHMIDT *et al.*, 2005 ; MONAHAN *et al.*, 2018). Par ailleurs, si l'on sait distinguer la viande d'un animal qui a été alimenté à l'herbe pendant plusieurs mois avant abattage, d'une viande d'un animal nourri avec un régime à base de concentré, on ne sait pas encore à partir de quand la signature de l'herbe est stabilisée dans la viande. Ceci renvoie à la question de la latence d'apparition des marqueurs de l'herbe dans la viande. Dans le lait, les effets de changements de régime sont souvent rapides (dès 24 à 48 h après un changement de régime, les terpènes et les AG du lait sont modifiés (VIALON *et al.*, 2000 ; FARRUGGIA *et al.*, 2014 ; RENNA *et al.*, 2012)) ; mais, dans la pratique, les éleveurs ménagent des transitions alimentaires d'une certaine durée (COPPA *et al.*, 2012b).

Les plantes constitutives du régime peuvent aussi présenter une variabilité dans la concentration en traceurs d'intérêt, dans leur signature isotopique, etc. Il peut également y avoir de la variabilité dans le taux d'incorporation de certains aliments dans la ration. Il peut enfin y avoir une variabilité importante dans le niveau d'ingestion des animaux et dans leurs choix alimentaires, notamment au pâturage. Ces variations peuvent être liées à la saison (PRACHE *et al.*, 2003b ; OSORIO *et al.*, 2011 ; FARRUGGIA *et al.*, 2014), au stade phénologique des plantes (TORNAMBE *et al.*, 2006 ; COPPA *et al.*, 2015b), à leur âge et leur développement racinaire (DEVINCENZI *et al.*, 2014), à la conduite du pâturage (TORNAMBE *et al.*, 2006 ; FARRUGGIA *et al.*, 2014 ; COPPA *et al.*, 2015c), etc. Ceci nécessite donc de connaître, quand c'est possible, la loi de réponse à la dose d'apport d'un traceur donné et les phénomènes de latence d'apparition et de persistance des traceurs potentiels dans les produits lors d'un changement d'alimentation.

### 2.1. Lois de réponse

La proportion de plantes en C4 dans la ration des vaches peut être prédite en moyenne à partir de la valeur de  $\delta^{13}\text{C}$  dans le lait (AUERSWALD *et al.*, 2015) ; cependant, il faut signaler une forte variabilité interindividuelle, responsable d'une partie importante de l'erreur d'estimation. Pour la viande bovine, BAHAR *et al.* (2005) ont estimé, à partir de bovins alimentés pendant 167 jours avec de l'ensilage d'herbe, de l'ensilage de maïs ou un mélange des deux (50:50), que chaque augmentation de 10% de maïs dans la ration devrait se traduire par une augmentation de 0,9 à 1,0‰ de  $\delta^{13}\text{C}$  dans la viande. Ces auteurs considèrent donc que la loi de réponse est linéaire, mais ils n'ont pas analysé la fiabilité de la discrimination selon la proportion de maïs dans la ration. Même si la mesure des isotopes du C est généralement utilisée pour discriminer des régimes contrastés en termes de plantes en C3/C4, elle a aussi été utilisée pour discriminer la viande d'animaux alimentés avec des rations beaucoup moins contrastées (pâturage 50% + orge 50% vs herbe pâturée ou ensilée, deux rations composées de plantes en C3 qui présentaient une différence dans les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  de seulement 2 à 3‰) (OSORIO *et al.*, 2011). De même, RICHTER *et al.* (2012) ont discriminé la viande d'agneaux ayant pâturé des prairies de plaine vs de montagne, alors que ces prairies présentaient une différence dans les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  de seulement 2,5‰.

La valeur de  $\delta^{15}\text{N}$  dans la viande d'agneau diminue linéairement avec la proportion de légumineuses dans la ration (DEVINCENZI *et al.*, 2014). Cependant, l'équation obtenue dans cette étude ne doit pas être considérée comme générique car la signature isotopique des plantes peut varier avec les conditions environnementales. Par ailleurs, même si la réponse est en moyenne linéaire, la variabilité interindividuelle de la réponse animale conduit à un certain « bruit » qui nuit à la puissance de discrimination. MACARI *et al.* (2017) ont ainsi montré que l'on pouvait discriminer avec une bonne fiabilité (92,9%) la viande d'agneaux ayant consommé 50% vs 0% de légumineuses (différence de  $\delta^{15}\text{N}$  de 3,7‰ entre les 2 rations). Il semble illusoire d'obtenir une authentification plus précise de la

proportion de légumineuses dans la ration, sauf si la différence de signature isotopique entre les fourrages est plus élevée.

La concentration en caroténoïdes du plasma augmente linéairement avec le niveau d'ingestion de ces pigments chez les ovins et les bovins (avec cependant des différences entre espèces animales). Chez les bovins, la concentration dans le lait augmente linéairement avec la concentration plasmatique jusqu'à une concentration plasmatique de 5 µg/ml, puis se stabilise au-delà (CALDERON *et al.*, 2007)). De même, la réponse de l'intensité de la signature de ces pigments dans le tissu adipeux à la dose d'apport chez les agneaux est curvilinéaire (linéaire pour des apports faibles à modérés (DIAN *et al.*, 2007a)), puis stable à partir d'un certain niveau encore à préciser. En effet, chez des agneaux d'herbe qui étaient soit non complémentés, soit complémentés avec de l'orge (à hauteur de 38% de la ration), la signature des caroténoïdes dans le tissu adipeux était de même intensité (DEVINCENZI *et al.*, 2019)). Il semble donc illusoire d'utiliser cette méthode pour authentifier précisément la proportion d'herbe dans la ration des agneaux.

COPPA *et al.* (2015a) ont proposé des équations de prédiction de la composition de la ration des troupeaux à partir du profil en AG du lait du tank. Ces équations permettent de prédire correctement la proportion d'herbe pâturée, de foin, de fourrages totaux et d'herbe totale dans la ration, mais la précision de la prédiction est parfois insuffisante (par ex., ± 15% pour la proportion d'herbe pâturée). Ces erreurs sont surtout liées à l'imprécision de l'information relative à la composition de la ration (déclaration des éleveurs) et aux facteurs confondants précédemment cités, notamment au pâturage.

## 2.2 Changements de modalités d'alimentation : persistance et latence des traceurs d'intérêt

### – Traceurs moléculaires et isotopes stables

Si les temps de réponse de la composition du lait aux changements du régime sont assez rapides, il y a un certain temps de latence pour que la composition isotopique de la viande reflète celle du régime, ce qui peut être problématique lorsque les changements d'alimentation sont réalisés peu avant abattage. Ce temps de latence est apprécié à partir de la demi-vie des isotopes d'intérêt. La demi-vie d'un composé dans un tissu est la médiane de la durée de vie de ce composé dans ce tissu, c'est-à-dire la durée en-deçà de laquelle il reste plus de 50% du composé initialement présent et au-delà de laquelle il en reste moins de 50%.

Avec des bovins passant d'un régime à base d'orge (C3) à un régime à base de maïs grain (C4) pendant des périodes allant de 2 à 22 semaines avant abattage, les demi-vies du C et du N dans le muscle *longissimus thoracis et lumborum* ont été calculées à 151 et 157 jours (BAHAR *et al.*, 2009). Le temps de latence pour que la signature isotopique de la viande reflète celle d'un changement d'alimentation est donc long.

La demi-vie varie avec le taux de renouvellement du tissu animal ; elle peut donc varier avec le tissu chez un animal donné (BAHAR *et al.*, 2009). Elle varie aussi avec l'espèce animale. Chez l'agneau, la demi-vie du C est plus courte que chez le bovin (HARRISON *et al.*, 2011). Le taux de renouvellement des tissus dépend aussi fortement du niveau d'énergie ingérée par l'animal : la demi-vie du C dans le muscle *longissimus thoracis et lumborum* a ainsi été estimée à 76 j chez des agneaux recevant un niveau haut en énergie (GMQ de 150 g/j) et à 92 jours chez ceux qui recevaient un niveau bas en énergie (GMQ de 50 g/j) (HARRISON *et al.*, 2011). Ainsi, l'évolution de  $\delta^{13}\text{C}$  dans le muscle après un changement d'alimentation ne dépendra pas seulement des changements de  $\delta^{13}\text{C}$  du régime, mais également du niveau alimentaire de l'animal. Enfin, alors que beaucoup d'études ont clairement montré l'effet d'un changement d'alimentation : ration en C3 (par ex. herbe) remplacée par une ration en C4 (par ex. maïs) ou inversement, sur la signature isotopique des tissus musculaires, il y a plus de difficultés à détecter ce changement lorsque les aliments sont isotopiquement plus proches (par ex. aliments en C3 tels que l'orge vs l'herbe ; MORENO-ROJAS *et al.*, 2008). Il y a donc certaines difficultés dans l'utilisation de la signature isotopique des tissus pour obtenir des informations sur l'histoire nutritionnelle de l'animal car, cette signature étant « intégrée » pendant une certaine période avant abattage, des changements de courte durée peuvent ne pas être détectés (BAHAR *et al.*, 2009). De plus, si des animaux au pâturage reçoivent un complément de céréales pendant une certaine période avant abattage, ceci peut être indétectable soit parce que le taux de renouvellement du tissu est

insuffisant pour induire une réponse dans la viande, soit parce que la signature isotopique de la céréale est trop proche de celle de la prairie (BAHAR *et al.*, 2009 ; HARRISON *et al.*, 2011).

Les mêmes difficultés relatives aux changements de modalités d'alimentation en lien avec le renouvellement des tissus sont à signaler pour d'autres composés (AG, vitamine E, composés volatils). Pour les AG dans la viande bovine, NOCI *et al.* (2005) ont montré que lorsque les animaux passent d'un régime ensilage d'herbe + concentré à l'auge, au pâturage pendant des périodes de 40, 99 ou 158 jours avant abattage, il y a une augmentation graduelle linéaire dans la concentration en acide linoléique conjugué et une diminution graduelle du rapport AG (n-6) / AG (n-3). ALFAIA *et al.* (2009) ont discriminé sans erreur 4 modalités d'alimentation de bovins (pâturage vs ration à base d'orge à l'étable vs pâturage puis finition à l'étable pendant 2 ou 4 mois avec une ration à base d'orge), les AG du muscle ayant le pouvoir discriminant le plus élevé étant les AG 17:1c9, 24:1c15, 14:0, 18:1c13, 18:3 n-3, oleic acid, 18:1t9, 20:1c11 et l'isomère t11, t13 du CLA. Pour les composés volatils, PRIOLO *et al.* (2004) ont identifié 4 terpènes permettant de reconnaître des agneaux finis à l'herbe de ceux alimentés exclusivement en bergerie ou finis en bergerie après une période de pâturage. Ils ont également identifié la 2,3-octanedione comme marqueur potentiel de la durée d'alimentation en bergerie.

Chez des agneaux passant du pâturage à un régime concentré en bergerie, l'intensité de la signature des caroténoïdes dans le tissu adipeux diminue avec le gain de poids vif déposé en bergerie selon un modèle d'exponentielle décroissante (HUANG *et al.*, 2015a). Cette diminution est liée au dépôt de tissu adipeux « blanc » indemne de caroténoïdes lors de la finition, qui dilue le tissu adipeux plus jaune déposé au pâturage. L'intensité de la signature des caroténoïdes chez les agneaux préalablement à l'herbe atteint une valeur similaire à celle des agneaux de bergerie après 15,8 kg de poids vif déposé en bergerie. Compte tenu de la vitesse de croissance lors de la finition, ceci correspond à une persistance de 60 j (demi-vie de 18 j). Cependant, il faut signaler une grande variabilité interindividuelle à la fois dans la capacité à stocker ces pigments (DIAN *et al.*, 2007b ; MACARI *et al.*, 2017) et dans la vitesse de croissance lors de la finition en bergerie (HUANG *et al.*, 2015a), ce qui induit du « bruit » lors du processus de discrimination du mode d'alimentation. Quand les agneaux passent d'une ration pauvre à une ration riche en caroténoïdes, leur concentration plasmatique en ces pigments augmente rapidement et atteint un plateau après 6 j en moyenne (OLIVEIRA *et al.*, 2012a). Quant à l'intensité de la signature des caroténoïdes dans leur tissu adipeux périrénal, elle augmente curvilinéairement et atteint un plateau après 45 j (OLIVEIRA *et al.*, 2012b). Le nombre d'animaux dans cette étude était cependant insuffisant pour analyser la fiabilité de discrimination selon la durée d'alimentation sur le régime riche en caroténoïdes.

## - Méthodes globales

Les premiers résultats obtenus avec la spectrométrie VIS et SPIR en situations d'alimentations plus complexes sont prometteurs. Ainsi, sur la viande ovine, HUANG *et al.* (2015b) ont discriminé 3 modalités de production (herbe, bergerie, finition en bergerie pendant 28 j après une phase de pâturage) avec une fiabilité de 95,9% et de 99,0% respectivement pour les mesures VIS et SPIR sur le tissu adipeux périrénal. Cette étude confirme par ailleurs les zones d'absorption de la lumière impliquées dans la discrimination entre régimes alimentaires. La robustesse de ces méthodes spectrales lorsque les modalités d'alimentation se complexifient est donc à souligner. Elles n'ont cependant pas encore été testées sur les bovins, lesquels peuvent subir plus d'alternances de régimes.

COPPA *et al.* (2012a) ont montré qu'avec la SPIR, l'erreur dans la discrimination du lait issu de vaches au pâturage vs de vaches qui ne pâturent pas diminue lorsque l'on exclut du groupe pâturage les laits issus de vaches ayant consommé moins de 70% d'herbe. En deçà de ce seuil, la prédiction des régimes mixtes, très fréquents dans la pratique, est délicate.

OSORIO *et al.* (2012) ont utilisé la résonance magnétique nucléaire pour étudier les changements dans la composition métabolomique de muscle et d'urine de bovins et le potentiel de cette approche pour discriminer différents systèmes de production. Les analyses discriminantes réalisées sur l'urine ont montré une bonne discrimination entre animaux au pâturage et ceux alimentés avec un concentré à base d'orge et les auteurs ont identifié la créatinine, le glucose, le pyruvate, la phenylalanine et l'hippurate comme variables discriminantes. La discrimination sur le muscle était également possible, mais moins fiable qu'avec l'urine, les métabolites importants dans la discrimination des animaux nourris avec le concentré à base d'orge étant la carnosine (teneur plus élevée) et la méthylhistidine, le malonate, la glutamine (teneurs plus faibles) dans le muscle.

## Conclusions

La littérature montre qu'il est possible de discriminer certains types d'alimentation contrastés en utilisant des méthodes analytiques quantifiant des composés spécifiques ou des méthodes plus globales, fondées notamment sur les propriétés optiques des produits. La discrimination peut cependant être sujette à certaines limites quand les méthodes sont utilisées isolément, et il y a souvent des synergies entre les différentes méthodes et les différents tissus. Les résultats obtenus en situations de régimes moins contrastés et d'alternances de régimes, plus difficiles à caractériser, renforcent l'idée de combiner différents composés traceurs (et différents tissus dans le cas des produits carnés), du fait des différences de profils de latence et/ou de persistance observés. Les méthodes spectrales, qui s'appuient sur les propriétés optiques du produit, donc sur sa composition globale, semblent prometteuses, même en situation d'alternance de régimes alimentaires. Elles ne renseignent cependant pas précisément sur les raisons sous-jacentes aux différences, d'où l'intérêt de poursuivre en parallèle les travaux sur les approches analytiques par composé et les approches globales de type analyses spectrales. L'authentification des conditions d'alimentation de l'animal à partir de ses produits se heurte cependant à des difficultés inhérentes à l'activité d'élevage, notamment les variations du régime alimentaire au cours de la vie productive de l'animal. Les travaux réalisés jusqu'à présent ont pour beaucoup été de type « preuve de concept » et il est nécessaire de développer des bases de données plus importantes pour gagner en généralité et robustesse.

## Références bibliographiques

- ABILLEIRA E., VIRTO M., NAJERA A. I., ALBISU M., , PEREZ-ELORTONDO F.J., RUIZ DE GORDOA J.C., MERTXE DE RENOBALLES M., BARRONET L. J. R. (2011) : "Effects of seasonal changes in feeding management under part-time grazing on terpene concentrations of ewes' milk." *Journal of Dairy Research*, 78, 129–135.
- AGABRIEL C., CORNU A., JOURNAL C., SIBRA C, GROLIER P., MARTIN B. (2007) : "Tanker milk variability according to farm feeding practices: vitamins A and E, carotenoids, color, and terpenoids". *Journal of Dairy Science*, 90, 4884-4896.
- ALFAIA C.P.M., ALVES S.P., MARTINS S.I.V., COSTA A.S.H., FONTES C.M.G.A., LEMOS J.P.C., PRATES J.A.M. (2009) : "Effect of feeding system on intramuscular fatty acids and conjugated linoleic acid isomers of beef cattle, with emphasis on their nutritional value and discriminatory ability". *Food Chemistry*, 114(3), 939-946.
- ANDUEZA D., AGABRIEL C., CONSTANT I., LUCAS A., MARTIN B. (2013) : "Using visible or near infrared spectroscopy (NIRS) on cheese to authenticate cow feeding regimes" *Food Chemistry*, 14, 209–214.
- AUERSWALD K., SCHAÜFELE R., BELLOF G. (2015): "Routing of Fatty Acids from Fresh Grass to Milk Restricts the Validation of Feeding Information Obtained by Measuring <sup>13</sup>C in Milk". *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 63, 10500–10507.
- AUROSSEAU B., BAUCHART D., CALICHON E., MICOL D., PRIOLO A. (2004) : "Effect of grass or concentrate feeding systems and rate of growth on triglyceride and phospholipid and their fatty acids in the m.longissimus thoracis of lambs". *Meat Science*, 65, 531-541.
- BAHAR B., MONAHAN F.J., MOLONEY A.P., O'KIELY P., SCRIMGEOUR C.M., SCHMIDT O. (2005) : "Alteration of the carbon and nitrogen stable isotope composition of beef by substitution of grass silage with maize silage". *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 19(4), 1937-1942.
- BAHAR B., SCHMIDT O., MOLONEY A.P., SCRIMGEOUR C.M., BEGLEY I.S., MONAHAN F.J. (2008) : "Seasonal variation in the C, N, and S stable isotope composition of retail organic and conventional Irish beef". *Food Chemistry*, 106, 1299-1305.
- BAHAR B., MOLONEY A.P., MONAHAN F.J., HARRISON S.M., ZAZZO A., SCRIMGEOUR C.M., SCHMIDT O. (2009) : "Turnover of carbon, nitrogen, and sulfur in bovine longissimus dorsi and posas major muscles : implications for isotopic authentication of meat". *Journal of Animal Science*, 87(3), 905-913.
- BENDALL, J. G. (2001) : "Aroma compounds of fresh milk from New Zealand cows fed different diets". *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49, 4825-4832.
- BERGAMASCHI M., APREA E., BETTA E. , BIASIOLI F., CIPOLAT-GOTET C., CECCHINATO A., BITTANTE G., GASPERI F. (2015) : "Effects of dairy system, herd within dairy system, and individual cow characteristics on the volatile organic compound profile of ripened model cheeses". *Journal of Dairy Science*, 98, 2183–2196
- BERTHELOT V., GRUFFAT D. (2018) : "Fatty acid composition of muscles". *INRA Feeding System for ruminants, Wageningen Academic Publishers, Wageningen, the Netherlands*, 640 pp.

- BESLE J. M., VIALA D., MARTIN B., PRADEL P., MEUNIER B., BERDAGUE J. L., FRAISSE D., LAMAISON J. L., COULON J. B. (2010). « Ultraviolet-absorbing compounds in milk are related to forage polyphenols ». *Journal of Dairy Science*, 93, 2846–2856.
- BONER M., FORSTEL H. (2004) : “Stable isotope variation as a tool to trace the authenticity of beef”. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 378(2), 301-310.
- BUTLER G., NIELSEN J.H., LARSEN M.K., REHBERGER B., STERGIADIS S., CANEVER A., LEIFERT C. (2011) : “The effects of dairy management and processing on quality characteristics of milk and dairy products”. *NJAS - Wageningen Journal of Life Sciences*, 58, 97–102
- CALDERON F., TORNAMBÉ G., MARTIN B., PRADEL P., CHAUVEAU-DURIOT B., NOZIÈRE P. (2006) : “Effects of mountain grassland maturity stage and grazing management on carotenoids in sward and cow’s milk”. *Animal Research*, 55, 1-12.
- CALDERON F., CHAUVEAU-DURIOT B., PRADEL P., MARTIN B., GRAULET B., DOREAU M., NOZIÈRE P. (2007) : “Variations in carotenoids, vitamins A and E, and color in cow’s plasma and milk following a shift from hay to diets containing increasing levels of carotenoids and vitamin E”. *Journal of Dairy Science*, 90(12), 5651-5664.
- CANTALAPIEDRA-HIJAR G., ORTIGUES-MARTY I., SCHIPHORST A.M., ROBINS R.J., TEA I., PRACHE S. (2016) : “Natural <sup>15</sup>N abundance in key amino acids from lamb muscle: exploring a new horizon in diet authentication and assessment of feed efficiency in ruminants”. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 64, 4058-4067.
- CAPRIO A., BONILLA-VALVERDE D., ARCE C., RODRÍGUEZ-ESTÉVEZ V., SÁNCHEZ-RODRÍGUEZ M., ARCE L., VALCÁRCEL M. (2013) : “Evaluation of hippuric acid content in goat milk as a marker of feeding regimen”. *Journal of Dairy Science*, 96, 5426–5434.
- CAPUANO E., BOERRIGTER-EENLING R., VAN DER VEER G., VAN RUTH S.M. (2013) : “Analytical authentication of organic products: an overview of markers”. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93, 12–28.
- CASSAR-MALEK I., JURIE C., BERNARD C., BARNOLA I., MICOL D., HOCQUETTE J.F. (2009) : “Pasture-feeding of Charolais steers influences skeletal muscle metabolism and gene expression”. *Journal of Physiology and Pharmacology*, 60(suppl. 2), 83-90.
- COLLOMB M., BÜTIKOFER U., SIEBER R., JEANGROS B., BOSSET J.O. (2002) : “Correlations between fatty acids in cows’ milk fat produced in the lowland, mountain and highlands of Switzerland and botanical composition of the fodder”. *International Dairy Journal*, 12, 661–666.
- COPPA M., VERDIER-METZ I., FERLAY A., PRADEL P., DIDIENNE R., FARRUGGIA, A., MONTEL M.C., MARTIN B. (2011) : “Effect of different grazing systems on upland pastures compared with hay diet on cheese sensory properties evaluated at different ripening times”. *International Dairy Journal*, 21, 815-822.
- COPPA M., MARTIN B., AGABRIEL C., CHASSAING C., SIBRA C., CONSTANT I, GRAULET B., ANDUEZA D. (2012a) : “Authentication of cow feeding and geographic origin on milk using visible and near-infrared spectroscopy”. *Journal of Dairy Science*, 95, 5544-5551.
- COPPA M., GORLIER A., LONATI, M., MARTIN B., RUSSO E.M., LOMBARDI G. (2012b) : “The management of the transition from hay- to pasture-based diets affects milk fatty acid kinetics”. *Dairy Science and Technology* 92, 279–295.
- COPPA M., CHASSAING C., FERLAY A., AGABRIEL C., LAURENT C., BORREANI G., BARCAROLO R., BAARS T., KUSCHE D., HARSTAD O.M., VERBIČ J., GOLECKÝ J., DELAUAUD, C., CHILLIARD Y., MARTIN B. (2015a) : “Potential of milk fatty acid composition to predict diet composition and authenticate feeding systems and altitude origin of European bulk milk”. *Journal of Dairy Science* 98 :1539–1551.
- COPPA M., FERLAY A., BORREANI G., REVELLO CHION A., TABACCO E., TORNAMBÉ G., PRADEL P., MARTIN B. (2015b) : “Effect of phenological stage and proportion of fresh herbage in cow diets on milk fatty acid composition”. *Animal Feed Science and Technology*, 208, 66–78.
- COPPA M., FARRUGGIA A., RAVAGLIA P. POMIÉS, D., BORREANI, G., LE MORVAN, A., FERLAY, A. (2015c) : “Frequent moving of grazing dairy cows to new paddocks increases the variability of milk fatty acid composition”. *Animal*, 9, 604–613.
- COZZOLINO D., DE MATTOS D., MARTINS D.V. (2002) : “Visible/near infrared reflectance spectroscopy for predicting composition and tracing system of production of beef muscle”. *Animal Science*, 74(3), 477-484.
- CROISSANT E.A., WASHBURN S. P., DEAN L. L., DRAKE, D. A. (2007) : “Chemical properties and consumer perception of fluid milk from conventional and pasture-based production systems”. *Journal of Dairy Science*, 90, 4924–4953.
- DE NONI I., BATELLI G. (2008) : “Terpenes and fatty acid profiles of milk fat and Bitto cheese as affected by transhumance of cows on different mountain pastures”. *Food Chemistry*, 109, 299–309.
- DEVINCENZI T., DELFOSSE O., ANDUEZA D., NABINGER C., PRACHE S. (2014) : “Dose-dependent response of nitrogen stable isotope ratio to proportion of legumes in diet to authenticate lamb meat produced from legume-rich pastures”. *Food Chemistry*, 152, 456-461.

- DEVINCENZI T., METEAU K., PRACHE S. (2019) : “How does barley supplementation in lambs grazing alfalfa affect meat sensory quality and authentication ?”. *Animal*, 13, 427-434.
- DIAN P.H.M., CHAUVEAU-DURIOT B., PRADO I.N., PRACHE S. (2007a) : “A dose-response study relating the concentration of carotenoid pigments in blood and fat to carotenoid intake level in sheep”. *Journal of Animal Science*, 85, 3054-3061.
- DIAN P.H.M., ANDUEZA D., BARBOSA C.P., AMOUREUX S., JESTIN M., CARVALHO P.C.F., PRADO I.N., PRACHE S. (2007b) : “Methodological developments in the use of visible reflectance spectroscopy for discriminating pasture-fed from concentrate-fed lamb carcasses”. *Animal*, 1, 1198-1208.
- DIAN P.H.M., ANDUEZA D., JESTIN M., PRADO I.N., PRACHE S. (2008) : “Comparison of visible and near infrared reflectance spectroscopy to discriminate between pasture-fed and concentrate-fed lamb carcasses”. *Meat Science*, 80, 1157-1164.
- ENGEL E., RATEL J. (2018) : “Authentification de l'alimentation des animaux d'élevage”. *Alimentation des animaux et qualité de leurs produits*, ouvrage coordonné par V. Berthelot, Chapitre 13, pp 393-406.
- ENGEL E., FERLAY A.; CORNU A.; CHILLIARD Y.; AGABRIEL C.; BIELICKI G.; MARTIN B. (2007) : “Relevance of isotopic and molecular biomarkers for the authentication of milk according to production zone and type of feeding”. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55, 9099-9108.
- FARRUGGIA A., POMIÈS D., COPPA M., FERLAY A., VERDIER-METZ I., BETHIER A., POMPANON F., TROQUIER O., MARTIN B. (2014) : “Animal performances, pasture biodiversity and dairy product quality: How it works in contrasted mountain grazing systems”. *Agriculture Ecosystems Environment*, 185, 231- 244.
- FAULKNER H., O'CALLAGHAN T.F., MCAULIFFE S., HENNESSY D., STANTON C., O'SULLIVAN M.G., KERRY J.P., KILCAWLEY K.N. (2018) : “Effect of different forage types on the volatile and sensory properties of bovine milk”. *Journal of Dairy Science*, 101:1034-1047.
- FEDELE V., RUBINO R., CLAPS S., SEPE L., MORONE G. (2005) : “Seasonal evolution of volatile compounds content and aromatic profile in milk and cheese from grazing goat”. *Small Ruminant Research*, 59, 273-279
- FRAISSE D., CARNAT A., VIALA D., PRADEL P., BESLE J. M., COULON J. B., FELGINES C., LAMAISON J. L. (2007) : “Polyphenolic composition of a permanent pasture: Variations related to the period of harvesting”. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 87, 2427-2435.
- GAGAOUA M., MONTEILS V., COUVREUR S., PICARD, B. (2017) : “Identification of Biomarkers Associated with the Rearing Practices, Carcass Characteristics, and Beef Quality: An Integrative Approach”. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 65, 8264-8278.
- GASPARDO B., LAVRENČIĆ A., LEVART A., DEL ZOTTO S., STEFANON B. (2010) : “Use of milk fatty acids composition to discriminate area of origin of bulk milk”. *Journal of Dairy Science*, 93:3417-3426.
- GEBBING T., SCHELLBERG J., KUHBAUCH W. (2004) : “Switching from grass to maize diet changes the C isotope signature of meat and fat during fattening of steers”. *Proceedings of the 20<sup>th</sup> general meeting of the European Grassland Federation*, Luzern, Switzerland, pp 1130-1132.
- HARRISON S.M., SCHMIDT O., MOLONEY A.P., KELLY S.D., ROSSMANN A., SCHELLENBERG A., MONAHAN F.J. (2011) : “Tissue turnover in ovine muscles and lipids as recorded by multiple (H, C, O, S) stable isotope ratios”. *Food Chemistry*, 124, 291-297.
- HOCQUETTE J.F., CASSAR-MALEK I., BERNARD-CAPEL C., PICARD B. (2009) : “Functional genomics and new markers for beef production-minireview”. *Animal Science Papers and Reports*, 27, 273-279.
- HUANG Y., ANDUEZA D., OLIVEIRA L., ZAWADZKI F., PRACHE S. (2015a) : “Visible spectroscopy on carcass fat combined with chemometrics to distinguish pasture-fed, concentrate-fed and concentrate-finished pasture-fed lambs”. *Meat Science*, 101, 5-12.
- HUANG Y., ANDUEZA D., OLIVEIRA L., ZAWADZKI F., PRACHE S. (2015b) : “Comparison of visible and near infrared reflectance spectroscopy on fat to authenticated dietary history of lambs”. *Animal*, 9, 1912-1920.
- HURTAUD C., DUTREUIL M., COPPA M., AGABRIEL C., MARTIN B. (2014) : “Characterization of milk from feeding systems based on herbage or corn silage with or without flaxseed and authentication through fatty acid profile”. *Dairy Science and Technology*, 94, 103-123.
- KORNEXL B. E., WERNER T., ROSSMANN A., SCHMIDT H. L. (1997) : “Measurement of stable isotope abundances in milk and milk ingredients – a possible tool for origin assignment and quality control”. *Z. Lebensm.-Unters. - Forsch. A – Food Research and Technology*, 205, 19-24.
- KUHNEN S., MOACYR J.R., MAYER J.K., NAVARRO B.B., TREVISAN R., HONORATO L.A., MARASCHIND M., PINHEIRO MACHADO FILHO L.C. (2014) : “Phenolic content and ferric reducing-antioxidant power of cow's milk produced in different pasture-based production systems in southern Brazil”. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 94, 3110-3117.
- LEIBER F., KREUZER M., NIGG D., WETTSTEIN H. R., SCHEEDER M. R. L. (2005) : “A study on the causes for the elevated n-3 fatty acids in cows' milk of Alpine origin”. *Lipids*, 40, 191-202.

- MACARI S., GRAULET B., ANDUEZA D., PRACHE S. (2017) : “Nitrogen stable isotope and carotenoid pigments signatures in the meat as tools to trace back the diet: comparison between two sheep breeds”. *Small Ruminant Research* 153, 107-113.
- MARINO V.M., SCHADT I., CARPINO S., CACCAMO M., LA TERRA S., GUARDIANO C., LICITRA G. (2014) : “Effect of Sicilian pasture feeding management on content of  $\alpha$ -tocopherol and  $\beta$ -carotene in cow milk”. *Journal of Dairy Science*, 97, 543–551.
- MITANI T., KOBAYASHI K., UEDA K., KONDO S. (2016) : “Discrimination of “grazing milk” using milk fatty acid profile in the grassland dairy area in Hokkaido”. *Animal Science Journal*, 87, 233–241.
- MOLONEY A.P., O’RIORDAN E.G., SCHMIDT O., MONAHAN F.J. (2018) : “The fatty acid profile and stable isotope ratios of C and N of muscle from cattle that grazed grass or grass/clover pastures before slaughter and their discriminatory potential”. *Irish Journal of Agriculture Food Research*, 57, 84-94.
- MONAHAN F.J., SCHMIDT O., MOLONEY A.P. (2018) : “Meat provenance: Authentication of geographical origin and dietary background of meat”. *Meat Science*, 144, 2-14.
- MORENO-ROJAS J.M., VASTA V., LANZA A., LUCIANO G., LADROUE V., GUILLOU C., PRIOLO A. (2008) : “Stable isotopes to discriminate lambs fed herbage or concentrate both obtained from C3 plants”. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 22(23), 3701-3705.
- NOCI F., MONAHAN F.J., MOLONEY A.P. (2005) : “The fatty acid composition of muscle fat and subcutaneous adipose tissue of pasture-beef heifers: influence of the duration of grazing”. *Journal of Animal Science*, 83(5), 1167-1178.
- NOZIÈRE P., GRAULET B., LUCAS A., MARTIN B., GROLIER P., DOREAU M. (2006) : “Carotenoids for ruminants: from forages to dairy products”. *Animal. Feed Science and Technology* 131, 418–450.
- OLIVEIRA DE L., CARVALHO PCF, PRACHE S. (2012a) : “Response of lamb plasma carotenoid concentrations to a shift from a low to a high dietary carotenoid level”. *Animal*, 6(7), 1139-1142.
- OLIVEIRA DE L., CARVALHO PCF, PRACHE S. (2012b) : “Fat spectro-colorimetric characteristics of lambs switched from a low to a high dietary carotenoid level”. *Meat Science*, 92, 644-650.
- OSORIO M.T., MOLONEY A.P., BRENNAN L., MONAHAN F.J. (2011) : “Beef authentication and retrospective dietary verification using stable isotope ratio analysis of bovine muscle and tail hair”. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59, 3295-3305.
- OSORIO M.T., MOLONEY A.P., SCHMIDT O., MONAHAN F.J. (2012) : “Authentication of beef production systems using a metabolomic-based approach”. *Animal*, 6, 1676-172.
- PIASANTIER E., VALUSSO R., CAMIN F., VERSINI G. (2003) : “Stable isotope ratio analysis for authentication of lamb meat”. *Meat Science*, 64, 239-247.
- POVOLO M., PELIZZOLA V., PASSOLUNGO L., BIAZZI E., TAVA A., CONTARINI G. (2013) : “Characterization of two *Agrostis-Festuca* alpine pastures and their influence on cheese composition”. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 61, 447–455.
- PRACHE S., THÉRIEZ M. (1999) : “Traceability of lamb production systems : carotenoids in plasma and adipose tissue”. *Animal Science*, 69, 29-36.
- PRACHE S., PRIOLO A., GROLIER P. (2003a) : “Effect of concentrate finishing on the carotenoid content of perirenal fat in grazing sheep: its significance for discriminating grass-fed, concentrate-fed and concentrate-finished grazing lambs”. *Animal Science*, 77 (2), 225-234.
- PRACHE S., PRIOLO A., GROLIER P. (2003b) : “Persistence of carotenoid pigments in the blood of concentrate-finished grazing sheep: its significance for the traceability of grass-feeding”. *Journal of Animal Science*, 81, 360-367.
- PRACHE S., MARTIN B., NOZIERE P., ENGEL E., BESLE J.M., FERLAY A., MICOL D., CORNU A., CASSAR-MALEK I., ANDUEZA D. (2007) : “Authentication de l’alimentation des ruminants à partir de la composition de leurs tissus et produits”. *INRA Productions Animales*, 20, 295-308.
- PRACHE S., KONDOYAN N., DELFOSSE O., CHAUVEAU-DURIOT B., ANDUEZA D., CORNU A. (2009) : “Discrimination of pasture-fed from lambs fed dehydrated alfalfa indoors using different compounds measured in the fat, meat and plasma”. *Animal*, 3, 598-605.
- PRACHE S., HUANG Y., ANDUEZA D. (2018) : “How far is a breed-specific database necessary to differentiate meat from pasture-fed and stall-fed lambs using visible spectroscopy? ”. *Animal*, 12, 1682-1689.
- PRIETO N., JUAREZ M., LARSEN I., LOPEZ-CAMPOS O., ZIJLSTRA R., AALHUS J. (2015) : “Rapid discrimination of enhanced quality pork by visible and near infrared spectroscopy”. *Meat Science*, 110, 76-84.
- PRIMROSE S., WOOLFE M., ROLLISON S. (2010) : “Food forensics : Methods for determining the authenticity of foodstuffs”. *Trends in Food Science and Technology*, 21(12), 582-590.
- PRIOLO A., CORNU A., PRACHE S., KROGMAN M., KONDOYAN N., MICOL D., BERDAGUÉ J. L. (2004) : “Fat volatiles to trace grass-feeding in sheep”. *Meat Science*, 66, 475-481.

- RENNA M., LUSSIANA C., CORNALE P., FORTINA R., MIMOSI A. (2012) : “Changes in goat milk fatty acids during abrupt transition from indoor to pasture diet”. *Small Ruminant Research* 108, 12–21.
- RENOU J.P., DEPONGE C., GACHON P., BONNEFOY J. C., COULON J. B., GAREL J. P., VÉRITÉ R., RITZ P. (2004) : “Characterization of animal products according to geographic origin and feeding diet using nuclear magnetic resonance and isotope ratio mass spectrometry: cow milk”. *Food Chemistry*, 85, 63-66.
- REYNAUD A., FRAISSE D., CORNU A., FARRUGGIA A., PUJOS-GUILLOT E., BESLE J. M., MARTIN B., LAMAISON J. L., PAQUET D., DOREAU, M., GRAULET B. (2010) : “Variation in content and composition of phenolic compounds in permanent pastures according to botanical variation”. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 58:5485–5494.
- RICHTER E.K., SPANGENBERG J.E., WILLEMS H., KREUZER M., LEIBER F. (2012) : “Stable isotope composition of perirenal adipose tissue fatty acids from Engadine sheep grazing either moubrtain or lowland pasture”. *Journal of Animal Science*, 90(3), 905–913.
- RIVAROLI D., PRUNIER A., METEAU K., I.N. DO PRADO, PRACHE S. (2019) “Tannin-rich sainfoin (*Onobrychis viciifolia*) pellet supplementation reduces fat volatile indoles content and delays digestive parasitism in lambs grazing alfalfa”. *Animal*, in press, doi:10.1017/S1751731118003543.
- ROHRLE F.T., MOLONEY A.P., OSORIO M.T., LUCIANO G., PRIOLO A., CAPLAN P., MONAHAN F.J. (2011a) : “Carotenoid, colour and reflectance measurements in bovine adipose tissue to discriminate between beef from different feeding systems”. *Meat Science*, 88, 347-353.
- ROHRLE F.T., MOLONEY A.P., BLACK A., OSORIO M.T., SWEENEY T., SCHMIDT O., MONAHAN F.J. (2011b) : “Alpha-tocopherol stereoisomers in beef as an indicator of vitamin E supplementation in cattle diets”. *Food Chemistry*, 124, 935-940.
- ROUGE P., CORNU A., BIESSE-MARTIN A.S., LYAN B., ROCHET N., GRAULET B. (2013) : “Identification of quinoline, carboline and glycinamide compounds in cow milk using HRMS and NMR”. *Food Chemistry*, 141, 1888-1894.
- SCHINGFIELD K. J., BONNET M., SCOLLAN N.D. (2013) : “Recent developments in altering the fatty acid composition of ruminant-derived foods”. *Animal*, 7, 132-162.
- SCHMIDT O., QUILTER J.M., BAHAR B., MOLONEY A.P., SCRIMGEOUR C.M., BEGLEY I.S., MONAHAN F.J. (2005) : “Inferring the origin and dietary history of beef from C, N and S stable isotope ratio analysis”. *Food Chemistry*, 91, 545-549.
- SEGATO S., GALAVERNA G., CONTIERO B., BERZAGHI P., CALIGIANI A., MARSEGLIA A., COZZI G. (2017) : “Identification of lipid biomarkers to discriminate between the different production systems for Asiago PDO cheese”. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 65, 9887-9892
- SERRANO E., PRACHE S., CHAUVEAU-DURIOT B., AGABRIEL J., MICOL D. (2006) : “Traceability of grass-feeding in young beef using carotenoid pigments in plasma and adipose tissue”. *Animal Science*, 82, 909-918.
- SERRANO E., CORNU A., KONDOYAN N., FIGUEREDO G., AGABRIEL J., MICOL D. (2007) : “Terpene accumulation in muscle and fatty tissues of calves supplemented with essential oils”. *Journal of Animal and Feed Sciences*, 16(2),168.
- SERRANO E., CORNU A., KONDOYAN N., AGABRIEL J., MICOL D. (2011) : “Traceability of grass feeding in beef: Terpenes, 2,3 octanedione and skatole accumulation in adipose tissue of young bulls”. *Animal*, 5, 641–649.
- SHIBATA M., MATSUMOTO K., OE M., OHNISHI-KAMEYAMA M., OJIMA K., NAKAJIMA I., CHIKUNI K. (2009) : “Differential expression of the skeletal muscle proteome in grazed cattle”. *Journal of Animal Science*, 87(8), 2700-2708.
- STERGIADIS S., LEIFERT C., SEAL C. J., EYRE M. D., NIELSEN J. H., LARSEN M. K., SLOTS T., STEINSHAMN H., BUTLER G. (2012) : “Effect of feeding intensity and milking system on nutritionally relevant milk components in dairy farming systems in the north east of England”. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 60, 7270–7281.
- STERGIADIS S., LEIFERT C., SEAL C.J., EYRE M.D., LARSEN M.K., SLOTS T., NIELSEN J. H., BUTLER G. (2015) : “A 2-year study on milk quality from three pasture-based dairy systems of contrasting production intensities in Wales”. *Journal of Agricultural Science*, 153, 708–731.
- SWEENEY T., LEJEUNE A., MOLONEY A.P., MONAHAN F.J., MC GETTIGAN P., DOWNEY G., RYAN M.T. (2016) : “The application of transcriptomic data in the authentication of beef derived from contrasting production systems”. *BMC Genomics*, 17(1), 746.
- TORNAMBÉ, G., CORNU A., PRADEL P., KONDOYAN N., CARNAT A.P., PETIT M., MARTIN B. (2006) : “Changes in terpene content in milk from pasture-fed cows”. *Journal of Dairy Science*, 89, 2309–2319.
- VALDIEVIELSO I., DE RENOBALLES M., ALDAI N., BARRON J.L.R (2017) : “Changes in terpenoid composition of milk and cheese from commercial sheep flocks associated with seasonal feeding regimens throughout lactation”. *Journal of Dairy Science* 100, 96–105.



- VALENTI B., MARTIN B., ANDUEZA D., LEROUX C., LABONNE C., LAHALLE F., LARROQUE H., BRUNSCHWIG P., LECOMTE C., BROCHARD M., FERLAY A. (2013) : "Infrared spectroscopic methods for the discrimination of cows' milk according to the feeding system, cow breed and altitude of the dairy farm". *International Dairy Journal*, 32, 26–32.
- VALENTI B., BIONDI L., CAMPIDONICO L., BONTEMPO L., LUCIANO G., DI PAOLA F., COPANI C., ZILLER L. CAMIN F. (2017) : "Changes in stable isotope ratios in PDO cheese related to the area of production and green forage availability. The case study of Pecorino Siciliano". *Rapid Communication in Mass Spectrometry*, 31, 737–744.
- VASTA V., PRIOLO A. (2006) : "Ruminant fat volatiles as affected by diet". *Meat Science*, 73, 218-228.
- VASTA V., RATEL J., ENGEL E. (2007) : "Mass spectrometry analysis of volatile compounds in raw meat for the authentication of the feeding background of farm animals". *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55, 4630-4639.
- VASTA V., LUCIANO G., DIMAURO C., ROHRLE F.T., PRIOLO A., MONAHAN F.J., MOLONEY A.P. (2011) : "The volatile profile of longissimus dorsi muscle of heifers fed pasture, pasture silage or cereal concentrate: implication for dietary discrimination". *Meat Science*, 87, 282-289.
- VIALLOU C., MARTIN B., VERDIER-METZ I., PRADEL P., GAREL J. P., COULON J. B., BERDAGUÉ, J. L. (2000) : "Transfer of monoterpenes and sesquiterpenes from forages into milk fat". *Lait*, 80,12–16.