



**HAL**  
open science

## Authentification de la composition de la ration des vaches laitières par une analyse en spectroscopie visible et infrarouge sur le lait et le fromage

Mauro Coppa, Bruno Martin, Sophie Hulin, Pauline Gerber, Joël Guillemin, Jean-Vincent Gauzentes, Anne Pecou, Farnaz Fazaeli, Donato Andueza

### ► To cite this version:

Mauro Coppa, Bruno Martin, Sophie Hulin, Pauline Gerber, Joël Guillemin, et al.. Authentification de la composition de la ration des vaches laitières par une analyse en spectroscopie visible et infrarouge sur le lait et le fromage. *INRAE Productions Animales*, 2021, 34 (2), pp.127-138. 10.20870/productions-animales.2021.34.2.4837 . hal-03510419

**HAL Id: hal-03510419**

**<https://hal.inrae.fr/hal-03510419>**

Submitted on 4 Jan 2022

**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.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

# Authentification de la composition de la ration des vaches laitières par une analyse en spectroscopie visible et infrarouge sur le lait et le fromage

Mauro COPPA<sup>1</sup>, Bruno MARTIN<sup>2</sup>, Sophie HULIN<sup>3</sup>, Pauline GERBER<sup>3</sup>, Joël GUILLEMIN<sup>4</sup>, Jean-Vincent GAUZENTES<sup>5</sup>, Anne PECOU<sup>6</sup>, Farnaz FAZAELI<sup>6</sup>, Donato ANDUEZA<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Chercheur Indépendant affilié à Université Clermont Auvergne, INRAE, VetAgro Sup, UMR Herbivores, 63122, Saint-Genès-Champanelle, France

<sup>2</sup>Université Clermont Auvergne, INRAE, VetAgro Sup, UMR Herbivores, 63122, Saint-Genès-Champanelle, France

<sup>3</sup>Pôle Fromager AOP Massif Central, 20 côte de Reyne, 15000, Aurillac, France

<sup>4</sup>Cantal Conseil Élevage, 26 rue du 139<sup>e</sup> Régiment d'Infanterie – BP 239, 15002, Aurillac

<sup>5</sup>Agrolab's, 38 Rue de Salers, 15000, Aurillac, France

<sup>6</sup>CNIEL, 42, rue de Châteaudun I, 75314, Paris, France

Courriel : donato.andueza@inrae.fr

■ Certifier l'alimentation des animaux d'élevage est une préoccupation croissante des filières animales qui souhaitent retrouver la confiance des consommateurs. L'analyse rapide du lait et des fromages par les techniques de spectroscopie ouvre des perspectives intéressantes pour authentifier en routine le mode d'alimentation des vaches et garantir le respect des cahiers des charges<sup>1</sup>.

## Introduction

L'authentification des pratiques d'élevage par des analyses rapides réalisées sur du lait et/ou du fromage est une préoccupation de nombreuses filières laitières depuis plusieurs années. Les filières qui cherchent à démarquer leurs produits grâce à la mise en place d'un Cahier Des Charges (CDC) lié à la production du lait sont particulièrement concernées. C'est le cas de la plupart des signes officiels de la qualité et de l'origine (Appellations d'Origine Protégée, Indication Géographique Protégée, Agriculture Biologique) ainsi que de nombreuses marques commerciales

qui mettent en place des CDC incluant des limitations, notamment sur l'alimentation animale. Ces certifications confèrent souvent une valeur ajoutée aux produits et les organismes en charge de la gestion de ces certifications ont besoin d'outils pour vérifier et renforcer les engagements pris auprès des consommateurs qui acceptent de payer un prix plus élevé pour des produits respectant ces CDC. Les éleveurs et les consommateurs s'inquiètent des risques potentiels de fraude. Ces risques ont conduit au développement de méthodes d'authentification analytique allant au-delà des contrôles en ferme (autocontrôles ou audits menés par des agences de contrôle indépendantes)

pour garantir qu'un produit est effectivement conforme aux attentes.

L'alimentation animale est l'un des principaux facteurs influençant à court terme la composition du lait et du fromage (Cabiddu *et al.*, 2019). Ainsi, plusieurs travaux visant à mettre au point des méthodes analytiques applicables sur les produits laitiers pour authentifier l'alimentation des animaux ont été menés au cours des dernières décennies. Ils ont été récemment répertoriés par Prache *et al.* (2020). Hurtaud *et al.* (2014), Mitani *et al.* (2016) et Vicente *et al.* (2017) ont utilisé avec succès les Acides Gras (AG) du lait pour authentifier les systèmes d'alimentation

1 Cet article est basé en partie sur la publication de Coppa *et al.* (2021) dans Journal of Dairy Science.

des vaches. Les vitamines et les caroténoïdes présents dans le lait ont été utilisés pour certifier l'alimentation des vaches au pâturage (Segato *et al.*, 2017), et les composés organiques volatils ont également été testés à des fins d'authentification de l'alimentation des troupeaux (Valdivielso *et al.*, 2017 ; Bergamaschi *et al.*, 2020). Auerswald *et al.* (2015) et Valenti *et al.* (2017) ont proposé l'utilisation des isotopes stables pour l'authentification de l'alimentation des vaches.

Les méthodes de référence permettant d'analyser ces constituants dans le lait ou dans les produits transformés mobilisent des techniques généralement coûteuses et chronophages. C'est pour cette raison que les techniques de spectroscopie dans le visible (VIS) et dans l'infrarouge (IR) ont été proposées comme alternatives en raison de leur rapidité et de leur faible coût (De Marchi *et al.*, 2014 ; Prache *et al.*, 2020). Ces méthodes peuvent être utilisées en routine dans les laboratoires interprofessionnels ou dans les laiteries sur un grand nombre d'échantillons (encadré 1). La spectroscopie dans le proche infrarouge (SPIR) permet notamment de prédire le profil en AG et la teneur en caroténoïdes des produits laitiers (Lucas *et al.*, 2008a ; Lucas *et al.*, 2008b ; Coppa *et al.*, 2010). La spectroscopie dans le moyen infrarouge (MIR), a également été utilisée avec succès sur le lait pour prédire entre autres, la composition en AG (Soyeur *et al.*, 2011 ; Maurice-Van Eijndhoven *et al.*, 2013 ; Coppa *et al.*, 2017), la composition en protéines (Bonfatti *et al.*, 2011 ; Rutten *et al.*, 2011), la fromagabilité (De Marchi *et al.*, 2013 ; El Jabri *et al.*, 2019) et la teneur en minéraux (Soyeur *et al.*, 2009). Plusieurs projets d'envergure conduits à l'échelle nationale (PhénoFinlait, From'Mir) ou européenne (Optimir) ont été menés au cours des dernières années pour tester les potentialités de la MIR et pour mettre au point des méthodes de standardisation des spectres issus de différents laboratoires et appareils (Grelet *et al.*, 2015 ; Tiplady *et al.*, 2019).

La plupart des constituants du lait et des fromages précédemment cités pour authentifier l'alimentation des vaches laitières peuvent donc être prédits avec succès par des méthodes IR.

### Encadré 1. La Spectroscopie dans le visible et l'infrarouge

La spectroscopie étudie les interactions entre la matière et les ondes électromagnétiques. L'analyse spectroscopique est basée sur une approche globale et non sur la mesure directe d'un constituant spécifique du lait. Le spectre d'un échantillon de lait ou de fromage constitue son « empreinte digitale ».

Les appareils de spectroscopie dans le visible (VIS) ou l'infrarouge (IR) mesurent l'absorbance d'une matrice (ici, le lait ou le fromage) soumise à un rayonnement électromagnétique. Les longueurs d'onde les plus utilisées pour caractériser les produits sont celles du visible (VIS) (350-800 nm), du proche infrarouge (SPIR) (800-2 500 nm) et du moyen infrarouge (MIR) (2 500-25 000 nm). Les longueurs d'onde utilisées par la MIR sont plus couramment exprimées en  $\text{cm}^{-1}$  ; elles varient de 4000 à  $400 \text{ cm}^{-1}$ .

#### La spectroscopie dans le visible (VIS)

Les appareils utilisés pour obtenir le spectre VIS sont généralement adaptables à plusieurs matrices (solides, liquides, poudres). Des spectromètres portables existent ; bien qu'ils ne soient pas conçus spécifiquement pour l'analyse des produits laitiers, ces appareils sont simples à utiliser sur des produits comme le lait, la crème, la poudre de lait ou le fromage. Ils permettent d'analyser entre 300 et 500 échantillons par jour, selon la durée de leur préparation. Les spectromètres dans le VIS en transmittance sont largement utilisés dans les laboratoires. Au-delà du spectre d'absorbance aux différentes longueurs d'onde, ils calculent également des indicateurs synthétiques relatifs à la couleur des produits exprimée par exemple dans le système  $L^*a^*b^*$  où  $L^*$  (0 à 100) représente la luminosité,  $a^*$  (-100 à +100), l'indice du vert au rouge et  $b^*$  (-100 à +100), l'indice du bleu au jaune. Ces simples mesures globales de la couleur permettraient à elles seules de discriminer les produits laitiers selon le régime des animaux (Nozière *et al.*, 2006).

#### La spectroscopie dans le proche infra-rouge (SPIR)

Les appareils SPIR sont généralement adaptables à plusieurs matrices et ont un coût moyennement élevé. Le spectre fourni englobe parfois les longueurs d'onde du visible et du proche infra-rouge. Lorsqu'ils n'ont pas été conçus pour optimiser le processus d'acquisition du spectre sur des matrices comme le lait par exemple, ces appareils ne permettent d'analyser que 150 à 200 échantillons par jour. Le développement d'appareils dédiés à l'analyse du lait ou à des matrices spécifiques est actuellement en cours. Les appareils SPIR sont fréquemment utilisés dans les laboratoires pour analyser plusieurs types de matrices telles que les fourrages, les céréales, les farines, les produits laitiers ou les viandes. Certains appareils SPIR sont portables et peuvent ainsi être utilisés directement sur les chaînes de production. Adaptés sur des installations de traite, ces appareils permettent d'analyser la composition du lait pendant la traite.

#### La spectroscopie dans le moyen infrarouge (MIR)

La méthode IR la plus couramment utilisée pour l'analyse du lait est la MIR. Les appareils MIR, spécifiquement conçus pour acquérir rapidement des spectres sur le lait, permettent d'analyser jusqu'à 600 échantillons par heure. Les appareils MIR, majoritairement utilisés dans les laboratoires interprofessionnels d'analyses laitières, analysent en routine les laits individuels issus du contrôle laitier et les laits de tank pour le paiement du lait à la qualité (un échantillon pour chaque lait de tank livré, soit entre 3 et 7 échantillons par ferme et par semaine). Comme pour la SPIR, des équations de prédiction des principaux constituants du lait sont commercialisées (taux butyreux et taux protéique, lactose, urée, caséines, cryoscopie, principaux acides gras...). Les d'appareils MIR utilisés dans les laboratoires interprofessionnels permettent d'analyser uniquement le lait liquide et sont très coûteux (environ 20 fois plus qu'un appareil SPIR). Ils sont principalement utilisés dans des laboratoires ayant un volume d'analyses important, ce qui permet de diminuer les coûts. D'autres types d'appareils MIR adaptés à l'analyse des échantillons solides existent également, mais ils sont peu utilisés dans les laboratoires qui réalisent en routine des analyses sur les produits laitiers. Leur potentiel d'analyse est similaire à celui des appareils SPIR et VIS décrits précédemment.

Prache *et al.* (2020) les considèrent comme étant les méthodes d'authentification les plus prometteuses en raison de leur précision, souvent similaire à celle des méthodes de référence. En outre, l'intérêt pour les techniques IR est accru dans la mesure où les appareils

IR sont largement déployés dans tous les laboratoires d'analyse des produits laitiers. Il s'agit notamment de la MIR qui est déjà utilisée en routine pour l'analyse de la composition des laits de tank (paiement à la qualité) ainsi que des laits individuels (contrôle laitier).

Le principal avantage des techniques IR repose sur leur facilité de mise en œuvre. Il s'agit par ailleurs de techniques non invasives n'utilisant pas de produits dangereux pour les opérateurs et l'environnement, contrairement à la plupart des méthodes de référence.

L'objectif de cet article de synthèse est donc de faire un état de l'art de la recherche sur l'authentification de l'alimentation de vaches laitières en utilisant l'IR appliqué au lait et au fromage, avec une attention particulière portée aux perspectives de développement et aux limites de l'application en routine.

## 1. La spectroscopie dans le visible et le proche infrarouge pour l'authentification du lait et du fromage

Le spectre VIS a été utilisé pour le calcul d'un indice de couleur qui correspond à l'aire sous la courbe du spectre dans la zone d'absorption des caroténoïdes : 450-530 nm (Martin *et al.*, 2005). Cet indice a permis de discriminer les laits issus de troupeaux alimentés à l'herbe ou à l'ensilage de maïs (Engel *et al.*, 2007) avec un succès de discrimination de l'ordre de 65 % en cross-validation. Andueza *et al.* (2013) ont classé correctement 91 et 79 % des fromages issus de vaches au pâturage ou de vaches nourries avec des fourrages conservés (foin, ensilage d'herbe ou de maïs), respectivement. La zone d'absorption de la lumière par les caroténoïdes et vitamines liposolubles (400 à 700 nm) contribue donc fortement à la discrimination des produits laitiers issus des vaches au pâturage par rapport à ceux issus des vaches alimentées avec des fourrages conservés (foin, ensilage d'herbe ou de maïs) (Coppa *et al.*, 2012 ; Andueza *et al.*, 2013). La concentration en caroténoïdes et vitamines liposolubles dans les produits laitiers est en effet proportionnelle aux quantités d'herbe verte ingérée par les vaches dans la mesure où l'herbe verte est nettement plus riche en caroténoïdes que les fourrages conservés. Parmi ces derniers, l'ensilage d'herbe

et l'ensilage de maïs ont les teneurs les plus élevées et les plus faibles respectivement (Nozière *et al.*, 2006).

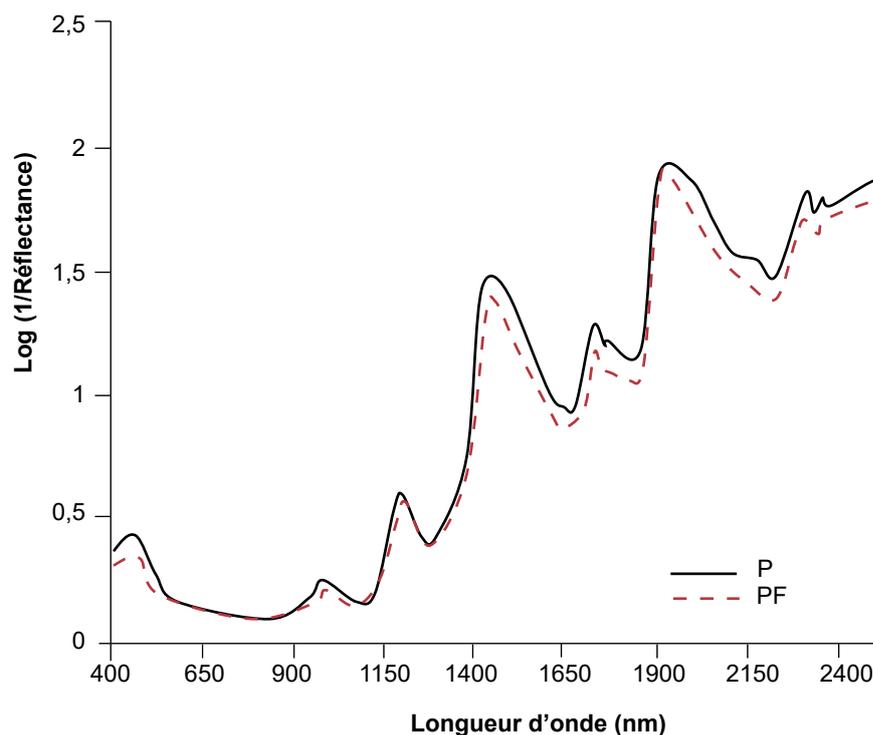
González-Martín *et al.* (2011) ont utilisé avec succès la SPIR sur le fromage pour déterminer sa saison de production lorsque cette dernière était à l'origine de changements de type d'alimentation (herbe verte en saison de pâturage ou fourrages conservés pour les rations hivernales). En outre, Cozzi *et al.* (2009) ont montré que la SPIR permettait de distinguer 90,5 % des fromages fermiers d'alpage vs laitiers de montagne ou laitiers de plaine, lorsque les types de rations sont contrastés (pâturage vs fourrages conservés – foin ou ensilage de maïs – et concentrés respectivement).

Andueza *et al.* (2013) ont montré que la discrimination des fromages issus des vaches au pâturage ou nourries avec des fourrages conservés (foin, ensilage d'herbe ou de maïs) est améliorée en utilisant la région du spectre SPIR en plus que celle du visible (400-2 500 nm au lieu de 350-700 nm ; **figure 1**). Le pourcentage de classifications correctes passe de 87 % (spectre VIS uniquement)

à 96 % (spectre VIS + SPIR). En utilisant les spectres VIS et SPIR sur le lait, Coppa *et al.* (2012) ont classé correctement 96,4, 92,2 et 93,3 % des échantillons lorsqu'ils ont comparé des laits produits respectivement *i*) au pâturage vs à l'ensilage de maïs, *ii*) au pâturage vs au foin, *iii*) au pâturage vs à l'ensilage d'herbe.

L'herbe fraîche dans la ration est l'aliment le plus facile à détecter, en raison de son impact très important sur la composition du lait (notamment sur la composition de la matière grasse ; Prache *et al.*, 2020). Les longueurs d'ondes associées à l'absorption des caroténoïdes (450-530 nm) et des lipides (liaisons C-H, C-C (simple ou double) et O-H) contribuent de façon importante à cette discrimination (Coppa *et al.*, 2012). Le profil en AG des laits de tank varie principalement sous l'effet de l'alimentation des troupeaux (Coppa *et al.*, 2019) ; l'herbe fraîche réduit notamment la concentration en AG saturés dans les produits laitiers, et augmente celle en AG mono et polyinsaturés (Cabiddu *et al.*, 2019). Selon les observations de Coppa *et al.* (2012), l'erreur de discrimination entre le lait issu des fourrages conservés et

**Figure 1.** Spectre d'absorption VIS et SPIR de deux fromages issus de vaches au pâturage (P) ou nourries avec des fourrages conservés (foin, ensilage d'herbe ou maïs -PF), (adapté d'Andueza *et al.*, 2013).



le lait de pâturage se réduit lorsque la proportion d'herbe fraîche (exprimée en matière sèche) dans la ration augmente jusqu'à 70 %. Au-delà de ce seuil, l'erreur de classification se stabilise vraisemblablement parce que les augmentations de la proportion d'herbe fraîche dans la ration ont alors peu d'effet sur la composition du lait et la variabilité observée dépend alors principalement des caractéristiques du couvert végétal : composition botanique, stade phénologique, valeur nutritive (Renna *et al.*, 2020), et du comportement alimentaire des vaches (tri sélectif au pâturage) (Coppa *et al.*, 2011 ; Coppa *et al.*, 2015).

En revanche, l'utilisation de la SPIR ou du VIS + SPIR est nettement moins performante pour discriminer des laits issus de régimes à base de fourrages conservés (ensilage de maïs vs herbe conservée) vraisemblablement parce que la composition de la matière grasse (caroténoïdes, vitamines liposolubles et AG) du lait issu d'animaux alimentés avec des fourrages conservés diffère moins selon les différents types de fourrages conservés qu'entre l'herbe verte d'une part et les fourrages conservés d'autre part (foin, ensilage d'herbe ou de maïs). En outre, les régimes « mixtes », comprenant des proportions intermédiaires et variables de fourrages conservés et d'herbe verte, qui sont les plus fréquents dans les exploitations, conduisent à des laits ou des fromages ayant des teneurs en caroténoïdes, vitamines liposolubles et AG intermédiaires entre d'une part des régimes basés uniquement sur l'herbe pâturée et d'autre part des régimes basés uniquement sur des fourrages conservés (foin, ensilage d'herbe ou de maïs) (Coppa *et al.* 2019 ; Prache *et al.*, 2020). De ce fait, les régimes « mixtes » augmentent l'incertitude de la classification du lait avec des analyses spectroscopiques (VIS + SPIR : Coppa *et al.*, 2012 ; SPIR : Valenti *et al.*, 2013).

## 2. La spectroscopie dans le moyen infrarouge pour l'authentification des produits laitiers

Certains auteurs ont utilisé la MIR pour authentifier l'origine géographique des

fromages (Karoui *et al.*, 2004 ; Karoui *et al.*, 2007) ou certains procédés technologiques (Woodcock *et al.*, 2008 ; Boubellouta *et al.*, 2010) mais à notre connaissance, la MIR n'a pas été testée sur des fromages à des fins d'authentification du régime des animaux.

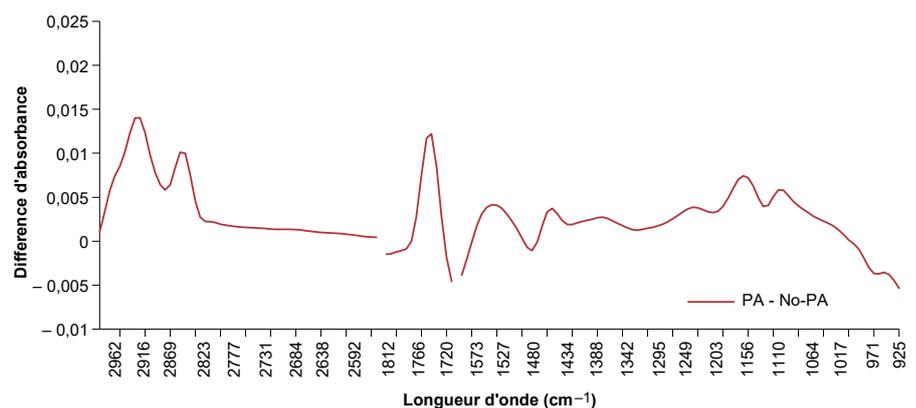
En ce qui concerne le lait, des résultats prometteurs ont été obtenus lorsque la MIR a été appliquée sur du lait de mélange provenant de fermes commerciales. Valenti *et al.* (2013) et Capuano *et al.* (2014) l'ont utilisée avec succès pour discriminer le lait de vaches au pâturage par rapport à des vaches nourries avec des rations à base de foin ou d'ensilage de maïs (proportion d'échantillons bien classés > 95 %). En revanche, ils n'ont pas pu distinguer les laits issus de rations à base de foin de ceux issus de rations à base d'ensilage de maïs, probablement en raison d'une différence moins nette de la composition de la matière grasse (notamment les AG), comme discuté précédemment pour la SPIR. Le modèle de Capuano *et al.* (2014) a permis de distinguer le lait de vaches recevant ou non de l'herbe fraîche avec des valeurs de sensibilité et de spécificité de 88 et 83 % en validation externe.

Les longueurs d'onde qui permettent de discriminer les laits issus des différentes rations sont comprises entre 2 985 et 2 830  $\text{cm}^{-1}$ , 1 730 et 770  $\text{cm}^{-1}$ , 1 581 et 1 504  $\text{cm}^{-1}$  et 1 480 et 925  $\text{cm}^{-1}$  (Valenti *et al.*, 2013 ; Coppa *et al.*, 2021 ; **figure 2**). Le groupe carbonyle absorbe à 1 745  $\text{cm}^{-1}$  (et à 2 928 et 2 855  $\text{cm}^{-1}$ ) et les absorbances à des longueurs d'ondes

comprises entre 1 600 et 1 050  $\text{cm}^{-1}$  sont associées à la quantité de liaisons C – H et C – O (Lefèvre et Subirade, 2000). En outre, Rutten *et al.* (2011), Soyeyrt *et al.* (2011) et Maurice-Van Eijndhoven *et al.* (2013) ont montré que les absorbances à des longueurs d'ondes comprises entre 1 600-950, 1 800-1 700 et 3 000-2 500  $\text{cm}^{-1}$  apportaient le plus d'informations pour la prédiction des AG du lait par la MIR. Ces résultats mettent en évidence que le pouvoir discriminant de la MIR est lié principalement à des différences spectrales engendrées par l'effet de l'alimentation des animaux sur le profil en AG du lait.

Cependant, les études précédemment citées (Valenti *et al.*, 2013 ; Capuano *et al.*, 2014) comparaient des laits issus de rations très contrastées à l'origine de variations importantes du profil en AG (Cabiddu *et al.*, 2019). Comme discuté précédemment, les rations comprenant des proportions intermédiaires et variables d'aliments (fourrages et/ou concentrés), souvent rencontrées dans les exploitations, sont à l'origine de laits ayant des profils en AG intermédiaires entre les régimes comprenant uniquement d'une part de l'herbe fraîche ou d'autre part des fourrages conservés (foin, ensilage d'herbe ou de maïs) (Coppa *et al.*, 2019 ; Prache *et al.*, 2020). Il est probable que les régimes « mixtes » augmentent l'incertitude de la classification du lait, comme cela a été observé avec la SPIR (Coppa *et al.*, 2012). C'est la raison pour laquelle certains auteurs se sont efforcés de prédire la proportion des différents aliments dans la ration des vaches.

**Figure 2.** Différence d'absorbance entre les spectres MIR des laits issus des vaches nourries au pâturage (PA) ou avec des fourrages conservés (foin, ensilage d'herbe ou maïs) (NO-PA), (adapté de Coppa *et al.*, 2021).



## ■ 2.1. Prédiction de la composition de la ration à partir des spectres MIR du lait

Klaffenböck *et al.* (2017) ont utilisé la spectrométrie dans le MIR sur des laits individuels de vache provenant de fermes expérimentales où la ration des animaux était connue avec précision. Les coefficients de détermination des équations de prédiction des proportions de foin, d'ensilage d'herbe, d'ensilage de maïs et des concentrés dans la ration étaient inférieurs à 0,43, à l'exception de la proportion de pâturage qui a pu être prédite avec un  $R^2$  de 0,66 et une erreur de 20,4 %.

Sur plus de 7 500 laits de mélange provenant de plus de 1 350 fermes commerciales, Coppa *et al.* (2021) ont développé des modèles MIR pour prédire la composition de la ration des vaches (tableau 1). La proportion d'herbe fraîche dans la ration a été prédite avec un coefficient de détermination en validation externe ( $R^2V$ ) de 0,81 et une erreur standard de prédiction (SEP) de 11,7 %. Les pourcentages d'ensilage de maïs, d'herbe conservée, de fourrages fermentés (ensilés ou enrubannés) et de pâturage + foin ont été prédits avec un  $R^2V > 0,61$  et une erreur standard de prédiction  $< 14,8\%$ . Dans cette étude où la composition de la ration a été estimée grâce à des enquêtes en ferme, Coppa *et al.*, (2021) considèrent que l'erreur de prédiction de leurs modèles est du même ordre de grandeur que l'incertitude liée à l'estimation de l'ingestion des différents aliments par le troupeau. Au pâturage notamment, des imprécisions de l'ordre du 10 à 15 % sont probables pour quantifier l'herbe fraîche ingérée.

Par ailleurs, les erreurs standards de prédiction des modèles d'estimation de la composition de la ration des vaches sont similaires à celles de modèles de prédiction de divers constituants du lait (Soyeurt *et al.*, 2009 ; Toffanin *et al.*, 2015 ; Coppa *et al.*, 2017) ou de ses propriétés directement ou indirectement liée à sa composition (par exemple la fromageabilité ; Sanchez *et al.*, 2018 ; ou les émissions de méthane, Dehareng *et al.*, 2012 ; Vanlierde *et al.*, 2018). Les modèles d'estimation de la composition

**Tableau 1.** Résultats de la validation des modèles de prédiction MIR sur le lait de mélange pour la composition de la ration des vaches (adapté de Coppa *et al.*, 2021). SEP : erreur standard de prédiction ; MS : matière sèche ;  $R^2V$  : coefficient de détermination en validation externe.

Aliment (% MS de la ration)	SEP	$R^2V$
Foin	13,1	0,42
Ensilage d'herbe	14,7	0,26
Ensilage de maïs	12,2	0,61
Herbe fraîche	11,7	0,81
Herbe fraîche + foin	13,6	0,74
Concentrés	6,2	0,26
Herbe fermentée	14,5	0,37
Herbe conservée	14,8	0,61
Fourrages fermentés	13,9	0,67
Herbe totale	12,3	0,68
Fourrages totaux	6,1	0,29

de la ration reposent principalement sur les longueurs d'ondes d'absorbance associées aux liaisons chimiques C – H, C – O, aux protéines (De Marchi *et al.*, 2013) et aux lipides (De Marchi *et al.*, 2011 ; Capuano *et al.*, 2014). Ces observations semblent confirmer que la spectrométrie dans le MIR est capable de détecter des différences d'alimentation en raison de son effet, notamment sur la composition de la matière grasse (Coppa *et al.*, 2019 ; Prache *et al.*, 2020).

## ■ 2.2. Authentification du respect des recommandations alimentaires prévues dans les cahiers des charges à partir des spectres MIR du lait

Plusieurs auteurs ont récemment proposé des modèles permettant de vérifier le respect de certains critères d'alimentation des troupeaux soumis à divers CDC. Capuano *et al.* (2014) ont notamment proposé des modèles permettant de discriminer des laits issus de l'Agriculture Biologique (AB) vs des laits issus de modes de production

conventionnels. Ces modèles ont permis de classer correctement 91 % des laits issus des élevages certifiés en AB par rapport aux laits issus d'élevages conventionnels (non biologiques). Dans la même étude Capuano *et al.* (2014) ont également classé la présence ou l'absence d'herbe fraîche dans la ration des vaches laitières avec une précision du 86 %. Ce résultat a été obtenu avec une plage de variation de l'herbe fraîche dans la ration comprise entre 38 et 94 %. Une précision similaire (86 %) a été également obtenue par ces auteurs en essayant de discriminer les laits issus d'animaux nourris à l'intérieur avec ou sans herbe fraîche dans la ration.

Bergamaschi *et al.* (2020) ont proposé des modèles pour discriminer des laits issus de systèmes de production traditionnels (vaches attachées, nourries principalement avec du foin et peu de concentrés) vs modernes (stabulation libre, installations modernes avec salle de traite et distribution séparée d'aliments, sans mélangeuse), avec ou sans incorporation d'ensilage de maïs dans la ration. Les modèles présentés sont moins précis (73,5 % de classements

**Tableau 2.** Résultats de la validation des modèles de discrimination par la spectrométrie MIR sur le lait de mélange issu des fermes commerciales pour authentifier le respect des recommandations alimentaires du cahier des charges du fromage AOP Cantal (résultats du projet Alimir, adapté de Coppa *et al.*, 2021).

Critères du cahier des charges	Classification <i>a priori</i>	Nombre d'échantillons	Classification prédite en validation externe (%)		Précision <sup>1</sup> (%)
			P	Zéro-P	
Présence de pâturage (P)	Groupe				90,4
	P	620	87,6	12,4	
	Zéro-P	880	7,6	92,4	
Pâturage (P) ≥ 50 %	Groupe		<b>P &lt; 50</b>	<b>P ≥ 50</b>	93,7
	P < 50	1 255	78,5	21,5	
	P ≥ 50	246	3,3	96,7	
Concentrés (C) < 28 %	Groupe		<b>C &lt; 28</b>	<b>C ≥ 28</b>	71,0
	C < 28	1 009	88,8	11,2	
	C ≥ 28	491	65,8	34,2	
Pâturage (P) + foin (F) ≥ 25 %	Groupe		<b>P + F ≥ 25</b>	<b>P + F &lt; 25</b>	83,5
	P + F ≥ 25	799	82,5	17,5	
	P + F < 25	701	15,3	84,7	
Ensilage de maïs (M) < 30 %	Groupe		<b>M &lt; 30</b>	<b>M ≥ 30</b>	83,9
	M < 30	1 021	88,3	11,7	
	M ≥ 30	479	25,3	74,7	
Herbe (H) totale ≥ 50 %	Groupe		<b>H &lt; 50</b>	<b>H ≥ 50</b>	86,5
	H < 50	583	87,9	12,1	
	H ≥ 50	917	15,7	84,3	
Critères du cahier de charge AOP Cantal respectés	Groupe		<b>Tous</b>	<b>Aucun</b>	90,3
	Tous	650	91,1	8,9	
	Aucun	482	9,9	90,1	

<sup>1</sup>Rapport entre le nombre de laits correctement classés et le nombre total de laits.

corrects) que ceux de Capuano *et al.*, (2014), mais les systèmes comparés sont aussi moins contrastés au niveau du type d'alimentation ; aucun des groupes n'avait de l'herbe fraîche dans la ration, qui est connue pour être le facteur le plus discriminant de la composition du lait (Coppa *et al.*, 2019 ; Prache *et al.*, 2020). La difficulté à discriminer des laits issus des régimes basés uniquement sur des fourrages conservés (foin, ensilage d'herbe ou de maïs)

avait déjà été rapportée par Valenti *et al.* (2013).

Avec une approche différente de celle utilisée par les auteurs précédents qui se sont efforcés de classer des laits selon l'alimentation des animaux, Coppa *et al.* (2021) ont proposé des modèles permettant de discriminer les laits respectant ou non les CDC des AOP fromagères Cantal et Laguiole (tableaux 2 et 3 respectivement). Les performances

de ces modèles ont été variables selon les critères du CDC considérés, les meilleures performances étant obtenues logiquement pour les critères relatifs à l'utilisation d'herbe fraîche dans la ration (tableaux 2 et 3). Les modèles proposés pour identifier le respect simultané de tous les critères des CDC ont été les plus performants (précision supérieure à 90 %). Ils semblent d'autant plus performants que les critères des CDC sont plus restrictifs dans la

**Tableau 3.** Résultats de la validation des modèles de discrimination par la spectrométrie MIR sur le lait de mélange issu des fermes commerciales pour authentifier le respect des recommandations alimentaires du cahier des charges du fromage AOP Laguiole (résultats du projet Alimir, adapté de Coppa et al., 2021).

Critères du cahier des charges	Classification <i>a priori</i>	Nombre d'échantillons	Classification prédite en validation (%)		Précision <sup>1</sup> (%)
			P < 57	P ≥ 57	
Pâturage (P) ≥ 57 %	Groupe		P < 57	P ≥ 57	93,5
	P < 57	1 303	66,5	33,5	
	P ≥ 57	197	2,4	97,6	
Pâturage (P) + foin (F) ≥ 72 %	Groupe		P + F ≥ 72	P + F < 72	89,1
	P + F ≥ 72	1 266	44,5	55,5	
	P + F < 72	234	2,2	97,8	
Absence de fourrages fermentés (FF)	Groupe		FF	Zéro-FF	87,3
	FF	1 192	54,4	45,6	
	Zéro-FF	308	3,9	96,1	
Absence d'herbe fermentée (HF)	Groupe		HF	Zéro-HF	80,3
	HF	1 016	61,1	38,9	
	Zéro-HF	484	10,3	89,7	
Absence d'ensilage de maïs (M)	Groupe		M	Zéro-M	83,4
	M	820	80,0	20,0	
	Zéro-M	680	14,1	85,9	
Critères du cahier de charge AOP Laguiole respectés	Groupe		Tous	Aucun	99,5
	Tous	134	100,0	0,0	
	Aucun	477	0,6	99,4	

<sup>1</sup>Rapport entre le nombre de laits correctement classés et le nombre total de laits.

mesure où le respect simultané de tous les critères d'un CDC strict permet d'identifier un système de production très spécifique.

### 3. Comparaison des techniques de spectroscopie pour l'authentification des produits laitiers

La comparaison des performances des différentes méthodes IR pour l'authentification de l'alimentation des vaches laitières est difficile à réaliser car la plupart des travaux publiés n'ont

pas mis en œuvre plusieurs techniques sur les mêmes échantillons. Valenti *et al.* (2013) ont comparé les performances de la SPIR et de la MIR sur les mêmes échantillons pour discriminer des groupes de lait selon le fourrage dominant dans la ration des vaches. Les modèles développés avec la MIR ont été plus précis que ceux développés avec la SPIR (entre + 5 et + 23 %), indépendamment des types des fourrages dominants dans la ration. Des résultats similaires ont été obtenus par Bergamaschi *et al.* (2020) ; les modèles développés avec la MIR ont été entre 6 et 13 % plus précis que ceux développés avec la SPIR pour discriminer des systèmes de production traditionnels

ou modernes décrits précédemment. Il faut néanmoins souligner que Valenti *et al.* (2013) et Bergamaschi *et al.* (2020) n'ont utilisé que le spectre SPIR, sans inclure les longueurs d'ondes du spectre VIS, qui peuvent apporter des informations utiles, notamment dans la zone d'absorption des caroténoïdes et des vitamines liposolubles (Nozière *et al.*, 2006). En effet, Andueza *et al.* (2013) ont montré que les performances de discrimination des fromages selon le régime alimentaire des vaches sont améliorées de 9 % en utilisant la région du VIS en plus que celle du SPIR.

Ces résultats suggèrent que les performances de discrimination de la MIR

et de la VIS + SPIR pourraient être équivalentes mais une comparaison des deux techniques mériterait d'être réalisée à grande échelle. Indépendamment des différences de précision, l'utilisation courante de la MIR pour l'analyse des laits lui confère un avantage par rapport aux autres techniques pour une utilisation potentielle à des fins d'authentification.

#### 4. Les indicateurs prédits par la spectroscopie dans l'IR doivent être utilisés de façon prudente

Les travaux rapportés précédemment ont été en partie de type « preuve de concept » notamment lorsqu'ils étaient réalisés sur un nombre limité d'échantillons de lait de mélange ou sur des laits individuels de vaches. Avant d'envisager une application pratique des modèles d'authentification basés sur la spectroscopie IR pour discriminer des rations ou prédire leur composition, il est nécessaire de développer des bases de données plus larges en terme de nombre d'échantillons et plus diverses en termes de contextes territoriaux (Grelet *et al.*, 2021). Il sera également nécessaire d'apporter une attention particulière à la précision des données de référence, obtenues par enquête, dans la mesure où une réduction de l'erreur de la méthode de référence est également importante pour améliorer les modèles prédictifs. Par ailleurs, une standardisation des spectres issus de différents appareils et un suivi de leur stabilité dans le temps s'avèreront nécessaires pour renforcer la généralité et la robustesse des modèles (Grelet *et al.*, 2021).

En outre, compte tenu de l'incertitude des données de référence et des erreurs moyennes des modèles IR, les résultats des modèles de prédiction de la composition des rations ou des modèles de discrimination de groupes de laits devront être considérés comme des indicateurs de la composition de la ration des vaches, plutôt que des mesures précises. En effet, le modèle IR fournit une prédiction ou une classification d'un seul échantillon de lait ou

de fromage à un moment précis. À titre d'exemple, les limites d'une prédiction sur un échantillon donné sont illustrées dans la *figure 3*, qui présente le pourcentage de matière sèche de différents aliments dans la ration lorsqu'ils sont estimés par des enquêtes ou prédits par les modèles MIR de Coppa *et al.* (2021) réactualisés avec deux années consécutives de données. On constate que même pour les meilleurs modèles, l'erreur de prédiction reste importante lorsque l'on considère un échantillon individuel. De plus, les critères des CDC (AOP, AB...) étant souvent exprimés sur une base annuelle, il est indispensable de tenir compte de l'ensemble des données obtenues à l'échelle d'une année ou d'une saison pour interpréter correctement les résultats d'une prédiction ou de la classification d'une ferme. Malgré des erreurs parfois importantes sur un échantillon individuel, les valeurs prédites se rapprochent des valeurs observées lorsque l'on considère la moyenne, par exemple pour une ferme à l'échelle de l'année ou pour un groupe de fermes à un moment donné. Cela illustre l'importance de multiplier les mesures afin de diminuer l'erreur d'estimation et de couvrir au mieux la variabilité de la mesure de référence (composition de la ration) au cours du temps.

Les indicateurs de la composition des rations prédits par IR sont néanmoins très utiles pour cibler dans le temps et orienter vers certaines fermes les contrôles en routine appliqués par les organismes en charge du respect des CDC.

#### 5. Applications pratiques à l'échelle d'une filière ou d'un territoire

Compte tenu des précautions illustrées dans le paragraphe précédent, une utilisation potentielle des indicateurs d'authentification prédits par la MIR sur les échantillons du lait analysés pour le paiement à la qualité peut être envisagée à l'échelle d'une zone de production, ou d'une filière, pour avoir une photographie de la composition de la ration de ses troupeaux au cours du temps. Un exemple est fourni dans

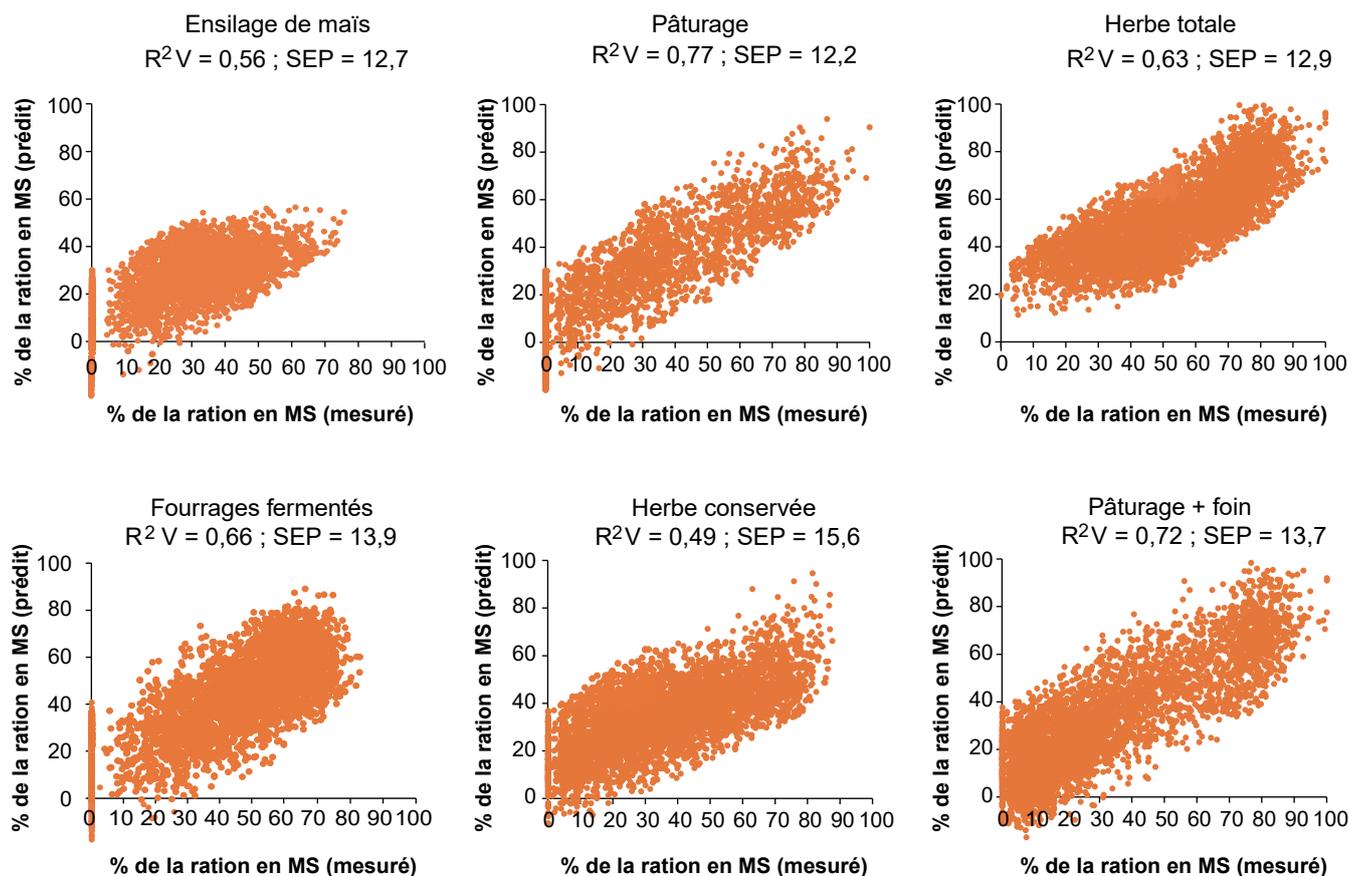
la *figure 4* qui présente l'évolution de la composition de la ration obtenue à partir des spectres collectés pour le paiement du lait à la qualité au cours de deux années consécutives dans plus de 1 000 fermes du département du Cantal. Une caractérisation de ce type constitue un outil potentiel de transparence, permettant aux filières de consolider les promesses faites aux consommateurs *via* le CDC.

De la même manière, les caractérisations de ce type peuvent être utilisées comme des outils de diagnostic qui permettent à l'échelle d'une région de visualiser les variations saisonnières de la composition des rations. Par exemple, la *figure 4* montre que la réduction de la proportion d'herbe pâturée dans les rations a été plus précoce et rapide en 2018 qu'en 2019 où la proportion d'herbe conservée utilisée en hiver a été plus faible qu'en 2018. La sécheresse de l'été 2018 a vraisemblablement réduit la disponibilité en herbe dans la deuxième partie de la saison de pâturage (à partir du mois d'août), mais elle n'a pas eu d'effet sur les stocks fourragers à base d'herbe. À l'inverse, la sécheresse de l'été 2019 semble avoir eu un effet plus limité sur la disponibilité en herbe au pâturage (sauf sur une courte durée fin août-début septembre) mais elle semble avoir limité la constitution des stocks fourragers compte tenu de la réduction de la proportion d'herbe totale et d'herbe conservée observée dans les rations de l'hiver suivant. Cet exemple montre que les indicateurs d'authentification basés sur la spectroscopie IR peuvent avoir un intérêt aussi pour évaluer des situations exceptionnelles qui pourraient servir de base pour des demandes de dérogations aux CDC.

#### Conclusion

Les techniques de spectrométrie IR sur les produits laitiers peuvent être des outils intéressants et peu coûteux pour authentifier de l'alimentation des vaches et pour prédire des indicateurs de la composition de la ration. Les erreurs résiduelles, de l'ordre de 10 à 15 % restent élevées mais elles semblent être du même ordre de grandeur que

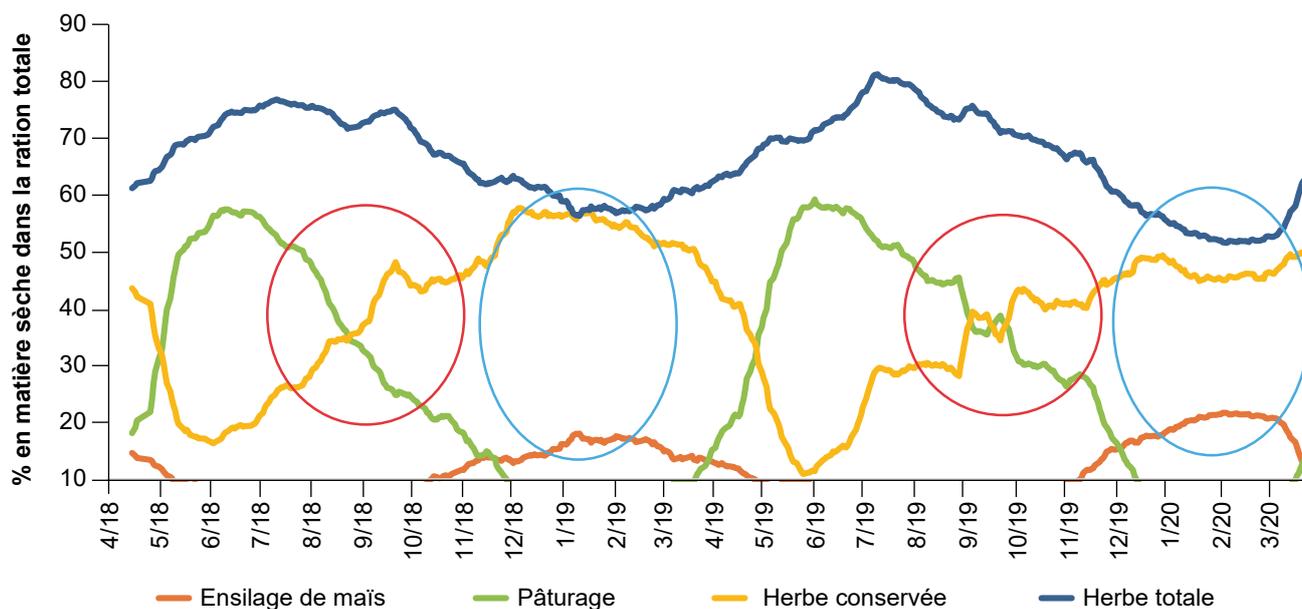
**Figure 3.** Relations entre les valeurs mesurées et prédites de la proportion de différents fourrages dans la ration en % de la MS.



Les modèles de prédiction sont issus de la consolidation avec 2 années de données des modèles établis à partir du spectre MIR du lait de tank par Coppa *et al.* (2021).

MS : matière sèche ; SEP : erreur standard de prédiction ;  $R^2V$  : coefficient de détermination en validation.

**Figure 4.** Évolution moyenne de la composition en fourrages de la ration prédite par les spectres MIR des laits de tank dans plus de 1 000 fermes du département du Cantal entre avril 2018 et mars 2020.



Cercles rouges : réduction de la proportion d'herbe pâturée dans la ration au cours de la première année par rapport à l'année suivante vraisemblablement due à une sécheresse estivale ; cercles bleus : réduction du pourcentage des fourrages herbagers conservés dans la ration des vaches au cours du deuxième hiver, vraisemblablement due à la sécheresse estivale de la première année.

les erreurs des données de référence qui sont obtenues par des enquêtes en fermes. À l'avenir, une amélioration des modèles pourrait être envisagée grâce à l'inclusion de bases de données comprenant un grand nombre de laits de mélange issus des fermes commerciales provenant de contextes géographiques et de systèmes d'alimentation variés. Une amélioration de la précision des données d'enquête pourrait également augmenter les performances des modèles. Ces données pourront

permettre de renforcer la généralité et la robustesse des modèles.

De tels modèles peuvent fournir aux producteurs des indicateurs de la composition de la ration des vaches, devenant ainsi un nouvel outil potentiel pour l'élevage de précision. Ces modèles sont également en mesure de renforcer la fiabilité des engagements pris auprès des consommateurs par l'intermédiaire des CDC et ils peuvent permettre de souligner la spécificité des produits issus de

certaines filières (lait essentiellement produit à partir d'herbe fraîche par exemple). En outre, ces modèles seront particulièrement utiles pour les organismes en charge de la vérification du respect des CDC dans la mesure où ils leur permettront de mieux cibler leurs contrôles internes. Cependant, une utilisation prudente des indicateurs, prenant en compte l'ensemble des résultats annuels de la classification d'une ferme, est nécessaire pour interpréter correctement les résultats de la classification.

## Références

- 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 Chem.*, 141, 209-214. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.02.086>
- Auerswald K., Schäufele R., Bellof G., 2015. Routing of fatty acids from fresh grass to milk restricts the validation of feeding information obtained by measuring  $^{13}C$  in milk. *J. Agric. Food Chem.*, 63, 10500-10507. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.5b03646>
- Bergamaschi M., Cipolat-Gotet C., Cecchinato A., Schiavon S., Bittante G., 2020. Chemometric authentication of farming systems of origin of food (milk and ripened cheese) using infrared spectra, fatty acid profiles, flavor fingerprints, and sensory descriptions. *Food Chem.*, 305, 125480. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125480>
- Bonfatti V., Di Martino G., Carnier P., 2011. Effectiveness of mid-infrared spectroscopy for the prediction of detailed protein composition and contents of protein genetic variants of individual milk of Simmental cows. *J. Dairy Sci.*, 94, 5776-5785. <https://doi.org/10.3168/jds.2011-4401>
- Boubellouta T., Karoui R., Lebecque A., Dufour E., 2010. Utilisation of attenuated total reflectance MIR and front-face fluorescence spectroscopies for the identification of Saint-Nectaire cheeses varying by manufacturing conditions. *Eur. Food Res. Technol.*, 231, 873-882. <https://doi.org/10.1007/s00217-010-1336-1>
- Cabiddu A., Delgadillo-Puga C., Decandia M., Molle G., 2019. Extensive ruminant production systems and milk quality with emphasis on unsaturated fatty acids, volatile compounds, antioxidant protection degree and phenol content. *Animals*, 9, 771. <https://doi.org/10.3390/ani9100771>
- Capuano E., Rademaker J., van den Bijgaart H., van Ruth S.M., 2014. Verification of fresh grass feeding, pasture grazing and organic farming by FTIR spectroscopy analysis of bovine milk. *Food Res. Int.*, 60, 59-65. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.12.024>
- Coppa M., Ferlay A., Leroux C., Jestin M., Chilliard Y., Martin B., Andueza D., 2010. Prediction of milk fatty acid composition by near infrared reflectance spectroscopy. *Int. Dairy J.*, 20, 182-189. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2009.11.003>
- Coppa M., Farruggia A., Pradel P., Lombardi G., Martin B., 2011. An improved grazed class method to estimate species selection and dry matter intake by cows at pasture. *Ital. J. Anim. Sci.*, 10, 58-65. <https://doi.org/10.4081/ijas.2011.e13>
- Coppa M., Martin B., Agabriel C., Chassaing C., Sibra C., Constant I., Graulet B., Andueza D., 2012. Authentication of cow feeding and geographic origin on milk using visible and near-infrared spectroscopy. *J. Dairy Sci.*, 95, 5544-5551. <https://doi.org/10.3168/jds.2011-5272>
- Coppa M., Farruggia A., Ravaglia P., Pomiès D., Borreani G., Le Morvan A., Ferlay A., 2015. Frequent moving of grazing dairy cows to new paddocks increases the variability of milk fatty acid composition. *Animal*, 9, 604-613. <https://doi.org/10.1017/S1751731114003000>
- Coppa M., Revello-Chion A., Giaccone D., Tabacco E., Borreani G., 2017. Could predicting fatty acid profile by mid-infrared reflectance spectroscopy be used as a method to increase the value added by milk production chains? *J. Dairy Sci.*, 100, 8705-8721. <https://doi.org/10.3168/jds.2016-12382>
- Coppa M., Chassaing C., Sibra C., Cornu A., Verbič J., Golecký J., Engel E., Ratel J., Boudon A., Ferlay A., Martin B., 2019. Forage system is the key driver of mountain milk specificity. *J. Dairy Sci.*, 102, 10483-10499. <https://doi.org/10.3168/jds.2019-16726>
- Coppa M., Martin B., Hulin S., Guillemin J., Gauzentes J.V., Pecou A., Andueza D., 2021. Prediction of indicators of cow diet composition and authentication of feeding specifications of Protected Designation of Origin cheese using mid-infrared spectroscopy on milk. *J. Dairy Sci.*, 104, 112-125. <https://doi.org/10.3168/jds.2020-18468>
- Cozzi G., Ferlito J., Pasini G., Contiero B., Gottardo F., 2009. Application of nearinfrared spectroscopy as an alternative to chemical and color analysis to discriminate the production chains of Asiago d'Alleva cheese. *J. Agricult. Food Chem.*, 57, 11449-11454. <https://doi.org/10.1021/jf9018905>
- De Marchi M., Penasa M., Cecchinato A., Mele M., Secchiari P., Bittante G., 2011. Effectiveness of mid-infrared spectroscopy to predict fatty acid composition of Brown Swiss bovine milk. *Animal*, 5, 1653-1658. <https://doi.org/10.1017/S1751731111000747>
- De Marchi M., Toffanin V., Cassandro M., Penasa M., 2013. Prediction of coagulating and noncoagulating milk samples using mid-infrared spectroscopy. *J. Dairy Sci.*, 96, 4707-4715. <https://doi.org/10.3168/jds.2012-6506>
- De Marchi M., Toffanin V., Cassandro M., Penasa M., 2014. Invited review: Mid-infrared spectroscopy as phenotyping tool for milk traits. *J. Dairy Sci.*, 97, 1171-1186. <https://doi.org/10.3168/jds.2013-6799>
- Dehareng F., Delfosse C., Froidmont E., Soyeurt H., Martin C., Gengler N., Vanlierde A., Dardenne P., 2012. Potential use of milk mid-infrared spectra to predict individual methane emission of dairy cows. *Animal*, 6, 1694-1701. <https://doi.org/10.1017/S1751731112000456>
- El Jabri M., Sanchez M.-P., Trossat P., Laithier C., Wolf V., Grosperin P., Beuvier E., Rolet-Répécaud O., Gavoye S., Gaüzère Y., Belysheva O., Notz E., Boichard D., Delacroix-Buchet A., 2019. Comparison of Bayesian and partial least squares regression methods for mid-infrared prediction of cheese-making properties in Montbéliarde cows. *J. Dairy Sci.*, 102, 6943-6958. <https://doi.org/10.3168/jds.2019-16320>
- 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. *J. Agric. Food Chem.*, 55, 9099-9108. <https://doi.org/10.1021/jf0714620>
- González-Martín I., Hernández-Hierro J.M., Salvador-Esteban J., González-Pérez C., Revilla I., Vivar-Quintana A., 2011. Discrimination of seasonality in cheese by near-infrared technology. *J. Sci. Food Agric.*, 91, 1064-1069. <https://doi.org/10.1002/jsfa.4283>
- Grelet C., Fernández Pierna J.A., Dardenne P., Dehareng F., 2015. Standardization of milk mid-infrared spectra from a European dairy network. *J. Dairy Sci.*, 98, 2150-2160. <https://doi.org/10.3168/jds.2014-8764>

- Grelet C., Dardenne P., Soyeurt H., Fernandez J.A., Vanlierde A., Stevens F., Gengler N., Dehareng F., 2021. Large-scale phenotyping in dairy sector using milk MIR spectra: Key factors affecting the quality of predictions. *Methods* 186, 97-111. <https://doi.org/10.1016/j.ymeth.2020.07.012>
- 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 Sci. Technol.*, 94, 103-123. <https://doi.org/10.1007/s13594-013-0147-0>
- Karoui R., Dufour E., Pillonel L., Picque D., Cattenoz T., Bosset J.O., 2004. Determining the geographic origin of Emmental cheeses produced during winter and summer using a technique based on the concatenation of MIR and fluorescence spectroscopic data. *Eur. Food Res. Technol.*, 219, 184-189. <https://doi.org/10.1007/s00217-004-0936-z>
- Karoui R., Mazerolles G., Bosset J.O., de Baerdemaeker J., Dufour E., 2007. Utilisation of mid-infrared spectroscopy for determination of the geographic origin of Gruyère PDO and L'Etivaz PDO Swiss cheeses. *Food Chem.* 105, 847-854. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.01.051>
- Klaffenböck M., Steinwiddler A., Fasching C., Terler G., Gruber L., Mészáros G., Sölkner J., 2017. The use of mid-infrared spectrometry to estimate the ration composition of lactating dairy cows. *J. Dairy Sci.*, 100, 5411-5421. <https://doi.org/10.3168/jds.2016-12189>
- Lefèvre T., Subirade M., 2000. Interaction of  $\beta$ -lactoglobulin with phospholipids bilayers: a molecular level elucidation as revealed by infrared spectroscopy. *Int. J. Biol. Macromol.* 28, 59-67. [https://doi.org/10.1016/S0141-8130\(00\)00149-5](https://doi.org/10.1016/S0141-8130(00)00149-5)
- Lucas A., Andueza D., Ferlay A., Martin B., 2008a. Prediction of fatty acid composition of fresh and freeze-dried cheeses by visible-near-infrared reflectance spectroscopy. *Int. Dairy J.*, 18, 595-604. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2007.12.001>
- Lucas A., Andueza D., Rock E., Martin B., 2008b. Prediction of dry matter, fat, pH, vitamins, minerals, carotenoids, total antioxidant capacity, and color in fresh and freeze-dried cheeses by visible-near-infrared reflectance spectroscopy. *J. Agric. Food Chem.*, 56, 6801-6808. <https://doi.org/10.1021/jf800615a>
- Martin B., Cornu A., Kondjoyan N., Ferlay A., Verdier-Metz I., Pradel P., Rock E., Chilliard Y., Coulon J.B., Berdagué J.L., 2005. Milk indicators for recognizing the types of forages eaten by dairy cows. In *Indicators of Milk and Beef Quality; EAAP. Discrimination of milk according to the richness of the cow fodder ration in corn silage.* Hocquette J.F., Gigli S. (Eds). Wageningen Academic Publishers: Wageningen, The Netherlands, 112, 127-136.
- Maurice-Van Eijndhoven M.H.T., Soyeurt H., Dehareng F., Calus M.P.L., 2013. Validation of fatty acid predictions in milk using mid-infrared spectroscopy across cattle breeds. *Animal*, 7, 348-354. <https://doi.org/10.1017/S1751731112001218>
- 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. *Anim. Sci. J.*, 87, 233-241. <https://doi.org/10.1111/asj.12422>
- Nozière P., Graulet B., Lucas A., Martin B., Grolier P., Doreau M., 2006. Carotenoids for ruminants: from forages to dairy products. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 131, 418-450. <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2006.06.018>
- Prache S., Martin B., Coppa M., 2020. Review: Authentication of grass-fed meat and dairy products from cattle and sheep. *Animal*, 14, 854-863. <https://doi.org/10.1017/S1751731119002568>
- Renna M., Ferlay A., Lucciana C., Bany D., Graulet B., Wyss U., Ravetto Enri S., Battagliani L.M., Coppa M., 2020. Relative hierarchy of farming practices affecting the fatty acid composition of permanent grasslands and of the derived bulk milk. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 267, 14561. <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2020.114561>
- Rutten M.J.M., Bovenhuis H., Heck J.M.L., van Arendonk J.A.M., 2011. Predicting bovine milk protein composition based on Fourier transform infrared spectra. *J. Dairy Sci.*, 94, 5683-5690. <https://doi.org/10.3168/jds.2011-4520>
- Sanchez M.P., El Jabri M., Minéry S., Wolf V., Beuviel E., Laithier C., Delacroix-Buchet A., Brochard M., Boichard D., 2018. Genetic parameters for cheese-making properties and milk composition predicted from mid-infrared spectra in a large data set of Montbéliarde cows. *J. Dairy Sci.*, 101, 10048-10061. <https://doi.org/10.3168/jds.2018-14878>
- Segato S., Galaverna G., Contiero B., Berzaghi P., Caligiani A., Marsaglia A., Cozzi G., 2017. Identification of lipid biomarkers to discriminate between the different production systems for Asiago PDO cheese. *J. Agric. Food Chem.*, 65, 9887-9892. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b03629>
- Soyeurt H., Bruwier D., Romnee J.M., Gengler N., Bertozzi C., Veselko D., Dardenne P., 2009. Potential estimation of major mineral contents in cow milk using mid-infrared spectrometry. *J. Dairy Sci.*, 92, 2444-2454. <https://doi.org/10.3168/jds.2008-1734>
- Soyeurt H., Dehareng F., Gengler N., McParland S., Wall E., Berry D.P., Coffey M., Dardenne P., 2011. Mid-infrared prediction of bovine milk fatty acids across multiple breeds, production systems, and countries. *J. Dairy Sci.*, 94, 1657-1667. <https://doi.org/10.3168/jds.2010-3408>
- Tiplady K.M., Sherlock R.G., Littlejohn M.D., Pryce J.E., Davis S.R., Garrick D.J., Spelman R.J., Harris B.L., 2019. Strategies for noise reduction and standardization of milk mid-infrared spectra from dairy cattle. *J. Dairy Sci.*, 102, 6357-6372. <https://doi.org/10.3168/jds.2018-16144>
- Toffanin V., Penasa M., McParland S., Berry D.P., Cassandro M., De Marchi M., 2015. Genetic parameters for milk mineral content and acidity predicted by mid-infrared spectroscopy in Holstein-Friesian cows. *Animal*, 9, 775-780. <https://doi.org/10.1017/S1751731114003255>
- Valdivielso I., de Renobales M., Aldai N., Barron L.J.R., 2017. Changes in terpenoid composition of milk and cheese from commercial sheep flocks associated with seasonal feeding regimens throughout lactation. *J. Dairy Sci.*, 100, 96-105. <https://doi.org/10.3168/jds.2016-11761>
- 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. *Int. Dairy J.*, 32, 26-32. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2013.02.014>
- Valenti B., Biondi L., Campidonico L., Bontempo L., Luciano G., Di Paola F., Copani V., 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 Commun. Mass Spectrom.*, 31, 737-744. <https://doi.org/10.1002/rcm.7840>
- Vanlierde A., Soyeurt H., Gengler N., Colinet F. G., Froidmont E., Kreuzer M., Grandl F., Bell M., Lund P., Olijhoek D.W., Eugène M., Martin C., Kuhla B., Dehareng F., 2018. Short communication: Development of an equation for estimating methane emissions of dairy cows from milk Fourier transform mid-infrared spectra by using reference data obtained exclusively from respiration chambers. *J. Dairy Sci.*, 101, 7618-7624. <https://doi.org/10.3168/jds.2018-14472>
- Vicente F., Santiago C., Jiménez-Calderón J.D., Martínez-Fernández A., 2017. Capacity of milk composition to identify the feeding system used to feed dairy cows. *J. Dairy Res.*, 84, 254-263. <https://doi.org/10.1017/S0022029917000383>
- Woodcock T., Fagan C.C., O'Donnell C.P., Downey G., 2008. Application of near and mid-infrared spectroscopy to determine cheese quality and authenticity. *Food Bioproc. Tech.* 1, 117-119. <https://doi.org/10.1007/s11947-007-0033-y>

## Résumé

L'authentification des pratiques d'élevage par des analyses rapides du lait et/ou du fromage est une préoccupation de nombreuses filières laitières depuis plusieurs années. Les techniques de spectroscopie dans le visible (VIS) et l'infrarouge (IR) ont été proposées comme outils d'authentification prometteurs en raison de leur rapidité et de leur faible coût qui permettent une application en routine. L'objectif de cette synthèse est de faire un point sur les connaissances concernant l'authentification de l'alimentation des vaches laitières en utilisant la spectroscopie (dans le VIS, le proche IR (SPIR) et le moyen IR (MIR)) sur le lait et le fromage. La spectroscopie IR permet de discriminer des laits ou des fromages issus de régimes contrastés avec une précision fréquemment supérieure à 90 %. Appliquée au lait, la SPIR seule présente des précisions légèrement inférieures à celles de la MIR lorsqu'elle ne tient pas compte du spectre VIS. La précision de la spectroscopie IR est largement réduite lorsqu'elle est utilisée pour discriminer des rations peu contrastées. Pour faire face à cette limite, des avancées récentes proposent d'utiliser la MIR sur le lait pour prédire des indicateurs de la proportion des différents aliments dans la ration des vaches. Des résultats prometteurs ont été obtenus, notamment pour prédire la proportion d'herbe pâturée dans la ration. Un exemple d'utilisation de la MIR pour authentifier, à l'échelle d'un territoire, la composition de la ration des troupeaux laitiers est fourni et les atouts et les faiblesses de cette application sont analysés.

## Abstract

### **Authentication of cow diet by visible and infrared spectroscopy on dairy products**

*The authentication of farming practices by rapid analytical methods of milk and/or cheese has been a concern of dairy sectors since decades. Infrared spectroscopy (IR) techniques have been proposed as a strategic authentication tool due to their rapidity and low cost, which allow routine application. The objective of this review is therefore to give an overview of the researches on the authentication of the feeding practices of dairy cows using the spectroscopy (visible, near (NIR) and mid IR (MIR)) on milk and cheese. The IR techniques have been shown to be able to discriminate between milk or cheese from contrasting diets with a precision frequently higher than 90 %. The NIR alone has slightly lower accuracies than MIR, but VIS + NIR give performance similar to MIR. All the IR techniques significantly reduce their accuracy when trying to discriminate milk from less contrasted diets. To overcome this limit, recent advances that propose the use of MIR spectroscopy on milk to predict indicators of the proportion of different feeds in the diet of cows, have shown promising results, especially for the prediction of pasture feeding. An example of application at the scale of a territory of IR models giving indicators of dairy herd diet compositing is provided. Its strengths and limits for routine application are also analyzed.*

COPPA M., MARTIN B., HULIN S., GERBER P., GUILLEMIN J., GAUZENTES J.-V., PECOU A., FAZAELI F., ANDUEZA D., 2021. Authentification de la composition de la ration des vaches laitières par une analyse en spectroscopie visible et infrarouge sur le lait et le fromage. INRAE Prod. Anim., 34, 127-138.

<https://doi.org/10.20870/productions-animales.2021.34.2.4837>



Cet article est publié sous la licence Creative Commons (CC BY 4.0).

<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.fr>

La citation comme l'utilisation de tout ou partie du contenu de cet article doit obligatoirement mentionner les auteurs, l'année de publication, le titre, le nom de la revue, le volume, les pages et le DOI en respectant les informations figurant ci-dessus.