A propos de la teneur des laits individuels et de mélange en matières minérales et urée

par

H. MAHIEU*, F. M. LUQUET** et L. MOUILLET**

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION

ECHANTILLONS ET MÉTHODES

Les échantillonnages

Les méthodes de dosage

RÉSULTATS ET COMMENTAIRES

Nitrites - Nitrates

Urée

Éléments plastiques : Calcium
Phosphore
Sodium
Magnésium

Oligoéléments : Fer
Cuivre
Manganèse
Zinc

Éléments de pollution : Arsenic
Cadmium
Mercure
Plomb
Fluor

Récapitulatif par région

OLIGOÉLÉMENTS ET NUTRITION

Résumé bibliographique

Résultats d'enquête

CONCLUSION

BIBLIOGRAPHIE

Travail effectué dans le cadre des études et enquêtes financées par l'I.T.E.B.
(période 1973 - 1974 - 1975).

* I.T.E.B., 149, rue de Bercy - 75579 Paris cedex 12.

** Labcodral, 13, rue de l'Université - 59509 Douai.

INTRODUCTION

La teneur du lait en minéraux a fait l'objet de très nombreux travaux. Les résultats obtenus étaient fort différents étant donné la complexité et le peu de similitude des méthodes employées. Depuis la découverte de la spectrophotométrie d'absorption atomique et de ses applications à l'analyse chimique par Walm, les résultats obtenus sont assez concordants. Guéguen de l'I.N.R.A. en 1971 a effectué un important travail bibliographique, et ce sont les résultats de ses compilations qui nous ont servi de références.

Si la teneur du lait en minéraux semble maintenant bien connue, on constate que l'on n'est pas à l'abri de nombreux facteurs de variations (Mouillet-Luquet, Casalis) qui peuvent amener des difficultés dans les processus technologiques utilisés en industrie laitière.

Ainsi, une étude effectuée par Roux, Luquet, Casalis en 1973 a permis de constater qu'il y avait entre les laits alimentant le même jour deux usines laitières, situées l'une dans le nord et l'autre dans le sud-ouest de la France, des différences notables particulièrement en ce qui concerne les taux de potassium, de calcium et de phosphore.

Ceci pourrait constituer une réponse aux différences importantes, constatées dans ces deux usines dans les processus d'acidification du lait et dans la texture du caillé de fromagerie ; différences ne pouvant être attribuées ni aux techniques de fabrication, ni aux souches de ferments lactiques, qui sont les mêmes dans les deux usines.

Il a été constaté que de plus en plus de laits étaient instables aux traitements thermiques utilisés lors de la fabrication de laits stérilisés par les procédés classiques ou le procédé U.H.T. Cette instabilité peut être immédiate, se caractérisant par une floculation dans les circuits ; on l'évite par un tri systématique des laits arrivant au quai avec de l'alcool à 72°-75° Gay-Lussac. Cette instabilité peut aussi se produire à court ou à long terme : des laits négatifs au test à l'alcool, se gélifient ou forment après un certain temps un précipité important.

Des études*** en cours montrent que cette instabilité serait due à l'utilisation de laits réfrigérés pouvant présenter un certain nombre d'anomalies.

- déséquilibre entre les germes psychrotrophes et la flore banale (rapport limite),
- activité enzymatique particulière de la flore,
- activation de l'action enzymatique de cette flore,

*** Etudes en cours, résultats non publiés (Luquet, Mouillet, Boudier).

- seuil limite des rapports entre anions et cations,
- rapport entre certains éléments métalliques.

Il a aussi été constaté dans les grandes exploitations gérées de façon rationnelle et où l'alimentation est contrôlée, un déséquilibre dans la composition des laits et une difficulté dans la fécondation des vaches.

Devant les nombreux problèmes qui nous ont été posés et simultanément à ces derniers travaux, il nous a semblé intéressant de faire une étude de la teneur des laits français en matières minérales et en urée sur des laits de producteur en 1973 et sur des laits de grand mélange en 1974-1975. Etude que nous avons rapprochée d'une situation actuelle de la bibliographie et d'un résumé des journées scientifiques du C.N.E.R.N.A. sur les oligoéléments et la nutrition, tenues à Paris du 15 au 18 mars 1971.

PREMIÈRE PARTIE

ECHANTILLONS ET METHODES

- I. LES ECHANTILLONNAGES.
- II. LES METHODES DE DOSAGE.

*
**

I. LES ÉCHANTILLONNAGES

- 1.1. Constitution des réseaux.
- 1.2. Echantillonnage au niveau de la production ; 1973.
- 1.3. Echantillonnage au niveau de l'usine (laits de grand mélange) ; 1974-1975.
- 1.4. Enquête sur l'utilisation des pesticides dans les exploitations agricoles laitières.

II. LES MÉTHODES DE DOSAGE

- 2.1. Dosage des Nitrates, des Nitrites et de l'Urée à l'aide du Technicon « Auto-Analyser ».
- 2.2. Dosage du Fluor par l'électrode spécifique.
- 2.3. Dosage de l'Arsenic par la méthode de Cribier.
- 2.4. Dosage du Fer :
 - par la méthode à la phénanthroline - 1,10,
 - par spectrophotométrie d'absorption atomique.

- 2.5. Dosage du Mercure par la méthode à la diβ-naphtylthiocarbazone.
- 2.6. Dosage du Cadmium, du Manganèse, du Zinc et du Cuivre par spectrophotométrie d'absorption atomique.
- 2.7. Dosage du Plomb par polarographie.
- 2.8. Dosage du Calcium, du Magnésium et du Sodium par spectrophotométrie d'absorption atomique.
- 2.9. Dosage du Phosphore par colorimétrie.

I. Les échantillonnages

L'Institut Technique de l'Élevage Bovin a organisé depuis 1970 un réseau de correspondants (150 producteurs et 70 usines) afin de pouvoir mener à bien sur le terrain les études et enquêtes concernant les différents problèmes qui lui sont posés.

C'est à ces réseaux que l'I.T.E.B. s'est adressé pour l'étude de la composition minérale des laits :

- au niveau de la production, en 1973,
- sur des laits de grand mélange, en 1974-1975.

1.1. Constitution des réseaux

Le découpage de la France en neuf régions tient compte à la fois de critères géographiques et de la répartition des races bovines (tab. 1 et fig. 1).

1.1.1. La région Centre-Est est axée sur la Vallée du Rhône et comprend essentiellement les régions de montagnes de l'Est de la France : Alpes, Jura et bordure Est du Massif Central. Elle recouvre la Région Rhône-Alpes et les départements du Jura et de la Saône-et-Loire. La race laitière dominante est la Pie-Rouge de l'Est.

1.1.2. La Région Est regroupe les régions à vocation plutôt herbagère de l'Est de la France ; elle comprend les régions Alsace, Lorraine, Franche-Comté (excepté le Jura) et les départements de Haute-Marne, de l'Aube, de l'Yonne et de la Côte-d'Or. Deux races laitières y dominent la FFPN au Nord et la Pie-Rouge de l'Est au Sud.

1.1.3. La Région Nord-Est englobe les zones où dominent les grandes cultures industrielles et en particulier la culture de la betterave : elle comprend les régions Nord, Picardie, Ile-de-France et les départements de la Marne et des Ardennes. On y trouve presque essentiellement des vaches laitières de la Race FFPN.

TABLEAU 1. — Les races bovines en France

Effectif des femelles de souche* en milliers de têtes au 1^{er} janvier 1973 (S.C.E.E.S.)

Régions	Races F.F.P.N.	Nor- mande	Pie-Rouge de l'Est	Brune des Alpes	Maine- Anjou	Charo- laise	Limou- sine	Divers	Totaux
Centre-Est	170	8	721	—	—	299	—	61 Tarine	1 259
Est	983	35	702	39	—	81	—	—	1 840
Nord-Est	1 486	43	—	—	—	44	—	69 Flamande	1 642
Normandie	253	1 816	—	—	—	9	—	—	2 078
Bretagne	722	1 086	—	—	2	—	—	51 Bretonne 71 Armoricaïne	1 932
Ouest	702	1 076	—	—	236	230	7	22 Parthenaise	2 273
Sud-Ouest	982	167	—	65	1	6	98	28 Salers 158 Blonde d'Aquitaine 32 Gasconne	1 537
Centre - Massif Central	284	81	160	71	—	739	365	223 Salers 98 Aubrac	2 021
Sud	—	—	28	37	—	—	—	16 Gasconne 6 Tarine	87
France	5 582	4 312	1 611	212	239	1 408	470	835	14 669

* Femelles de souche : vaches laitières + vaches nourrices + génisses.

fig. 1

Répartition de l'échantillonnage

1.1.4. La Région Normandie regroupe l'ensemble des départements Hauts et Bas-Normands ; elle se caractérise par la prédominance de la Race Normande.

1.1.5. La Région Bretagne comprend les quatre départements bretons ; deux races sont en présence : la FFPN et la Normande.

1.1.6. La Région Ouest est axée sur la Vallée de la Loire ; elle comprend la Région des Pays de la Loire, le Poitou et le Nord de la Région Centre. Si la répartition entre les Races FFPN et Normandes est la même, on y trouve aussi de nombreuses vaches de Races Maine-Anjou et Charolaise.

1.1.7. La Région Sud-Ouest est axée sur la Vallée de la Garonne, le Bassin Aquitain et les plateaux Ouest du Massif Central ; elle englobe les Charentes, la Région Aquitaine et la Région Midi-Pyrénées, excepté l'Ariège et l'Aveyron. Une race domine : la FFPN.

1.1.8. La Région Centre-Massif Central (Centre-M.C.) comprend les régions Limousines et Auvergnates ainsi que les départements de l'Indre, du Cher, de la Nièvre, de la Lozère et de l'Aveyron. Les troupeaux de femelles nourrices y sont importants ; bien que les races à viande y dominent ; on y trouve cependant de nombreuses races laitières.

1.1.9. La Région Sud regroupe l'ensemble des départements du Sud Méditerranéen : Régions Provence-Côte-d'Azur, Corse et Languedoc où les effectifs en femelles de souche sont négligeables. Cette région a d'emblée été exclue.

1.2. *Echantillonnage au niveau de la production*

En 1973, il a été demandé aux laiteries faisant alors partie du réseau de nous introduire auprès d'un certain nombre de leurs producteurs. Des études importantes ont été, cette année-là, montées en Normandie et en Bretagne, ces deux régions ont été exclues de cette première enquête.

Avant ou lors du premier prélèvement, le responsable de l'étude est passé chez chaque producteur afin de procéder à une enquête concernant principalement :

- les caractéristiques de l'exploitation,
- les caractéristiques de l'élevage,
- l'alimentation des vaches laitières,
- les amendements utilisés.

Ces fiches « producteurs » ont servi, par la suite, à vérifier les relations entre la pollution et l'alimentation, en liaison avec le laboratoire de l'I.N.R.A. au C.N.R.A. à Versailles (MM. Viel et Hascoët) — cf. paragraphe 4 : enquête sur l'utilisation des pesticides dans les exploitations agricoles laitières —.

L'étude a été réalisée dans six régions, chez une centaine de producteurs choisis dans les tournées, d'une vingtaine de laiteries (tab. 2).

Chez chaque producteur, un prélèvement de 500 ml de lait a été effectué dans un flacon en verre bouché émeri. Les échantillons, additionnés de bichromate de potassium (1 g/l) étaient envoyés au Laboratoire d'Industrie Laitière de Douai avec l'indication du litrage livré le jour dit.

Une seule série d'analyses a été effectuée à propos des minéraux (septembre 1973), tandis que trois l'étaient pour les Nitrites-Nitrates et l'urée : février 1973, septembre 1973 et février 1974.

L'échantillon correspond généralement à celui indiqué dans le tableau 2. Cependant pour certains éléments et en particulier pour Les Nitrites, les Nitrates et l'urée, il est un peu différent ; les modifications seront indiquées dans des tableaux correspondants.

TABLEAU 2. — Echantillonnage septembre 1973

		Nombre de producteurs	Nombre de litres
Centre-Est	{ Isère	13	10 050
	{ Loire - Rhône	6	4 585
	{ Jura	6	5 890
Est	{ Haute-Marne - Haute-Saône	15	15 550
	{ Yonne	5	5 875
Nord-Est	{ Marne	9	10 205
	{ Région Nord	14	9 880
Ouest	Mayenne - Sarthe	8	7 285
Sud-Ouest	{ Charentes	12	11 985
	{ Aquitaine		
	{ Midi - Pyrénées	11	8 935
		99	90 190

1.3. Echantillonnage au niveau de l'usine : 1974-1975 (laits de grand mélange).

En 1974, il a été demandé aux usines ayant participé depuis l'année 1970 aux enquêtes sur les résidus de pesticides organochlorés, de collaborer à ces nouvelles études. Soixante-cinq usines ou centres de ramassage ont répondu positivement.

La représentativité de l'échantillon par rapport à la collecte, fut variable selon les zones, les prélèvements et les analyses. La somme des laits ramassés par les différentes usines participant à l'enquête représente environ 4 p. 1000 d'une collecte nationale journalière moyenne (tab. 3).

Dans chaque usine, chaque prélèvement était effectué sur un lait de grand mélange, c'est-à-dire correspondant à l'ensemble des laits arrivant normalement à la laiterie considérée.

Cinq prélèvements ont été effectués : février, juin et octobre 1974 ; février et juin 1975 ; excepté ceux, correspondant à l'urée, qui ont été mensuels en 1974. Ils se sont déroulés pour l'ensemble des usines, simultanément à date fixe : le 9 de chaque mois.

A chaque prélèvement, deux flacons en matière plastique de 250 ml étaient remplis. Le conservateur utilisé était pour l'un le

TABLEAU 3. — Echantillonnage 1973-1974

Régions	Nombre de départements	Nombre d'usines	Représentativité de l'échantillon en p. 1000 de la collecte
Centre-Est	10	11	6,5
Est	13	10	3,1
Nord-Est	10	9	2,8
Normandie	5	7	4,0
Bretagne	4	5	4,0
Ouest	11	10	5,0
Sud-Ouest	13	7	4,5
Centre - Massif Central	12	6	1,3
Sud	12	0	0
France	90	65	4,0

bichromate de potassium (1 g/l) et pour l'autre le formol à 35 p. 100 (10 gouttes). Les échantillons sitôt constitués étaient mis au congélateur jusqu'au moment de l'expédition au laboratoire. Sur la fiche accompagnatrice étaient transcrits :

- le volume de lait correspondant à l'échantillon,
- un code propre à l'échantillon, au prélèvement et à la laiterie.

Au cas où des analyses simultanées étaient effectuées par les laiteries, il était demandé que les résultats soient transmis au responsable de l'étude.

II. Les méthodes de dosage

2.1. Dosage des Nitrates, des Nitrites et de l'urée à l'aide du Technicon « Auto-Analyser »

2.1.1. Dosage des Nitrates

La réduction des Nitrates en ammoniac étant lente, il est théoriquement probable que l'ion nitrite est un produit intermédiaire présent dans le premier stade du processus de réduction. Le test inventé par Griess et amélioré par Ilosvay est extrêmement sensible et libre de toute interférence. Le processus de réduction peut être contrôlé (stœchiométriquement) par une quantité connue d'ion nitrite.

ENQUETE SUR L'UTILISATION DES PESTICIDES DANS LES EXPLOITATIONS AGRICOLES LAITIÈRES

Usine de :

Nom de l'enquêteur :

Région laitière :

I. CARACTÉRISTIQUES DE L'EXPLOITATION

Nom de l'exploitant :

Adresse :

Commune :

Département :

Situation géographique :

— Altitude :

— Pluviométrie :

— Vents dominants :

Ferme (1)

[Isolée]

[Dans village]

Distance du village :

Egout (1) [oui] [non]

Eau courante (1) [oui] [non]

Eau chaude dans locaux d'élevage (1) [oui] [non]

Exploitation de (1) [Polyculture] [Elevage]

Rotation suivie :

Surface totale :

Cultures utilisées pour l'alimentation des animaux			Autres cultures		
	Surf.	%		Surf.	%
Pâtures Légumineuses Graminées Légumes + graminées Maïs Choux - Colza Betteraves fourragères Divers			Céréales { blé orge Maïs Plantes sarclées Cult. maraichères et lég. Cult. fruitières et vigne Divers		

(1) Entourer la réponse.

II. CARACTÉRISTIQUES DE L'ÉLEVAGE

Nombre de vaches :

Race :

Age des animaux exploités :

Lactation	Nombre de vaches	Production
Première		
Deuxième		

Traite (1)

Période mise à l'herbe	Période hivernale
Herbage ☐	Salle de traite ☐
Salle de traite ☐	Etable ☐
Etable ☐	

Mise à l'herbe du

au

Transhumance lors de la traite :

*Bâtiments d'élevage (1)*Stabulation libre ☐

Superficie :

Stabulation entravée ☐Etable ☐

Orientation :

Présence d'un grenier rangement

Oui ☐

Au-dessus des animaux

Non ☐

Nature des matériaux de construction :

— mur :

— charpente :

Y a-t-il eu traitement ?

Oui ☐Non ☐

Si oui, avec quoi ? (si possible) :

Particularité :

Traitement de conservation du bois :

Mode d'abreuvement (origine de l'eau) :

— stabulation :

— étable :

— au champ :

(1) Mettre une croix dans la case correspondante.

Dans les rubriques suivantes : *récupérer le maximum d'étiquettes.*

Mode de stockage des pesticides

	Local fermé	Local non fermé
Local séparé		
Local à usage multiple		

IV. TRAITEMENT DE CULTURES

Les engrais utilisés comprennent-ils dans leur composition des pesticides ?

Oui ☐

Non ☐

Ignore ☐

Amendements pratiqués sur l'exploitation

Culture traitée	Nom de spécialité (N-P-K)	Nom du fabricant	Dose utilisée à l'ha (en produit commercial)

Dans le *traitement des semences*, indiquer si le traitement est effectué :

à la ferme

☐

Sur :

par l'organisme distributeur

☐

Sur :

Dans ce cas :

Nom :

Adresse :

Remarques générales sur le traitement des cultures :

(1) Mettre une croix dans la case correspondante.

TRAITEMENTS DES CULTURES

• *Traitements insecticides*

Pour chaque culture, il a été effectué (1) $\left\{ \begin{array}{l} \square \text{ Traitement du sol} \\ \square \text{ Traitement des semences} \\ \square \text{ Traitement en végétation} \end{array} \right.$

Culture traitée	Spécialité et composition	Fabricant	Dose à l'ha	Mode d'épandage	Date du traitement
.....					

Remarque : Dans les cultures traitées, nous devons tenir compte des :

- Prairies permanentes et temporaires
- Cultures du maïs
- Céréales : blé, orge, avoine
- Plantes sarclées ; betteraves
- Autres cultures : choux, colza
- Cultures maraichères
- Cultures fruitières

• *Traitements herbicides*

Culture traitée	Spécialité et composition	Fabricant	Dose à l'ha	Mode d'épandage	Date du traitement
.....					

V. TRAITEMENT SANITAIRE DES ANIMAUX

1) *Traitements antiparasitaires*

	Spécialité et composition	Fabricant	Mode d'application	Nombre et dates des traitements
Parasites externes				
Parasites internes				

2) *Autres traitements*

	Spécialité et composition	Fabricant	Mode d'application	Nombre et dates des traitements

Les traitements sont-ils obligatoires [oui] [non] (1)

Produits conseillés par le vétérinaire [oui] [non]

Produits vendus par le vétérinaire [oui] [non]

Si non, par qui ?

3) *Les litières et aires de couchage sont-elles l'objet d'un traitement* (1)

[oui] [non]

Si oui, lequel ?

— spécialité :

— fabricant :

— dose :

VI. TRAITEMENT DES BATIMENTS

Bâtiment traite :

Salle de traite

☐

Laiterie

☐

Etable

☐

Stockage des aliments

☐

Traitement effectué :

Blanchiment

☐

Désinfection

☐

Désinsectisation

☐

Qui ?

Exploitant

☐

Entreprise

☐

Dans ce dernier cas :

Nom :

Adresse :

Quand ?

Nombre de traitements dans l'année :

Date du dernier traitement :

Date du prochain traitement

(1) Entourer la réponse.

(1) Mettre une croix pour la réponse.

Comment ?

- Spécialité :
- Mode d'application :
- Où sont les vaches durant le traitement : dedans ☐
dehors ☐
- Lieu et temps écoulé entre le traitement et la traite qui suit :
- Local traite : dans son ensemble ☐
partiellement ☐

Dans ce dernier cas, quelles parties ?

- Les parties directement en contact avec les animaux (auges, mangeoires, abreuvoirs...) sont-elles protégées et nettoyées avant la rentrée des vaches ?

Utilisez-vous d'autres moyens de protection contre les mouches

oui ☐ non ☐

Si oui, lesquels ?

où ?

quand ?

comment ?

Remarques du producteur sur les produits de traitement en général :

Une quantité connue d'échantillon est aspirée dans une coupelle ; deux blancs d'eau distillée sont intercalés entre chaque échantillon.

La solution renfermant l'échantillon est pompée et passe au travers de deux unités de dialyse montées en séries dans un bain-marie thermostaté, puis au travers d'une colonne réductrice chargée en granules de zinc, d'une section de 12 Inch. La réduction des Nitrates en Nitrites s'effectue dans un rapport constant.

Après réduction, l'échantillon est repris et mélangé au réactif de Griess. Un développement partiel de coloration s'effectue dans une « bobine d'attente », puis une solution tampon est ajoutée au mélange avant que l'échantillon parvienne au bain-marie (90° C) où se poursuit le développement de la coloration.

Un colorimètre relié à un enregistreur mesure la densité optique du flux analytique à la longueur d'onde de 520 nm, dans une cuve à flux continu de 10 mm.

Le calcul de la concentration s'effectue par référence à une courbe standard ; celle-ci établit la relation entre la réponse enregistrée et la concentration en azote de l'ion NO_3^- .

La cadence d'analyses est de l'ordre de 60/h.

2.1.2. Dosage des Nitrites

Le principe du dosage colorimétrique reste le même, seules quelques modifications sont apportées à l'appareil et au mode opératoire :

Ainsi entre chaque échantillon ou chaque solution standard, un seul passage d'eau distillée est nécessaire. Comme précédemment une courbe standard est utilisée pour le calcul des concentrations en NO_2^- .

2.1.3. Dosage de l'Urée

Il y a formation d'un produit coloré lorsque l'urée, en milieu relativement peu acide réagit sur la diacétyl-monoxime. La présence de thio-semicarbazide et d'ions ferriques, intensifie la réaction à 90°C , lors du développement de la coloration. On mesure la densité optique du flux analytique à 520 nm dans une cuve à flux continu de 15 mm.

2.2. Dosage du Fluor

2.2.1. Minéralisation

Dans un creuset de nickel ou d'acier inoxydable de 100 ml, on place successivement et en agitant après chaque addition :

- 50 ml de lait,
- 4 ml de solution aqueuse d'acétate de magnésium à 10 p. 100,
- 2 ml de solution aqueuse de carbonate de sodium à 10 p. 100.

On évapore avec précaution au bain de sable jusqu'à début de calcination que l'on parachève par un séjour de 2 h entre 500°C - 550°C au four à moufle. On transvase le résidu de la calcination dans un mortier en verre, en rinçant à deux reprises le creuset avec 2 ml d'eau distillée. On broie le mélange pour faire passer les fluorures en solution et on triture avec 2 ml de solution de perchlorate d'argent à 50 p. 100 en volume pour précipiter les ions interférents (chlorures et phosphates). On centrifuge et on recueille le surnageant limpide.

2.2.2. Isolement de l'ion fluorure par diffusion

On utilise des boîtes de Petri en polystyrène de 9 cm de diamètre et de 1,7 cm de hauteur, dont le couvercle est enduit, à l'aide d'un agitateur à bout aplati, de 0,2 ml de soude alcoolique 0,5 N, puis séché à l'étuve à 60°C ou dans un exsiccateur pourvu de chlorure de calcium sec. Dans le fond de la boîte, on place, d'un côté, une partie aliquote du surnageant, et, de l'autre, 4 ml d'acide perchlorique concentré. Après avoir recouvert la boîte de son couvercle, on mélange avec précaution et on maintient à l'étuve à 60°C pendant 16 h, pour assurer la diffusion totale de l'acide fluorhydrique qui, libéré par l'acide perchlorique, sera fixé par la soude déposée sur le couvercle.

2.2.3. Dosage à l'électrode spécifique

Dans le couvercle ayant retenu l'acide fluorhydrique, on place 5 ml d'eau distillée et 5 ml de tampon Tisab. On transvase le mélange dans un Becher en polypropylène et on effectue la déter-

mination à l'aide d'une électrode spécifique de l'ion fluorure et d'un pHmètre digital Orion permettant d'apprécier le 1/10 de millivolt.

Pour chaque série de dosages, il est recommandé de vérifier la pente de la courbe d'étalonnage obtenue à partir de solutions titrées de fluorure de sodium 10^{-1} à 10^{-6} M.

Cette méthode permet d'apprécier dans le lait les concentrations supérieures à 5 $\mu\text{g/l}$.

2.3. Dosage de l'Arsenic

2.3.1. Minéralisation par la méthode sulfo-nitrique de Deniges

Dans une fiole de Kjeldhal, on introduit 50 ml de lait, 5 ml d'acide sulfurique concentré pur pour toxicologie (exempt d'arsenic), et 20 à 30 ml d'acide nitrique pour analyse redistillé dans un appareil en verre Pyrex. On porte à douce ébullition sous la hotte ; il se dégage d'abondantes vapeurs rousses et l'on poursuit le chauffage jusqu'à noircissement du mélange. On ajoute alors goutte-à-goutte et en maintenant l'ébullition de l'acide nitrique pur redistillé ; peu à peu, la liqueur se décolore, et l'on arrête l'affusion d'acide nitrique lorsqu'elle est complètement décolorée. On laisse refroidir et on élimine ensuite les produits nitrés en ajoutant au résidu 50 ml d'eau et quelques décigrammes d'urée. On concentre alors jusqu'à l'apparition de fumées blanches et on transvase la liqueur de minéralisation

schéma 1

dans une fiole jaugée de 25 ml en complétant avec l'eau de rinçage de la fiole de Kjeldahl.

2.3.2. Dosage par la méthode de Cribier

L'arsenic est réduit par l'hydrogène naissant en hydrogène arsénié qui réagit avec un papier au chlorure mercurique en donnant une tache brun-jaune de chloromercuriarsine ; celle-ci est comparée, après stabilisation à l'iodure de potassium, à des bandes étalons préparées à partir de solutions titrées d'anhydride arsénieux de concentration croissante.

2.3.2.1. Dans la pratique : on prépare l'appareil de Cribier (schéma 1) en introduisant dans la lumière du tube (partie verticale) un rouleau de papier imprégné d'acétate de plomb pour retenir l'hydrogène sulfuré qui peut se former lors de la réaction ($\text{Zn} + \text{SO}_4\text{H}_2$). Dans la partie horizontale du tube, on place le papier réactif constitué par une bandelette de papier Wathman Impérial imprégnée de chlorure mercurique.

2.3.2.2. Dans le flacon de l'appareil, on introduit 10 ml de la liqueur de minéralisation, on complète au trait de jauge à 75 ml avec de l'acide sulfurique pur dilué à 20 p. 100 et on ajoute 8 g de zinc pur pour toxicologie, activé par contact de 10 mn avec une solution diluée de sulfate de cuivre. On bouche immédiatement avec le tube contenant les papiers réactifs et on laisse la réaction se poursuivre pendant 6 h à l'obscurité en prenant soin de placer l'appareillage dans un bain d'eau froide pour éviter toute élévation de température.

2.3.2.3. Le complexe coloré formé sur la bandelette de papier est stabilisé par immersion de 30 mn dans une solution d'iodure de potassium à 10 p. 100, rinçage à l'eau distillée, puis séchage entre deux feuilles de papier filtre.

2.3.2.4. La détermination des teneurs en arsenic se fait par comparaison avec les taches obtenues à partir de quantités d'arsenic comprises entre 1 et 10 μg . La méthode permet de doser dans le lait les quantités d'arsenic supérieures ou égales à 25 $\mu\text{g/l}$.

2.4. Dosage du Fer

2.4.1. Minéralisation par la méthode sulfonitrique de Deniges (cf. Arsenic)

2.4.2. Dosage.

Nous avons observé au cours de nos essais que la présence de chrome en quantité relativement importante dans certains échantillons de lait faussait considérablement le résultat du dosage du fer par la méthode classique à la phénanthroline-1,10. Ceci nous a amenés à introduire la modification décrite par D.W. Margerum et C.V. Banks dans la technique spectrophotométrique et à confirmer les résultats obtenus par spectrophotométrie d'absorption atomique.

2.4.2.1. Méthode à la phénanthroline-1,10

A 5 ml de liqueur de minéralisation sulfo-nitrique, on ajoute successivement :

- 10 ml de solution de chlorhydrate d'hydroxylamine à 10 p. 100 et après quelques minutes,
- 20 ml de solution de phénanthroline-1,10 à 0,1 p. 100,
- 1 ml de solution de perchlorate de sodium M.

On ajoute le pH très exactement à 2,5 et on extrait avec 10 ml de nitrobenzène. L'extrait est soutiré, séché sur sulfate de sodium sec et la densité optique est mesurée à 515 nm.

On se réfère à une gamme étalon préparée dans les mêmes conditions à partir de quantités de fer allant de 0 à 50 µg.

La limite de détection est de 25 µg/l de lait.

2.4.2.2. Spectrophotométrie d'absorption atomique

5 ml de liqueur de minéralisation sont neutralisés exactement en présence d'hélianthine par de l'ammoniaque à 10 p. 100. On revient en milieu légèrement acide par une goutte d'acide chlorhydrique au 1/10 et on complète à 10 ml. Dans la solution obtenue, on dose le fer à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption atomique Pye Unicam SP 90 A à la longueur d'onde de 248,3 nm en flamme air-acétylène.

Bien que cette méthode se montre moins sensible que la précédente (limite de détection 100 µg/l de lait), nous l'avons toujours utilisée pour confirmer nos résultats en raison de sa plus grande spécificité.

2.5. Dosage du Mercure

Le dosage du Mercure par spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme est une méthode séduisante dans son principe, mais nécessite une préparation d'échantillon extrêmement laborieuse dès qu'elle s'adresse à des milieux complexes chargés en matières organiques, ce qui la rend difficilement compatible avec des dosages en série.

C'est la raison pour laquelle nous avons préféré la méthode de Fabre, Truhaut et Boudene utilisant la formation d'un complexe rouge entre le Mercure et la di β-naphtylthiocarbazone après traitement oxydant de l'échantillon.

2.5.1. Minéralisation

Dans un ballon de 250 ml surmonté d'un réfrigérant à reflux, on place :

- 20 ml de lait,
- 5,2 g de permanganate de potassium en cristaux,

et par l'extrémité supérieure du réfrigérant on introduit 20 ml d'acide sulfurique à 20 p. 100. On maintient le mélange à douce ébullition pendant 15 mn, puis on ajoute au liquide refroidi 4 ml de solution

saturée de chlorhydrate d'hydroxylamine. On porte à nouveau à ébullition pendant 5 mn. Après refroidissement, on rince les parois du réfrigérant avec le minimum d'eau distillée. Le mélange obtenu est traité par 1 g de talc et filtré directement dans le microKjeldahl spécial (muni d'un bouchon rodé) utilisé pour le dosage du Mercure (schéma 2).

schéma 2

2.5.2. Dosage

Le filtrat est additionné de 2 ml de solution d'urée à 10 p. 100 (élimination des produits nitrés), amené par addition de solution d'acétate de sodium à 50 p. 100 à un pH de 1,5 que l'on fixe à l'aide de 3 ml de solution d'acide oxalique à 10 p. 100. Après addition de 2 ml de solution de complexon III (sel disodique de l'acide éthylène diaminotétracétique) à 2,5 g p. 100, on verse par fraction de 0,1 ml une solution chloroformique (verte) à 0,03 g/l de di β -naphtylthiocarbazone, en agitant après chaque addition, et jusqu'à obtention dans la couche chloroformique d'une teinte lilas mauve qui résulte de la superposition des colorations rouge (du complexe mercuriel) et verte (léger excès de réactif).

On note le volume de réactif à la di β -naphtylthiocarbazone utilisé : n ml. D'autre part, dans un second microKjeldahl contenant également :

— 20 ml d'eau bidistillée,

- 5,2 g de permanganate de potassium en cristaux,
- 20 ml d'acide sulfurique à 20 p. 100,
- 4 ml de solution saturée de chlorhydrate d'hydroxylamine,
- solution d'acétate de sodium à 50 p. 100 jusqu'à pH 1,5,
- 3 ml de solution d'acide oxalique à 10 p. 100,
- 2 ml de solution de complexon III à 2,5 p. 100,
- + n ml de réactif à la di β -naphthylthiocarbazone,

on ajoute goutte-à-goutte à l'aide d'une microburette, en agitant après chaque addition, une solution titrée de chlorure mercurique contenant 10 μg de Mercure par ml, jusqu'à obtention de la même coloration lilas de la couche chloroformique : soit $N \text{ ml}$.

La quantité de Mercure contenu dans la prise d'essai est : $N \times 10 \mu\text{g}$.

La limite de sensibilité de cette technique est de 25 $\mu\text{g/l}$ de lait.

2.6. Dosage du Cadmium, du Manganèse, du Zinc et du Cuivre

2.6.1. Minéralisation

Dans un creuset en quartz de 100 ml on mesure 50 ml de lait qu'on évapore lentement au bain de sable. On chauffe avec précaution à la flamme d'un bec Bunsen pour amorcer la calcination en évitant toute perte par projection. On parachève la calcination au four à moufle à 500° C pendant 6 h. Le résidu minéral est humecté au moyen de 1 à 2 ml d'acide nitrique concentré pur redistillé en appareil de verre Pyrex, porté au bain-marie bouillant jusqu'à évaporation complète.

On traite le résidu par 10 ml d'eau bidistillée, pour obtenir après filtration une solution (concentrée cinq fois) contenant les métaux à rechercher à l'état de nitrates.

2.6.2. Dosage

Sur la liqueur de minéralisation éventuellement diluée, on effectue la détermination de ces éléments à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption atomique Perkin Elmer 305, en utilisant les lampes à cathode creuse correspondantes et une flamme air-acétylène, aux longueurs d'onde suivantes, avec les seuils de détection respectifs dans le lait :

Cadmium	228,8 nm	10 $\mu\text{g/l}$
Manganèse	279,5 nm	20 $\mu\text{g/l}$
Zinc	213,9 nm	20 $\mu\text{g/l}$
Cuivre	324,8 nm	20 $\mu\text{g/l}$

2.7. Dosage du Plomb

2.7.1. Minéralisation

Même procédé que lors du dosage du Cadmium, du Manganèse, du Zinc et du Cuivre.

2.7.2. Dosage par Polarographie

La spectrophotométrie d'absorption atomique ne permet pas d'atteindre une sensibilité suffisante pour cet élément dont les effets toxiques à long terme ne sont pas négligeables. C'est pourquoi nous avons préféré recourir à la technique polarographique, en opérant de la façon suivante : dans une microcellule à polarographie, on introduit successivement :

- 3 ml de la liqueur de minéralisation,
- 0,5 ml de solution chlorhydrate d'hydroxylamine à 0,5 p. 100 (réduction Fe^{+3} gênant en Fe^{+2}),
- 1 ml d'acide chlorhydrique à 50 p. 100,
- 0,5 ml de solution de gélatine à 1 p. 100.

Le mélange est soumis à la désoxygénation par un courant d'hydrogène pendant 5 mn et l'on procède ensuite à l'enregistrement du polarogramme à l'aide d'un polarographe Metrohm AGCH 9100, le potentiel de demi-vague se situant à $-0,435$ millivolt.

On mesure la valeur du courant de diffusion par rapport à celui obtenu dans les mêmes conditions à partir d'une solution contenant $10 \mu\text{g/ml}$ de Plomb.

Le seuil de détection dans le lait est de $25 \mu\text{g}$ de Plomb par litre.

2.8. Dosage du Calcium, du Magnésium et du Sodium

2.8.1. Minéralisation

Défécation au moyen d'une solution d'acide trichloracétique : dans une fiole de 100 ml, introduire 5 ml de lait + 40 ml d'eau distillée + 10 ml d'acide trichloracétique à 20 p. 100 ; agiter et mettre au bain-marie bouillant pendant 7 mn (exactement) ; refroidir, compléter à 100 ml avec H_2O , filtrer et diluer au 1/10.

2.8.2. Dosage

Sur la liqueur de minéralisation éventuellement diluée, l'on a effectué la détermination de ces éléments à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption atomique Perkin Elmer 305, en utilisant les lampes à cathode creuse correspondantes en flamme air-acétylène, aux longueurs d'onde suivantes, avec les seuils de détection respectifs dans le lait :

Calcium	422 nm	25 $\mu\text{g/l}$
Magnésium	285 nm	5 $\mu\text{g/l}$
Sodium	589 nm	10 $\mu\text{g/l}$

2.9. Dosage du Phosphore

2.9.1. Minéralisation

Avant l'analyse, porter l'échantillon à $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et le mélanger soigneusement. Si l'on n'obtient pas une dispersion homogène de la matière grasse, chauffer lentement l'échantillon à 40°C , agiter doucement et refroidir à $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Dans une capsule de platine ou de quartz, peser environ 10 g de lait à 10 mg près. Evaporer à sec au bain-marie bouillant. Après dessiccation complète, calciner au four à moufle, à une température comprise entre 500°C et 550°C jusqu'à obtention de cendres blanches.

Après refroidissement de la capsule, la couvrir d'un verre de montre, dissoudre les cendres dans 2 à 3 ml d'acide chlorhydrique normal, diluer avec de l'eau distillée. Transvaser la solution de cendres dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le verre de montre et la capsule ; recueillir les eaux de lavage dans la fiole. Compléter à 100 ml avec de l'eau distillée. Agiter. Filtrer. Prélever 10 ml du filtrat, les introduire dans une fiole de 100 ml. Compléter à 100 ml avec de l'eau distillée. Agiter.

2.9.2. Dosage colorimétrique

Prélever 5 ml de cette dernière solution et les introduire dans une fiole jaugée de 25 ml. Ajouter successivement 2 ml d'acide perchlorique, 2 ml de la solution d'amidol, 1 ml de la solution de molybdate d'ammonium. Compléter à 25 ml avec de l'eau distillée. Mélanger.

Attendre 5 mn et mesurer la densité optique en utilisant une cuve de 1 cm dans un spectrophotocolorimètre à 750 nm. Chercher sur la courbe standard la quantité de phosphore contenue dans la fiole de 25 ml, exprimée en μg et correspondant à la densité optique lue (m).

Effectuer un essai à blanc avec tous les réactifs en remplaçant les 5 ml de la dilution par 5 ml d'eau distillée, régulièrement avant tout dosage (m').

La teneur du lait en phosphore, exprimée en g de phosphore pour 100 g de lait est donnée par la formule suivante :

$$\text{phosphore p. 100} = \frac{m - m'}{50 M}$$

m = masse de phosphore exprimé en μg contenue dans la fiole de 25 ml renfermant la prise d'essai d'environ 50 mg de lait.

m' = masse de phosphore exprimée en μg contenue dans l'essai à blanc.

M = masse de lait, exprimée en g, mise en œuvre pour la minéralisation.

DEUXIÈME PARTIE

RESULTATS ET COMMENTAIRES

- I. NITRITES-NITRATES.
- II. UREE.
- III. ELEMENTS PLASTIQUES : Ca, P, Na, Mg.
- IV. OLIGOELEMENTS : Fe, Cu, Mn, Zn.
- V. ELEMENTS DE POLLUTION : As, Cd, Hg, Pb, F.
- VI. RECAPITULATIF PAR REGION.

**

A partir des différentes séries de résultats, sont calculées les moyennes arithmétiques et pondérées qu'elles soient régionales ou nationales.

L'étude de chaque élément comprend : une bibliographie sommaire, un exposé des résultats suivi de commentaires ; une comparaison entre les laits de troupeau et les laits de grand mélange pourra être établie.

I. NITRITES-NITRATES

- 1.1. Bibliographie - 1.2. Les échantillons - 1.3. Les résultats - 1.4. Commentaires.

II. URÉE

- 2.1. Bibliographie - 2.2. Les échantillons - 2.3. Les résultats - 2.4. Commentaires.

III. ELÉMENTS PLASTIQUES

3.1. Bibliographie

- 3.1.1. Influence du stade de lactation - 3.1.2. Influence de l'âge - 3.1.3. Influence de la race - 3.1.4. Influence de la saison et du climat - 3.1.5. Influence du régime alimentaire.

3.2. Résultats

- 3.2.1. Calcium - 3.2.2. Phosphore - 3.2.3. Rapport Ca/P - 3.2.4. Sodium - 3.2.5. Magnésium.

3.3. Commentaires

- 3.3.1. Calcium - 3.3.2. Phosphore - 3.3.3. Rapport Ca/P - 3.3.4. Sodium - 3.3.5. Magnésium - 3.3.6. Conclusion.

IV. OLIGOÉLÉMENTS

4.1. Les échantillons.

4.2. Fer

4.2.1. Bibliographie - 4.2.2. Résultats - 4.2.3. Commentaires.

4.3. Cuivre

4.3.1. Bibliographie - 4.3.2. Résultats - 4.3.3. Commentaires.

4.4. Manganèse

4.4.1. Bibliographie - 4.4.2. Résultats - 4.4.3. Commentaires.

4.5. Zinc

4.5.1. Bibliographie - 4.5.2. Résultats - 4.5.3. Commentaires.

V. ELÉMENTS DE POLLUTION

5.1. Les échantillons.

5.2. Arsenic

5.2.1. Bibliographie - 5.2.2. Résultats - 5.2.3. Commentaires.

5.3. Cadmium

5.3.1. Bibliographie - 5.3.2. Résultats - 5.3.3. Commentaires.

5.4. Mercure

5.4.1. Bibliographie - 5.4.2. Résultats - Commentaires.

5.5. Plomb

5.5.1. Bibliographie - 5.5.2. Résultats - Commentaires.

5.6. Fluor

5.6.1. Bibliographie - 5.6.2. Résultats - 5.6.3. Commentaires.

5.7. Discussion générale.

VI. RÉCAPITULATIF PAR RÉGIONS.

I. Nitrites - Nitrates

1.1. *Bibliographie sommaire*

1.1.1. Nitrites : rares sont les références disponibles.

1.1.2. Nitrates

Les expérimentations et les mesures portant sur la teneur du lait en Nitrate sont peu nombreuses, il semble que cette teneur n'ait jamais constitué un problème sanitaire sérieux ; cependant toute conclusion définitive paraît risquée. Néanmoins la teneur du lait en Nitrate, non contaminé par apport après la traite est très faible (de l'ordre de grandeur du ppm). Dans les régions où la teneur de l'eau en Nitrates est notable, cela peut expliquer une teneur plus élevée du lait échantillonné au niveau des laiteries qui utilisent cette eau comme eau de lavage. Même quand la santé de la vache a été perturbée à la suite d'une absorption massive de Nitrate (Davison

et *al.*, 1964) la teneur du lait en Nitrate (15 ppm) a été bien inférieure à la teneur limite prescrite pour l'eau potable : 44 ppm (Code de la Santé Publique, arrêté du 10 août 1961).

Les faibles teneurs du lait en Nitrate s'expliquent assez bien par la physiologie de la vache laitière :

— au niveau du rumen, la majeure partie du Nitrate ingéré est transformée en Nitrite, puis en Ammoniaque. Le ruminant n'absorbe que partiellement le Nitrate qu'il ingère, une partie du reste passant dans le sang sous forme d'Ammoniaque et de Nitrite ; ce qui provoque d'ailleurs les effets toxiques parfois observés,

— au niveau de la glande mammaire : le Nitrate ne semble pas filtrer librement du plasma sanguin au lait, comme c'est le cas pour l'urée (Journet, Vérité, Vignon, 1975) puisque sa teneur est de 3,5 à 10,5 fois plus élevée dans le plasma sanguin que dans le lait : la glande mammaire semble jouer le rôle d'une barrière.

Des travaux américains récents tendraient à montrer que le lait au sortir de la mamelle ne contiendrait pas de Nitrates ; leur présence serait due à des contaminations ultérieures : eau...

1.2. Les échantillons

1.2.1. Lait de producteurs :

244 analyses ont été effectuées, se répartissant de la façon suivante (tab. 4) :

TABLEAU 4. — Nitrites-Nitrates (1973) - Nombre de producteurs

	Février 1973	Septembre 1973	Février 1974
Centre-Est	3	29	32
Est	7	8	8
Nord-Est	10	9	14
Ouest	17	18	27
Sud-Ouest	11	8	14
Massif Central	7	11	11
France	55	83	106

1.2.3. Laits de grand mélange :

188 analyses ont été effectuées, se répartissant de la façon suivante (tab. 5 et 6) :

TABLEAU 5. — Nitrites-Nitrates 1974-1975

Nombre d'usines ou de centres

	1974			1975	
	Février	Juin	Octobre	Février	Juin
Centre-Est	9	8	7	9	4
Est	7	7	6	6	4
Nord-Est	3	5	5	3	—
Normandie	6	6	6	4	5
Bretagne	1	3	3	3	3
Ouest	7	8	8	6	8
Sud-Ouest	5	5	4	1	5
Centre M.C.	2	—	2	2	2
France	40	42	41	34	31

TABLEAU 6. — Nitrites-Nitrates (1974-1975)

Nombre d'hectolitres

	1974			1975	
	Février	Juin	Octobre	Février	Juin
Centre-Est	4 060	3 560	3 060	4 060	1 560
Est	5 285	7 343	3 812	4 419	4 912
Nord-Est	4 722	6 420	3 563	4 817	—
Normandie	4 496	5 639	4 069	3 276	5 300
Bretagne	1 259	4 980	4 127	3 679	6 500
Ouest	10 952	16 299	11 463	10 250	16 750
Sud-Ouest	4 144	5 542	4 179	3 198	3 820
Centre M.C.	800	—	700	1 200	1 200
France	35 718	49 783	34 973	34 899	40 042

1.3. Les résultats

Les résultats sont exprimés en mg de Nitrites ou de Nitrates par litre de lait (mg/l).

1.3.1. Nitrites

Sur les 244 analyses effectuées sur les laits de producteurs, une seule a montré une trace de Nitrite dans la Région Est en février 1973 : 0,1 mg/l.

Sur les 188 analyses effectuées sur les laits de grand mélange, une seule a montré une trace de Nitrite, dans la Région Centre - Massif Central en février 1974 : 0,1 mg/l.

1.3.2. Nitrates : laits de producteurs

Les moyennes arithmétiques calculées pour chaque région et pour la France, sont regroupées dans le tableau 7. Pour chaque prélèvement, une répartition est retranscrite dans le tableau 8.

TABLEAU 7. — Nitrates 1973. Valeurs moyennes en mg/l

	Février 1973	Septembre 1973	Février 1974
Centre-Est	0,12	0,21	0,34
Est	0,42	0,30	0,30
Nord-Est	0,42	0,58	0,31
Ouest	0,19	0,53	0,40
Sud-Ouest	0,07	0,22	0,18
Massif Central	0,03	0,37	0,15
France	0,21	0,35	0,31

1.3.3. Nitrates : laits de grand mélange

Les moyennes arithmétiques calculées pour chaque région et pour la France sont reportées dans le tableau 9, et les moyennes pondérées dans le tableau 10. Dans le tableau 11 est transcrite une répartition rassemblant les résultats de l'année 1974 d'une part (123) et de l'année 1975 d'autre part (65).

1.4. Commentaires sur la composition en Nitrates des laits

1.4.1. Laits de troupeau

La teneur moyenne en Nitrates des laits de troupeau est, pour les 244 échantillons analysés de 0,3 mg/l.

Les résultats observés au mois de septembre sont légèrement supérieurs à ceux des mois de février : 80 p. 100 des échantillons ont une teneur en Nitrates inférieure à 0,3 mg/l en février, et seulement 60 p. 100 en septembre ; environ 5 p. 100 des échantillons ont une teneur supérieure à 0,8 mg/l en février et 10 p. 100 en septembre.

TABLEAU 8. — Nitrates 1973. Répartition des résultats

Unité : mg/l		1,0	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0	1,5	2,0
Février 1973 : 55	Centre-Est Est Nord-Est Ouest Sud-Ouest Massif Central	2 3 . 7 10 7	1 2 1 6 1	1 3 2	. 3 1	. 2 1	. . .	. . .	. 1 .	. . .	. . .	1	
	France	29	11	6	4	3	.	.	.	1	.	.	1
Septembre 1973 : 83	Centre-Est Est Nord-Est Ouest Sud-Ouest Massif Central	11 . . 3 3 .	7 4 . . 2 4	7 1 . 5 2 4	2 2 3 1 . .	2 . 3 2 . 2	. . . 1 . .	1 2	. . 1 . . .	. . 3 . . .	1 1 1 . .		
	France	17	17	19	8	9	1	3	2	1	3	3	.
Février 1974 : 106	Centre-Est Est Nord-Est Ouest Sud-Ouest Massif Central	10 1 2 5 8 6	14 3 3 4 2 4	3 2 6 8 2 1	1 . 2 2 1 .	. 1 . 2 . .	1 1 . 2 1	1 . . 1 .	. . 1 . . .	. . 1 . . .	1	. . 1 . . .	1
	France	32	30	22	6	3	5	2	1	1	1	1	1
Total Enquête : 244		78	58	47	18	15	6	5	3	3	4	4	1

TABLEAU 9. — Nitrates 1974-1975. Moyennes arithmétiques en mg/l

	1974			1975	
	Février	Juin	Octobre	Février	Juin
Centre-Est	0,26	0,29	0,35	0,64	0,49
Est	0,39	0,21	0,37	0,86	0,69
Nord-Est	0,73	0,28	0,79	0,61	—
Normandie	0,32	0,42	0,99	0,90	1,09
Bretagne	0,40	0,40	0,75	1,14	0,57
Ouest	0,51	0,84	0,54	0,71	0,77
Sud-Ouest	0,28	0,27	0,52	0,61	0,76
Centre M.C.	0,40	—	0,38	0,70	0,67
France	0,38	0,40	0,58	0,77	0,75
	0,46			0,76	

TABLEAU 10. — Nitrates 1974-1975. Moyennes pondérées en mg/l

	1974			1975	
	Février	Juin	Octobre	Février	Juin
Centre-Est	0,27	0,34	0,32	0,63	0,47
Est	0,45	0,22	0,37	0,85	0,78
Nord-Est	0,81	0,11	1,01	0,62	—
Normandie	0,32	0,42	1,85	0,91	1,13
Bretagne	0,40	0,48	0,71	0,98	0,63
Ouest	0,54	0,66	0,47	0,77	0,60
Sud-Ouest	0,24	0,21	0,57	0,61	0,95
Centre M.C.	0,40	—	0,38	0,70	0,67
France	0,46	0,42	0,70	0,75	0,74
	0,51			0,75	

TABLEAU 11. — Nitrates 1974-1975. Répartition des résultats

Unité : mg/l		0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0	1,5	2,0	
1974 : 123	Centre Est	5	5	4	6	2	1	1	.	.	.	.	.	
	Est	2	5	6	4	2	.	.	.	.	1	.	.	
	Nord-Est	2	.	2	2	2	1	.	.	1	3	.	.	
	Normandie	1	1	7	4	1	1	.	.	1	.	.	1	
	Bretagne	.	1	3	.	.	1	.	.	1	1	.	1	
	Ouest	1	2	4	3	2	3	4	.	1	1	1	1	
	Sud-Ouest	2	1	4	4	1	.	2	.	.	.	.	.	
	Centre M.C.	.	.	.	3	1	.	.	.	.	.	.	.	
France	13	15	30	26	11	7	7	.	3	2	6	1	2	
1975 : 65	Centre-Est	.	.	1	3	2	2	2	1	.	1	1	.	
	Est	1	.	.	.	.	.	1	4	.	3	1	.	
	Nord-Est	.	.	.	.	.	.	3	.	.	.	.	.	
	Normandie	.	.	.	.	1	.	2	1	1	.	2	2	
	Bretagne	.	.	.	1	1	.	.	1	1	1	1	1	
	Ouest	.	.	2	2	1	.	4	1	1	2	2	1	
	Sud-Ouest	.	.	1	.	1	.	1	1	.	2	.	.	
	Centre M.C.	.	.	.	.	.	.	2	2	.	.	.	.	
France	1	.	4	6	6	2	15	11	2	6	8	4	.	
Total enquête		14	15	34	32	17	9	22	11	5	8	14	5	2

Rares sont les échantillons où l'on décèle plus de 1 mg/l de Nitrates :

- 1 échantillon sur 55 en février 1973 : 2 mg/l dans la Haute-Marne.
- 3 échantillons sur 83 en septembre 1973 :
 - 1,3 mg/l dans la Marne.
 - 1,15 mg/l dans la Sarthe.
 - 1,25 mg/l dans l'Aveyron.
- 3 échantillons sur 106 en février 1974 :
 - 3,2 mg/l dans l'Isère.
 - 1,4 mg/l dans la Loire.
 - 1,8 mg/l dans la Mayenne.

Toutefois, les laits de ces derniers producteurs, ne se sont trouvés contenir plus de 1 mg/l de Nitrates qu'une seule fois au cours de l'enquête.

1.4.2. Laits de grand mélange

La teneur moyenne en Nitrates des laits de grand mélange est supérieure en 1975 (0,76 mg/l à celle constatée en 1974 (0,46 mg/l). Ceci se vérifie pour les mois correspondants : février et juin et dans toutes les régions, à une plus faible échelle peut-être dans l'Ouest.

60 p. 100 des échantillons ont montré des teneurs inférieures à 0,3 mg/l en février et juin 1974, 23 p. 100 en octobre 1974 et seulement 9 p. 100 en février et juin 1975.

Environ 8 p. 100 des échantillons ont une teneur en Nitrates supérieure à 0,8 mg/l en février et juin 1974 ; 20 p. 100 en octobre 1974 ; mais 27 p. 100 en février et 36 p. 100 en juin 1975.

Les échantillons où l'on décèle plus de 1 mg/l de Nitrates sont de plus en plus nombreux lorsque l'on considère les prélèvements de février 1974 à juin 1975 ; en 1975 cependant, aucun résultat n'excède 2 mg/l. Les résultats des analyses sont généralement bien regroupés, autour de leur moyenne, excepté en juin 1975.

- 3 échantillons sur 40 en février 1974 (# 7,5 p. 100) :
 - 1,10 mg/l dans la Meuse.
 - 1,40 mg/l dans le Pas-de-Calais.
 - 1,70 mg/l dans la Sarthe.
- 2 échantillons sur 42 en juin 1974 (# 5. p. 100) :
 - 2,50 mg/l dans le Maine-et-Loire.
 - 1,30 mg/l dans la Sarthe.
- 4 échantillons sur 41 en octobre 1974 (# 10 p. 100) :
 - 1,15 mg/l dans le Pas-de-Calais.
 - 1,13 mg/l dans le Pas-de-Calais.

- 3,35 mg/l dans la Manche.
- 1,07 mg/l dans le Finistère.
- 4 échantillons sur 34 en février 1975 (# 12 p. 100) :
 - 1,22 mg/l dans la Saône-et-Loire.
 - 1,71 mg/l dans la Seine-Maritime.
 - 1,65 mg/l dans le Finistère.
 - 1,29 mg/l dans la Sarthe.
- 8 échantillons sur 31 en juin 1975 (# 25 p. 100) :
 - 1,22 mg/l dans la Meuse.
 - 1,22 mg/l dans la Manche.
 - 1,53 mg/l dans la Seine-Maritime.
 - 1,22 mg/l dans l'Eure.
 - 1,72 mg/l dans la Loire-Atlantique.
 - 1,35 mg/l dans la Sarthe.
 - 1,04 mg/l dans la Haute-Garonne.
 - 1,22 mg/l dans les Pyrénées-Atlantiques.

Deux résultats semblent aberrants ; celui du Maine-et-Loire en juin 1974 et celui de la Manche en octobre 1974.

1.4.3. Comparaison et discussions

On a pu vérifier ainsi ce qui était indiqué dans la littérature : la teneur en Nitrate des laits est très faible et est généralement inférieure au ppm.

Lors du prélèvement commun aux deux enquêtes, celui de février 1974, on a pu constater que la teneur moyenne des laits de grand mélange (0,38 mg/l) était du même ordre de grandeur que celle des laits de producteurs (0,31 mg/l).

La moyenne des résultats est légèrement supérieure d'une année sur l'autre depuis 1973.

Quant aux Nitrites, rares sont les échantillons où l'on a pu en détecter des traces.

II. Urée

2.1. Bibliographie sommaire

Les données concernant la composition du lait en urée sont rares. Shanani et Sommer (*J. of Dairy Science*, 1951, p. 1035) donnent des chiffres compris entre 65 et 108 mg/l avec une moyenne de 83,8. Dans le livre de Alais, on trouve la mention de 250 mg/l ; cette dernière teneur est dans certains cas prise comme teneur commerciale indicative.

2.2. Les échantillons

2.2.1. Laits de producteurs

298 analyses ont été effectuées se répartissant de la façon suivante (tab. 12).

TABLEAU 12. Urée 1973. Nombre de producteurs

	Février 1973	Septembre 1973	Février 1974
Centre-Est	23	29	32
Est	7	8	8
Nord-Est	10	23	14
Ouest	20	26	27
Sud-Ouest	14	12	16
Massif Central	7	11	11
France	81	109	108

2.2.2. Laits de grand mélange

Afin de suivre sur une année l'influence de l'alimentation sur la teneur en urée du lait, une analyse par mois a été effectuée en 1974. Dans le but de confirmer les résultats précédents, deux prélèvements ont eu lieu en février et juin 1975. L'ensemble de ces prélèvements a été réalisé à date fixe, le 9 de chaque mois.

536 résultats ont été enregistrés ; l'échantillon se répartissant de la façon suivante (tab. 13).

2.3. Les résultats

Les résultats sont exprimés en mg d'urée par litre de lait (mg/l).

2.3.1. Laits de producteurs

Les moyennes arithmétiques calculées pour chaque région et pour la France sont regroupées dans le tableau 14 pour chaque prélèvement, une répartition est retranscrite dans le tableau 15.

2.3.2. Laits de grand mélange

Les moyennes arithmétiques calculées pour chaque région et pour la France sont regroupées dans le tableau 16. En bas de ce tableau sont indiquées les moyennes par année et par saison.

Les saisons indiquées correspondent aux différentes périodes qui ont présidé au calendrier fourrager durant les années 1974 et 1975.

Hiver 1973-1974 : janvier, février et mars 1974.

Printemps 1974 : avril, mai et juin 1974.

Été 1974 : juillet et août 1974.

Automne 1974 : septembre, octobre et novembre 1974.

Hiver 1974-1975 : décembre 1974, janvier et février 1975.

Juin 1975

TABLEAU 13. — Urée 1974-1975. Nombre d'usines ou centres

	1974												1975		
	J	F	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D	J	F	J
Centre-Est	2	9	9	10	7	10	9	9	8	7	.	.	.	9	4
Est	5	7	7	7	6	8	7	7	7	8	4	5	.	6	6
Nord-Est	3	3	3	3	5	5	5	3	5	5	3	3	.	3	3
Normandie	7	7	7	7	6	6	6	7	6	7	6	7	2	4	5
Bretagne	1	1	1	1	1	4	4	4	3	1	4	4	.	4	3
Ouest	4	4	7	7	8	8	7	4	8	8	4	8	2	8	8
Sud-Ouest	5	5	4	4	5	4	5	5	5	4	1	1	.	2	5
Centre M.C.	2	2	2	.	2	2	2	2	1	2	.	2	2	2	2
France	29	38	40	39	40	47	45	41	43	42	22	30	6	38	36
	456												80		

TABLEAU 14. — Urée 1973. Valeurs moyennes en mg/l

	Février 1973	Septembre 1973	Février 1974
Centre-Est	180	120	250
Est	140	240	220
Nord-Est	180	330	280
Ouest	190	280	260
Sud-Ouest	170	230	260
Massif Central	190	210	260
France	180	230	250

Dans les tableaux 17 a et 17 b est retranscrite une répartition selon les saisons de l'ensemble des résultats.

2.4. Commentaires sur la composition en urée des laits

2.4.1. Laits de troupeaux

La teneur moyenne en urée des 298 échantillons analysés est de 223,7 mg/l.

Quelles que soient les régions, les moyennes régionales et nationales sont semblables en février ; elles sont toutefois supérieures en février 1974 (250 mg/l) à celles de février 1973 (180 mg/l). Par contre en septembre 1973, si le Sud-Est a une faible teneur, l'Ouest et surtout le Nord-Est ont une forte teneur par rapport à la moyenne nationale.

Si l'on considère comme norme commerciale une teneur du lait en urée de 250 mg/l, 12 p. 100 des échantillons dépassent cette teneur en février 1973 ; 45 p. 100 en septembre 1973 et 50 p. 100 environ en février 1974.

2.4.2. Laits de grand mélange

La teneur moyenne en urée des 536 échantillons analysés est de 235 mg/l.

Selon les saisons et les régions, nous pouvons avoir une idée durant l'année 1974 de l'influence du régime alimentaire des troupeaux d'une zone sur la présence d'urée dans les laits collectés.

Les saisons hivernales 1973-1974 et 1974-1975 présentent des moyennes semblables (respectivement 209 mg/l et 210 mg/l) ainsi que des répartitions proches : même centrage, mais la courbe de Gauss est plus étalée durant le deuxième hiver (15 p. 100 des échantillons ont montré une teneur en urée supérieure à 250 mg/l au lieu de 9 p. 100).

TABLEAU 15. — Urée 1973. Répartition des résultats

Unité : mg/l		50		100		150		200		250		300		350		400		450	
Février 1973 : 81	Sud-Est	.	4	6	7	2	1	1	2	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.
	Est	.	1	3	3	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Nord-Est	.	.	4	2	4	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Ouest	1	1	5	6	3	3	1	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Sud-Ouest	2	1	2	3	4	1	1	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Massif Central	.	.	1	3	3	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	France	3	7	21	24	16	5	3	2	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
Septembre 1973 : 109	Sud-Est	5	13	4	4	.	1	1	1	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Est	.	.	3	.	1	2	1	1	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Nord-Est	.	.	.	1	6	1	6	3	4	2	.	.	.	.	.	.	.	
	Ouest	.	1	3	2	5	2	8	1	3	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Sud-Ouest	.	.	3	1	2	3	3	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Massif Central	1	.	.	4	2	2	2	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	France	6	14	13	12	16	11	21	6	7	3	.	.	.	.	.	.	.	
Février 1974 : 108	Sud-Est	.	1	2	7	6	8	4	4	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Est	.	.	2	1	2	2	1	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Nord-Est	.	.	.	1	4	3	3	3	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Ouest	.	1	1	6	5	6	4	4	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	Sud-Ouest	1	.	3	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
	Massif Central	.	.	.	3	2	4	.	2	.	.	.	.	.	.	.	.	.	
	France	1	2	8	20	21	25	14	15	2	.	.	.	.	.	.	.	.	
Total enquête : 298		10	23	42	56	53	41	38	23	9	3	.	.	.	.	.	.	.	

TABLEAU 16. — Urée 1974-1975. Valeurs moyennes en mg/l

	1974												1975		
	J	F	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D	J	F	J
Centre-Est	180	190	190	270	220	250	250	220	240	250	190	190	.	170	230
Est	180	190	200	260	240	220	240	270	270	250	180	170	.	190	190
Nord-Est	220	230	220	160	190	220	210	280	270	270	230	230	.	180	250
Normandie	220	220	230	270	230	240	310	320	310	320	270	250	190	190	150
Bretagne	220	220	200	210	170	170	280	240	330	280	250	250	.	250	170
Ouest	240	240	220	260	200	270	260	280	260	320	270	230	210	200	160
Sud-Ouest	220	220	190	260	190	230	270	200	300	290	200	200	.	180	180
Centre M.C.	240	190	190	.	230	240	220	290	260	280	.	210	190	220	210
France	214	208	206	257	215	234	257	259	276	285	251	232	198	196	186
Année	242												192		
Saison	209			235			258		275			210		186	

TABLEAU 17 a. — Urée 1974-1975. Répartition des résultats selon les saisons

Unité : mg/l		50	100	150	200	250	300	350	400	450
Janv.-fév.-mars 1974 : 107	Centre-Est	.	.	1	15	4	.	.	.	.
	Est	.	2	1	8	7	1	.	.	.
	Nord-Est	.	.	1	3	2	3	.	.	.
	Normandie	.	.	1	1	17	2	.	.	.
	Bretagne	.	.	.	1	2	.	.	.	.
	Ouest	.	.	.	2	12	1	.	.	.
	Sud-Ouest	.	.	1	6	4	3	.	.	.
	Centre M.C.	.	.	.	3	3	.	.	.	.
	France	.	2	5	39	51	10	.	.	.
Avril-mai-juin 1974 : 126	Centre-Est	.	.	1	5	9	8	2	2	.
	Est	1	.	1	3	6	6	3	1	.
	Nord-Est	1	.	3	3	3	2	1	.	.
	Normandie	.	1	.	2	3	11	2	.	.
	Bretagne	.	1	.	3	2	.	.	.	.
	Ouest	.	.	2	2	7	10	2	.	.
	Sud-Ouest	.	.	1	3	5	3	1	.	.
	Centre M.C.	.	.	.	.	4	.	.	.	.
	France	2	2	8	21	39	40	11	3	.
Juillet-août 1974 : 86	Centre-Est	.	.	4	4	3	3	3	1	.
	Est	.	2	.	.	3	5	3	1	.
	Nord-Est	.	.	1	3	.	2	1	1	.
	Normandie	.	.	.	.	1	5	4	3	.
	Bretagne	.	.	1	1	2	.	4	.	.
	Ouest	.	.	.	1	3	4	3	.	.
	Sud-Ouest	.	.	1	2	5	1	.	1	.
	Centre M.C.	.	.	.	1	1	1	1	.	.
	France	.	2	7	12	18	21	19	7	.

Unité : mg/l		50	100	150	200	250	300	350	400	450
Sept.-oct.-nov. 1974 : 108	Centre-Est	1	.	.	3	4	5	2	1	.
	Est	1	1	.	4	1	7	4	1	.
	Nord-Est	.	1	.	1	3	6	1	.	1
	Normandie	.	.	.	.	4	6	7	1	1
	Bretagne	.	.	.	.	2	3	3	.	.
	Ouest	.	.	.	1	3	9	6	1	.
	Sud-Ouest	.	.	.	1	1	5	3	.	.
	Centre M.C.	.	.	.	.	.	3	.	.	.
France		2	2	.	10	18	44	26	4	2
Déc. 74 - Janv.-fév. 75 : 75	Centre-Est	.	1	2	6	1	.	.	.	.
	Est	.	.	1	9	1	.	.	.	.
	Nord-Est	.	.	2	1	1	2	.	.	.
	Normandie	1	.	1	1	6	4	.	.	.
	Bretagne	.	.	.	.	5	2	1	.	.
	Ouest	1	.	1	3	10	3	.	.	.
	Sud-Ouest	.	.	1	2	.	.	.	.	.
	Centre M.C.	.	.	.	2	4	.	.	.	.
France		2	1	8	24	28	11	1	.	.
Juin 1975 : 36	Centre-Est	.	.	.	1	3	.	.	.	.
	Est	.	.	1	3	1	1	.	.	.
	Nord-Est	.	.	.	.	1	2	.	.	.
	Normandie	.	2	2	.	.	.	1	.	.
	Bretagne	.	.	1	2	.	.	.	.	.
	Ouest	1	1	2	1	2	1	.	.	.
	Sud-Ouest	1	.	.	2	1	1	.	.	.
	Centre M.C.	.	.	.	1	1	.	.	.	.
France		2	3	6	10	9	5	1	.	.
Total		8	12	34	116	163	131	58	14	2

Lors de la mise à l'herbe qui a généralement eu lieu durant le mois d'avril, on constate une forte augmentation de la teneur du lait en urée (moyenne 257 mg/l) excepté dans la région Nord-Est. La teneur moyenne en urée des laits au printemps est de 235 mg/l et 44 p. 100 des laits en contiennent plus de 250 mg/l.

Durant les 2 mois d'été, on retrouve la même teneur, en urée dans les laits, qu'au mois d'avril (258 mg/l) ; l'on a pu constater que chez la majorité des producteurs suivis il y a eu des problèmes d'alimentation du fait de la sécheresse, et ceci pendant tout ou partie de cette période. De ce fait 55 p. 100 des laits en contenaient plus de 250 mg/l.

A l'automne 1974, les rations alimentaires se sont trouvées être très difficiles à équilibrer du fait de la sécheresse précédente, de la reprise de la végétation, et des différentes soudures. Le perpétuel changement dans les régimes pourrait expliquer l'importance du taux d'urée dans les laits surtout en octobre (285 mg/l) où le problème semble général. La teneur moyenne des laits en urée durant cette période est de 275 mg/l et 70 p. 100 des laits en contiennent plus de 250 mg/l.

2.4.3. Comparaison et discussion

La comparaison entre les résultats des deux enquêtes semble difficile du fait d'une part de la différence entre les échantillons et d'autre part des nombreux problèmes qui se sont posés en 1974 à certains agriculteurs pour nourrir leurs animaux.

On peut remarquer cependant que les teneurs moyennes régionales et nationales en urée des laits de producteurs en février 1973 (180 mg/l) et des laits de grand mélange en février 1975 (196 mg/l) sont du même ordre. Par contre en février 1974 la moyenne des laits de producteurs (250 mg/l) est plus forte que celle des laits de grand mélange (208 mg/l).

(à suivre)