

# COMPTE-RENDU

## VALORISATION DU LAIT DE JUMENT : ESSAIS DE FAISABILITE SUR DIFFERENTES TECHNOLOGIES LAITIERES ET SUR LE LAIT DE CONSOMMATION

Réalisé par :



Décembre 2018



## REMERCIEMENTS

Ce compte-rendu est issu d'un travail collaboratif qui n'aurait pu voir le jour sans le soutien de la DRAAF et nous l'en remercions.

Le travail théorique n'étant rien sans le terrain, nous remercions chaleureusement les producteurs de lait de jument qui nous ont accueillis et fournis le lait nécessaire à cette étude :

- Ferme du Bois de sante (25)
- Ferme du Mont Poupet (39)
- Ferme la Comtoiserie (70)

Merci également à l'ensemble de l'équipe Recherche et Développement de l'ENIL de Mamirolle pour sa participation à ce projet.

Les personnes suivantes ont été impliquées dans la réalisation du projet :

Richard REVY (Directeur atelier technologique et recherche et développement), Hélène BEGUET (chargée de projet R&D), Bruno VOLLE et Monique CACHOD (enseignants et responsables laboratoire chimie), Suzanne SIEGFRIED et Amandine AYRAULT (techniciennes R&D), Marianne VAUCHIER et Pascale DIEUDONE (techniciennes laboratoires), Isabelle CUVILLIER (assistante administrative), Fanny Vieux, Dorota Gryzlo, Justine Courtilat, Natalie Tate et Leila Airisniemi (stagiaires).

## Sommaire

|   |    |
|---|----|
| INTRODUCTION .....  | 6  |
| I. Le lait de jument : rappel de composition et propriétés .....  | 6  |
| 1. Composition physico-chimique .....   | 7  |
| 2. Intérêts nutritionnels .....   | 8  |
| II. Précédents travaux.....   | 9  |
| 1. Etude de 2009 .....  | 9  |
| 2. Etude de 2016 .....  | 9  |
| III. Périmètre de l'étude JULACT 2.....   | 10 |
| 1. Les producteurs.....   | 10 |
| 2. Les différents axes étudiés .....  | 13 |
| 3. Matériels et méthodes .....  | 13 |
| 3.1 Etude du lait cru .....   | 13 |
| 3.2 Recherche d'un procédé de stabilisation des laits.....  | 13 |
| 3.3 Formulation de produits .....   | 17 |
| 4. Les analyses réalisées.....  | 17 |
| 4.1 Suivi dégustation .....   | 17 |
| 4.2 Analyses physico-chimiques.....   | 18 |
| 4.3 Analyses bactériologiques.....  | 22 |
| IV. Mise au point d'une méthode d'extraction de la matière grasse.....                                      | 23 |
| 1. Introduction : répondre au cahier des charges.....   | 23 |
| 2. Les méthodes d'extraction des lipides mises en œuvre. ....   | 23 |
| 2.1 Extraction liquide-liquide.....   | 23 |
| 2.2 Extraction des lipides totaux par action de détergent. ....   | 24 |
| 2.3 Extraction des lipides totaux – Méthodes d'hydrolyse acide suivie d'une<br>extraction par solvant. .... | 25 |
| 3. Résultats – Extraction des lipides totaux. ....  | 25 |
| V. Etude du lait cru .....  | 28 |
| 5.1 Evaluation sensorielle .....  | 28 |
| 5.2 Analyse composition : taux de matière grasse .....  | 31 |
| 5.3 Analyses chimiques : dégradation de la matière grasse .....   | 33 |
| 5.4 Analyses chromatographiques : profil en acides gras.....  | 36 |

|  |    |
|--|----|
| 5.5 Analyses microbiologiques.....   | 38 |
| 5.6 Conclusion de l'étude du lait cru.....                                       | 40 |
| VI. Test de stabilisation.....   | 41 |
| 6.1 Résultats de la première phase de test.....                                  | 41 |
| 6.2 Mise au point d'un procédé de stabilisation du lait par pasteurisation ..... | 42 |
| 6.3 Conclusion des tests de stabilisation du lait .....                          | 48 |
| VII. Formulation de produits .....   | 49 |
| 7.1 Crèmes desserts .....  | 49 |
| 7.2 Riz au lait .....  | 52 |
| 7.3 Lait gélifié .....   | 54 |
| 7.4 Glace.....   | 57 |
| 7.5 Conclusion des essais formulation .....                                      | 58 |
| VIII. Conclusion .....   | 58 |

## INTRODUCTION

Ce rapport présente les travaux effectués dans le cadre du projet JULACT 2 : « valorisation du lait de jument », porté par l'ENIL, Ecole Nationale d'Industrie Laitière de Mamirolle, et bénéficiant d'une aide du Ministère de l'Agriculture et de l'Alimentation. Ce projet a été réalisé dans la continuité du projet JULACT et a pour objet des essais de faisabilité sur différentes technologies laitières et sur le lait de consommation.

Le projet JULACT a montré la possibilité de fabriquer des produits type yaourts, laits fermentés, crèmes desserts et boissons lactées de bonne qualité à partir de lait de jument. Toutefois ce lait étant très sensible à l'oxydation, les produits doivent être fabriqués directement après la traite pour limiter l'apparition de goût métallique.

L'objet de cette étude était multiple :

- ⇒ Etudier le lait cru de deux producteurs différents afin de mesurer l'impact de l'alimentation, de la date de poulinage, de la composition du lait sur l'apparition de mauvais goût ou de goût métallique.
- ⇒ Définir le traitement thermique optimum du lait pour stabiliser le lait et supprimer l'apparition de goût métallique ou mauvais.
- ⇒ Tester la fabrication d'autres produits : crème dessert, riz au lait, laits gélifiés, glace.

### I. Le lait de jument : rappel de composition et propriétés

La composition du lait de jument est étudiée et présentée dans plusieurs sources bibliographiques.

Ainsi, pour la formulation des produits, nous avons pris en compte des données bibliographiques issues de travaux précédents portant sur la composition du lait de jument (Larché O., Aptitude aux fermentations et à la coagulation acide et stabilité physique des laits de juments Comtoises, 2009 – Najem B., Lait de jument, Aspects Nutrition-Santé et Débouchés Potentiels, 2011).

Dans cette partie, une synthèse est faite pour rappeler les éléments essentiels en termes de propriétés, composition et intérêts nutritionnels.

## 1. Composition physico-chimique

Le tableau 1 ci-dessous présente la composition du lait de jument, comparée à celle d'un lait de vache témoin (race Montbéliarde).

| Composition (g/kg)             | Lait de jument Comtoise (*1) | Lait de vache (*2) |
|--------------------------------|------------------------------|--------------------|
| EST (Extrait Sec Total)        | 101.2                        | 130                |
| ESD (Extrait Sec Dégraissé)    | 91.7                         | 92                 |
| Caséines                       | 7.6                          | 29                 |
| MAP (Matière azotée protéique) | 16.5(*3)                     | 35 (*3)            |
| PS (Protéines solubles)        | 8.9                          | 5.9                |
| Caséines/ MAP (%)              | 46 %                         | 83 %               |
| MG (Matière Grasse)            | 9.9                          | 39                 |
| Lactose                        | 63.8                         | 42                 |
| Cendres                        | 3                            | 7                  |

Tableau 1 : Composition du lait de jument Comtoise comparée à celle du lait de vache

(\*1) Valeurs moyennes de 6 mesures réalisées sur des laits de jument âgés de 24h.

(\*2) Valeurs moyennes de 2 mesures réalisées sur des laits de vache âgés de 24h.

(\*3) Le coefficient multiplicateur appliqué aux analyses d'azote, pour passer aux valeurs en équivalent protéines est de 6,38.

Ces valeurs montrent que :

- La **teneur en protéines et en extrait sec est plus basse** pour le lait de jument (EST, MAP) : les protéines en particulier les caséines sont responsables de la coagulation du lait. Ce déficit en protéines et en extrait sec peut donc être un frein pour la fabrication de certains types de produits à base de lait de jument. En particulier, la fabrication des fromages et yaourts repose sur le principe de coagulation des caséines du lait. D'après ces résultats, le lait de jument semble peu adapté à une transformation en fromages ou yaourts fermes.
- La **teneur en lactose est plus importante** pour le lait de jument : le lactose est un substrat de fermentation, ainsi cette teneur devrait permettre la fabrication de produits type laits fermentés, ce qui est confirmé par les essais réalisés par l'ENIL en 2009 (LARCHE O., 2009)
- La **teneur en matière grasse est plus faible** pour le lait de jument : ce paramètre peut influencer la texture des produits finis, quelles que soient les applications. Par ailleurs, les études précédentes montrent que le lait de jument est très sensible à l'oxydation des lipides, ce phénomène entraînant des mauvais goûts sur les produits (Lait de jument : aspects nutrition-santé et débouchés potentiels, Béatrice Najem et Sylvie Pochet, 2011).

Cette composition et l'étude réalisée précédemment par l'ENIL ont permis de conclure que le lait de jument était peu riche en protéines coagulables. Ainsi, la fabrication de produits fermentés uniquement à base de lait de jument aboutit à des produits de texture insuffisamment ferme et dont la saveur évolue rapidement vers des mauvais goûts, dus aux phénomènes de dégradation de la matière grasse (goûts métallique ou rance).

Par ailleurs, le pH du lait de jument est de  $7 \pm 0,2$  et l'acidité titrable = 7 °D (degrés Dornic).

Au niveau microbiologique, le lait de jument est naturellement sain à la sortie de la mamelle. L'absence de stockage du lait dans la mamelle (qui implique un plus grand nombre de traites quotidiennes), entraîne un moindre risque de mammites et de contamination par des agents pathogènes.

En conclusion, la composition physico-chimique du lait de jument fait apparaître 2 freins principaux pour la transformation en produits laitiers « traditionnels » :

- La faible teneur en protéines coagulables ;
- La sensibilité des lipides à l'oxydation et la lipolyse qui entraîne de mauvais goûts.

## 2. Intérêts nutritionnels

Le rapport de Béatrice Najem développe de nombreux intérêts nutritionnels pour le lait de jument (Lait de jument : aspects nutrition-santé et débouchés potentiels, Béatrice Najem et Sylvie Pochet, 2011):

- Richesse en lactose : elle peut être intéressante pour les sportifs;
- Pauvreté en lipides et en calories : le lait de jument peut permettre la fabrication de produits à teneur plus réduite en matières grasses, en comparaison du lait de vache. Dans ces lipides, on retrouve une proportion plus importante d'acides gras oméga 3;
- Les protéines présentent une proportion de caséines plus faible (protéines coagulables), ce qui rend le lait de jument plus digeste;
- Richesse en protéines antimicrobiennes : lactoferrine, lysozyme et immunoglobulines;
- Teneur en calcium : le lait de jument est plus riche que le lait de femme mais moins riche que le lait de vache;
- Richesse en vitamine C.

Le lait de jument présente une composition assez similaire à celle du lait de femme, et par conséquent un intérêt pour les applications en nutrition infantile. Il serait également moins sujet à des problèmes d'allergies que le lait de vache.

De plus, son utilisation en complément alimentaire aurait un effet positif dans les maladies inflammatoires chroniques de l'intestin.

## II. Précédents travaux

### 1. Etude de 2009

Des travaux effectués en 2009 ont porté sur la fabrication de yaourts et laits fermentés à base de lait de jument, additionné de lait de vache en quantité variable (Larché O., Aptitude aux fermentations et à la coagulation acide et stabilité physique des laits de juments Comtoises, 2009). Ces essais ont permis de mettre en évidence plusieurs points.

- Tout d'abord, la fabrication de produits fermentés à destination du grand public, dont la base liquide est constituée à 100% de lait de jument, ne semble pas envisageable d'après cette étude, du fait des problèmes de mauvais goûts constatés. Ces derniers, dont l'origine biochimique et l'évolution au cours du stockage restent à caractériser, sont pour l'instant un facteur limitant.
- L'oxydation de la matière grasse, sans doute plus marquée que pour le lait de vache, n'est pas seule responsable des goûts constatés.
- Au-delà du diagnostic sur les goûts du lait, un travail sur l'alimentation des juments a été jugé nécessaire.
- Les essais réalisés avec ajout de lait de vache ont permis d'obtenir des produits satisfaisants en termes de texture et de goûts, à partir de 20% d'incorporation de lait de vache. La texture est gélifiée, suffisamment ferme. Les goûts d'oxydation et métalliques deviennent moins présents. Les produits obtenus deviennent donc acceptables sur le plan organoleptique à partir d'une proportion de lait de 80% lait de jument / 20% de lait de vache.

### 2. Etude de 2016

Les essais réalisés dans le cadre du projet Julact 1 ont permis de fabriquer des produits satisfaisants d'un point de vue organoleptique, dans chaque catégorie de produit à savoir, yaourts, laits fermentés, crèmes desserts et boissons lactées. Plusieurs points ont été mis en évidence :

- L'association du lait de jument à d'autres laits permet de fabriquer des produits coagulés comme des yaourts et de diminuer le prix de revient;
- L'aromatisation avec des produits végétaux est intéressante et a permis la fabrication de boissons lactées et crèmes desserts de textures satisfaisantes;
- La transformation du lait, directement après la traite, a permis de diminuer de manière notable l'apparition de goût métallique lors de la conservation. Ceci a pu être observé dans la fabrication de laits fermentés, boissons lactées ou crèmes desserts.

La transformation du lait de jument en produits lactés est donc possible, et permet d'obtenir des produits appréciés d'un point de vue gustatif. De plus, ces produits peuvent présenter les atouts nutritionnels du lait de jument.

### III. Périmètre de l'étude JULACT 2

#### 1. Les producteurs

L'étude a été réalisée sur une période de 2 ans en plusieurs phases :

Une première partie a été réalisée en mars 2017 avec deux producteurs de lait différents (Ferme du Bois de Santé et ferme du Mont Poupet) : premiers tests de stabilisation du lait et développements de produits lactés.

Une deuxième partie a été réalisée entre octobre 2017 et novembre 2018 avec deux producteurs (fermes du Mont Poupet et « La Comtoiserie ») : poursuite des tests de stabilisation du lait et étude du lait cru.

Les laits ont été récupérés à la ferme dès la fin de la traite et mis à 4°C rapidement. Les différents traitements de stabilisation ont été réalisés le jour même de la traite.

#### *Ferme du bois de Santé à Foucherans (25)*

La ferme du bois de Santé se trouve sur le premier plateau du Doubs dans le village de Foucherans. Son altitude varie de 363 m au point le plus bas à 568 m au point culminant. Leur principale activité est l'élevage de vaches laitières AOP, le lait étant destiné à la production de Comté et Morbier.

En activité secondaire, l'exploitant produit du lait de jument pour la fabrication de produits cosmétiques. Cependant, une valorisation de ce lait sous forme de produits agro-alimentaires peut paraître économiquement plus intéressante.

Le lait de cette ferme a été utilisé pour la première phase de l'étude notamment pour les essais de formulation produits. Une seule de leurs juments avait pouliné au mois d'avril 2017. Toutes les juments sont en liberté dans un champ où elles se nourrissent essentiellement d'herbe fraîche et de trèfle. L'éleveur leur donne, en complément, de l'orge et du tourteau.

La méthode de traite des juments se fait par l'intermédiaire d'une machine à traire automatique avec une pression de manchon de 3 kPa.

#### *Ferme du Mont Poupet (39)*

La ferme du Mont Poupet se trouve sur le premier plateau du Jura dans le village de Marnoz. Son altitude varie de 276 m au point le plus bas, à 616 m au point culminant.

Les propriétaires produisent du lait de jument pour la fabrication de produits cosmétiques biologiques, qu'ils vendent eux-mêmes par la suite. Comme pour la ferme de Foucherans, cette activité est moins rentable économiquement qu'une activité agroalimentaire, car la confection de produit cosmétique est sous-traitée à un savonnier.

Pour la première phase, le lait utilisé provenait d'une jument qui a mis bas le 27 février 2017. Le stade de lactation était donc plus élevé que pour la jument de Foucherans.

Pour la seconde phase, les laits de 3 juments différentes ont été étudiés entre le début et la fin de lactation et un mélange du lait de 6 juments a été réalisé pour les tests de stabilisation (cf. tableau 2 et 3).

| <b>Informations producteur 2017</b> |                             |
|-------------------------------------|-----------------------------|
| <b>Producteur</b>                   | <b>Ferme du Mont Poupet</b> |
| nbre de juments                     | 7                           |
| race                                | trait comtois               |
| heure de traite                     | 10-11h                      |
| Date de poulinage                   | M1 : Ritournelle 27/02/17   |
|                                     | Délice 12/03/17             |
|                                     | Ondine 26/03/17             |
|                                     | M2 : Biscotte 20/04/17      |
|                                     | Déesse 21/04/17             |
|                                     | Cascade 03/05/17            |
|                                     | M3 : Dynastie 10/05/17      |

*Tableau 2 : Liste des juments de la ferme de Marnoz étudiées en octobre 2017*

| <b>Informations producteur 2018</b> |                                |
|-------------------------------------|--------------------------------|
| <b>Producteur</b>                   | <b>Ferme du Mont Poupet</b>    |
| nbre de juments                     | 6                              |
| race                                | trait comtois                  |
| heure de traite                     | 10-11h                         |
| Date de poulinage                   | M1 : Ritournelle 13/03/2018 OK |
|                                     | Sissi 17/03/2018 OK            |
|                                     | M2 : Ondine 29/04/2018 OK      |
|                                     | Délice 09/04/2018 OK           |
|                                     | Cascade 23/04/2018 OK          |
|                                     | M3 : Dynastie 06/05/2018 OK    |

*Tableau 3 : Liste des juments de la ferme de Marnoz étudiées en juin et octobre 2018*

Contrairement à l'autre exploitation, les juments sont nourries uniquement en prairie et avec du foin. Il n'y a pas d'apport de complément alimentaire.

Le mode de traite est le même que précédemment, c'est-à-dire une traite automatique avec une machine à traire. Il n'y a pas de précision sur la pression des manchons de traite.

**Ferme « La Comtoiserie » (70)**

La ferme se situe en Haute-Saône dans le village de Trésilley. Son altitude varie entre 267 m au point le plus bas et 399 m au point culminant. Les propriétaires ont 3 juments productrices de lait. Ils commercialisent le lait sous forme de lait pasteurisé et différents produits type crème dessert ou riz au lait.

Les juments se nourrissent d'herbe avec un complément (16% protéine/ 5% matière grasse - luzerne, tourteau tournesol, maïs, orge, tourteau soja, blé....).

Pour la seconde phase, les laits de 2 juments différentes ont été étudiés entre le début la fin de lactation et un mélange du lait de 3 juments a été réalisé pour les tests de stabilisation (cf. tableau 4 et 5).

| <b>Informations producteur 2017</b> |                              |
|-------------------------------------|------------------------------|
| <b>Producteur</b>                   | <b>Ferme La Comtoiserie</b>  |
| nbre de juments                     | 3                            |
| race                                | trait comtois                |
| heure de traite                     | fin matinée/début après-midi |
| Date de poulinage                   | T1 : Urémie 20/03/17         |
|                                     | T2 : Dune 01/05/17           |
|                                     | T2 : Allerte 8/05/17         |

Tableau 4 : Liste des juments de « La Comtoiserie » étudiées en octobre 2017

| <b>Informations producteur 2018</b> |                              |
|-------------------------------------|------------------------------|
| <b>Producteur</b>                   | <b>Ferme La Comtoiserie</b>  |
| nbre de juments                     | 3                            |
| race                                | trait comtois                |
| heure de traite                     | fin matinée/début après-midi |
| Date de poulinage                   | Urémie 4/06/18 OK            |
|                                     | T1 :Dune 01/05/18 OK         |
|                                     | T2 : Allerte 07/05/18 OK     |

Tableau 5 : Liste des juments de « La Comtoiserie » étudiées en juin et octobre 2018

Le mode de traite est le même que pour les deux autres producteurs, c'est-à-dire une traite automatique avec une machine à traire. Il n'y a pas de précision sur la pression des manchons de traite.

## 2. Les différents axes étudiés

L'objet de cette étude est divisé en 3 axes :

- Etude du lait cru :

Pour cette partie, les laits de différentes juments chez 2 producteurs ont été étudiés : 3 juments de la Ferme du Mont Poupet (M1, M2 et M3) et 2 juments de la ferme « La Comtoiserie » (T1 et T2). Cette phase a duré 1 an afin d'étudier la variabilité liée aux différents poulinages, au stade de lactation (début ou fin de poulinage), l'impact de la nourriture, la variabilité intra et inter producteurs.

- Recherche d'un procédé de stabilisation du lait :

Pour cette phase, des pré-essais ont été réalisés en mars 2017 avec le lait d'un producteur (Foucherans). Une mise au point du traitement optimum de pasteurisation réalisable en ferme a ensuite été menée sur le lait de la ferme du Mont Poupet puis sur celui de la ferme « La Comtoiserie » entre octobre 2017 et octobre 2018.

- Poursuite de la formulation de produits :

Différents essais de formulation ont été réalisés en mars 2017 sur des crèmes desserts, des laits gélifiés, du riz au lait et de la glace.

## 3. Matériels et méthodes

### 3.1 Etude du lait cru

Les laits ont été récupérés directement à la ferme sortie traite dans des seaux stérilisés, ils ont été répartis en bouteilles stériles à JO et analysés dès J+1.

### 3.2 Recherche d'un procédé de stabilisation des laits

L'objectif principal est de conserver les propriétés organoleptiques du lait le plus longtemps possible.

Dans une première phase, différents traitements du lait ont été étudiés afin de définir le traitement optimum. Lors des précédentes études, il a été démontré que la congélation du

lait cru n'était pas une bonne solution de conservation, le lait se dégradait rapidement avec apparition de mauvais goûts. L'hypothèse a été faite que ces goûts seraient liés à la dégradation de la matière grasse (lipolyse et oxydation). Il a été décidé de tester différents traitements thermiques (pasteurisation et stérilisation) afin de détruire la flore bactérienne responsable de la production de lipases, enzyme responsable de la lipolyse. L'écémage du lait a également été testé afin de s'affranchir de la dégradation de la matière grasse.

Dans une seconde phase, différents traitements de pasteurisation ont été testés afin d'affiner le traitement thermique: efficacité sur la qualité bactérienne, organoleptique et limitation de la dénaturation de la matière grasse des laits sans apparition de goût de « cuit ». Les laits ont été récupérés directement à la ferme, sortie traite, dans des seaux stérilisés. Les traitements thermiques pour la stabilisation des laits ont été réalisés le jour même sur des laits de mélange d'un même producteur. Les analyses ont été réalisées à J+1, J+7, J+21 et à J+28 selon les essais ou le type d'analyse.

### *- Procédé de pasteurisation des laits*

La pasteurisation est le traitement thermique de certains produits alimentaires consistant à détruire les micro-organismes, notamment pathogènes, par un couple temps/température (entre 60 et 90 °C), suivi d'un refroidissement brusque.

Pour la première phase, les essais ont été réalisés avec le « robot de cuisine Vorwerk Thermomix » (cf. photo 1). Il permet de chauffer à une température maximale de 120°C tout en mélangeant grâce à un ensemble de couteaux rotatifs à plusieurs vitesses. Ce type d'appareil est parfaitement adapté à une échelle d'essai en laboratoire.

Grâce à la bibliographie sur les barèmes de pasteurisation du lait de vache, il a été décidé de réaliser la pasteurisation du lait de jument à une température de 75°C pendant 30 secondes.

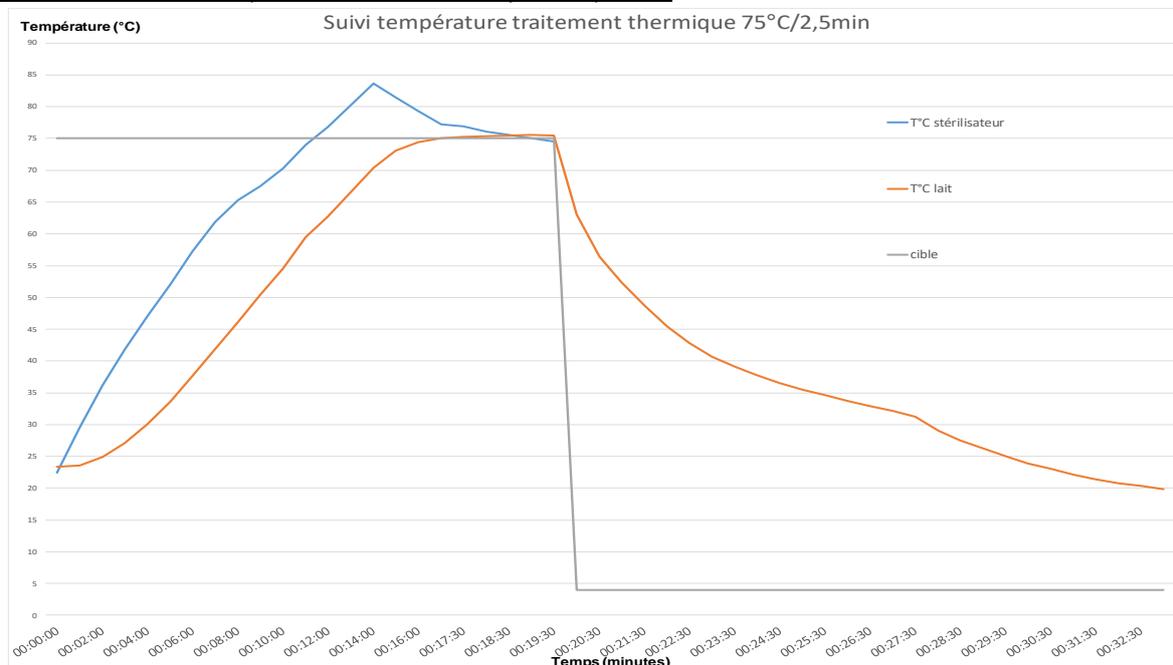


*Photo 1 : Matériel de pasteurisation des laits de juments phase 1*

Pour la deuxième phase, le matériel devait permettre de pasteuriser des quantités de lait plus importantes. Le stérilisateur-traiteur ZJ-280TD de la marque KitchenChefProfessional a été choisi pour sa simplicité et sa facilité d'utilisation en ferme. Chaque lait a été réparti en 14 bouteilles stériles de 250 ml. Les bouteilles ont été placées dans le stérilisateur contenant de l'eau froide pour que l'eau arrive au col de ces dernières. Une sonde de température a été placée dans l'eau et une autre dans une des bouteilles de lait (cf. photo 2 et 3). L'objectif étant que la température et le temps testés soient validés sur le lait. Un enregistrement des deux températures a été effectué (cf. figure 1). Les laits ont ensuite été refroidis rapidement dans une bassine d'eau glacée.



*Photos 2 et 3 : Matériel de pasteurisation des laits de juments phase 2*



*Figure 1 : Courbe de pasteurisation*

Différents traitements de pasteurisation ont été testés et adaptés en fonction des résultats chimiques, gustatifs et bactériologiques en tenant compte de la valeur pasteurisatrice correspondante (cf. tableau 6).

$$V_p = t * 10^{(T-70)/Z}$$

V<sub>p</sub> : valeur pasteurisatrice

t : durée du traitement en seconde

T : température de pasteurisation en degré Celcius

70 : température de référence en degré Celcius pour la pasteurisation

z : variation de température qui entraîne une variation du temps de réduction décimale d'un facteur 10, elle s'exprime en degrés Celsius

Pour les produits non acides, la température de référence est +70°C et z=10.

| Traitement thermique | Valeur pasteurisatrice |
|----------------------|------------------------|
| +75°C 30 sec         | 94.8                   |
| +75°C 2 min 30 sec   | 474                    |
| +80°C 1 min 30 sec   | 900                    |
| +80°C 3 min          | 1800                   |
| +90°C 3 min          | 18 000                 |
| +90°C 5 min          | 30 000                 |

*Tableau 6 : Traitements de pasteurisation testés*

### - Procédé de stérilisation des laits

Comme la pasteurisation, la stérilisation consiste à détruire les germes pathogènes d'un aliment par la chaleur. Avec cette méthode, le produit est chauffé à une température supérieur à 100°C pouvant aller jusqu'à une température de 140°C pour les laits stérilisés UHT (Ultra Haute Température). Tous les procédés de stérilisation sont effectués sur des temps très brefs pour ne pas altérer les valeurs nutritionnelles des aliments.

Dans le cas du lait de jument et suivant la littérature, il a été choisi de stériliser le lait à une température de 115°C pendant 30 secondes. Ainsi, la différence est bien marquée par rapport à la pasteurisation.

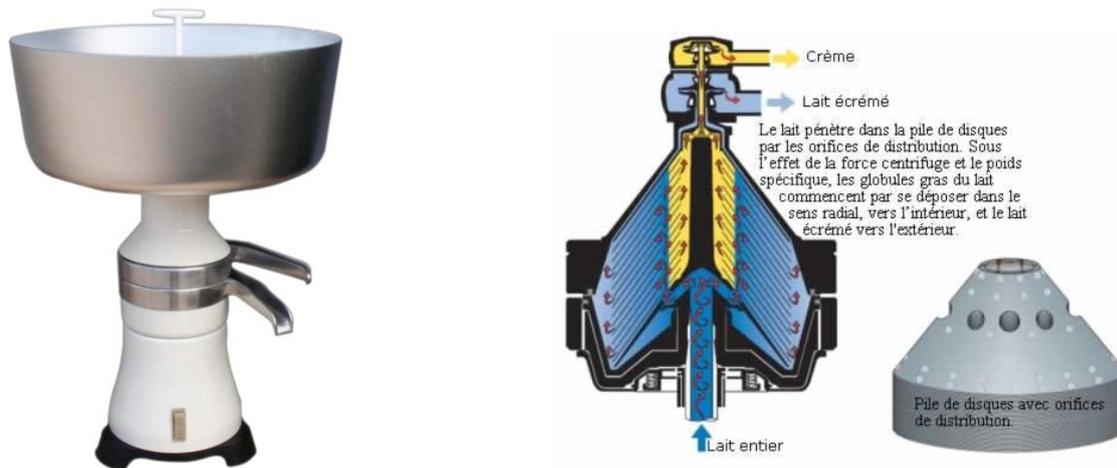
La stérilisation est faite par un appareil autoclave de la marque SANOCALVE. Le lait, déjà conditionné dans des bouteilles stériles d'environ 150 mL, est placé dans l'autoclave. La vapeur d'eau sous pression fait monter la température à la valeur souhaitée. Une fois la stérilisation terminée, le lait est refroidi quelques minutes à température ambiante puis congelé ou stocké à température ambiante.

### - Procédé d'écémage du lait

L'écémage du lait se fait naturellement au cours du temps, la crème remonte spontanément à la surface pour former deux phases : crème et lait écrémé sur le dessous. Afin d'accélérer le processus, on utilise un séparateur centrifuge.

Au laboratoire, une petite écémuse ELECREM est utilisée avec un système d'assiettes. L'écémuse comprend un récipient contenant le lait à une température d'environ 45°C (pour faciliter la séparation).

Sous l'action de la force centrifuge, les globules gras sont entraînés vers l'axe de rotation pour ensuite sortir au niveau de la sortie de la crème. Le lait écrémé sort vers la périphérie car il est plus lourd que les globules gras. Il est ensuite récupéré par la sortie du lait écrémé. Le système d'assiettes facilite et optimise le procédé d'écémage en répartissant le lait en couche mince sur les différents plateaux (cf. photos 4 et 5)



*Photos 4 et 5 : Ecrémeuse de paillasse et principe de l'écémage du lait*

Une fois la crème et le lait séparés, le lait écrémé est conditionné dans des pots en plastique de 100 g et placé au congélateur.

### 3.3 Formulation de produits

Les essais de formulation ont été réalisés sur de petites quantités de lait du fait de la disponibilité limitée de cette matière première. Les essais ont donc été réalisés avec le robot de cuisine Vorwerk Thermomix (cf. photo 1).

Tous les produits ont été fabriqués à partir du lait de la ferme de Foucherans.

## 4. Les analyses réalisées

Afin de caractériser les produits formulés, les laits et de vérifier l'efficacité des traitements de stabilisation, différentes analyses ont été effectuées.

### 4.1 Suivi dégustation

Les laits ont été suivis en dégustation deux fois par semaine. Pour chaque lait, il a été relevé le jour d'apparition d'un mauvais goût (métallique ou autre) et le jour où le lait devient non acceptable (mauvais goût trop prononcé).

## 4.2 Analyses physico-chimiques

Une mesure du pH et une analyse rapide infrarouge sur Milkoscan de composition ont été effectuées sur chaque lait. Le Milkoscan est conçu pour l'analyse des laits ou de la crème. Il permet de réaliser une analyse simple et rapide. Il donne des valeurs précises sur le taux de matière grasse, de protéines, le taux de lactose et l'extrait sec total du produit. A l'ENIL de Mamirolle, cet appareil est calibré pour analyser les laits de vache, avec un taux de matière grasse bien plus élevé que celui attendu sur la lait de jument. Donc, pour le lait de jument, les valeurs trouvées seront moins précises. Cependant, il est intéressant de faire cette analyse pour effectuer une comparaison des laits entre eux ou observer une évolution dans le temps.

Des analyses plus approfondies ont été réalisées sur la matière grasse afin de comprendre la relation entre le degré d'oxydation et l'apparition de goût métallique.

Il est nécessaire, pour bien comprendre l'intérêt de ces différentes analyses, de bien connaître le phénomène de dégradation de la matière grasse :

- Lipolyse : libération des acides gras libres (schéma 1) :

La matière grasse du lait est composée de triglycérides. L'action de la lipase hydrolyse les triglycérides alimentaires en glycérol et 3 acides gras libres. Les lipases peuvent être naturellement présentes dans le lait ou produites par la flore bactérienne (notamment les psychrotrophes).

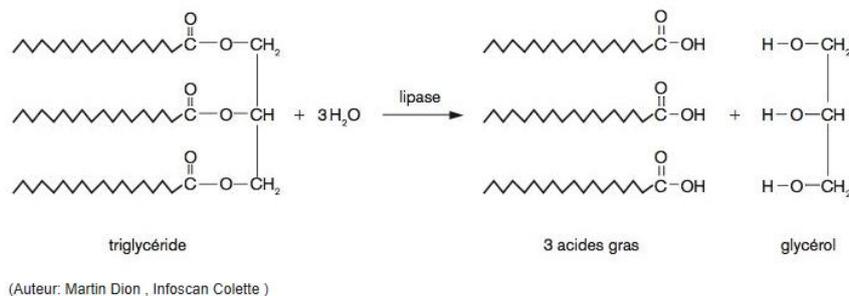
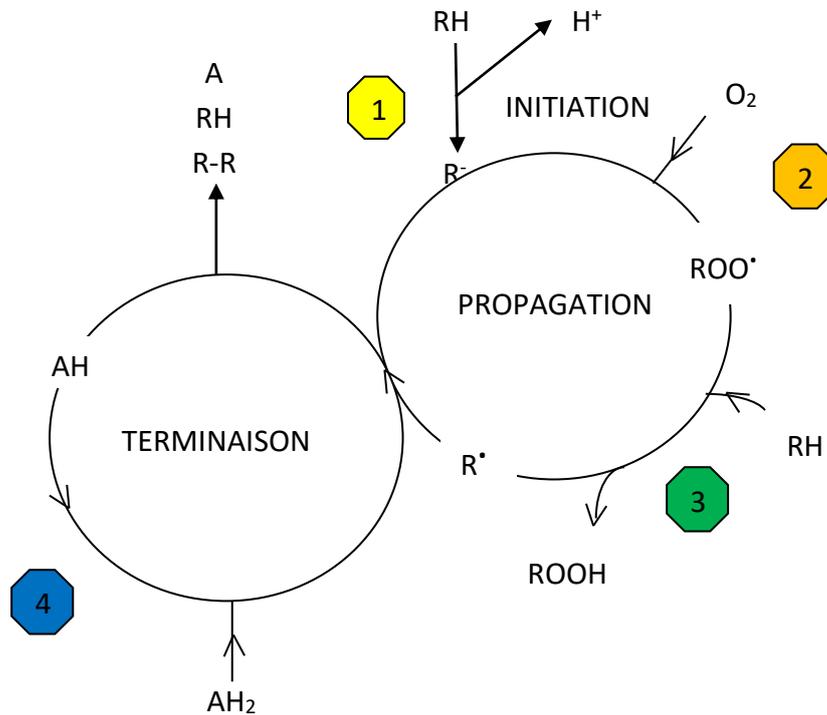


Schéma 1 : Hydrolyse du triglycéride

- L'oxydation des acides gras libres :

Les lipides contenant beaucoup d'acide gras poly-insaturés sont plus susceptibles d'être oxydés, c'est le cas des lipides du lait de jument qui présentent 44,2 % d'acides gras polyinsaturés. Par ailleurs, les acides gras insaturés sont enclins à la photo-oxydation pendant l'exposition à la lumière. Le degré d'oxydation des lipides est influencé par la composition en acides gras, la concentration en oxygène présent mais également par la température et la présence d'anti-oxydants (vitamine C, E) et de pro-oxydants (Fe).

Le processus d'oxydation des lipides peut être décrit en trois grandes phases (schéma 2).



Légende :

RH = acides gras polyinsaturés

R· = Radical alkyle

O<sub>2</sub> = dioxygène

ROO· = Radicalperoxyde

ROOH = hydroperoxyde

A = produit secondaire

R-R = produit secondaire

AH = donneur de proton

*Schéma 2 : Représentation des trois phases du processus d'oxydation sous forme cyclique*

**1** La phase d'initiation consiste à extraire un atome d'hydrogène d'un acide gras polyinsaturé (RH) pour former un radical alkyle (R·). Un réarrangement des doubles liaisons de l'acide gras polyinsaturé permet la stabilisation du radical alkyle.

**2** Le processus d'oxydation se poursuit avec la phase de propagation lorsque le radical alkyle (R·) réagit avec l'oxygène. Cette réaction conduit à la formation d'un radical peroxyde (ROO·). Ce radical favorise à son tour l'extraction d'un atome d'hydrogène d'un acide gras polyinsaturé.

3 Un hydroperoxyde d'acide gras (ROOH) est formé en même temps qu'un nouveau radical alkyle est créé. De cette façon, la phase de propagation passe par des réactions en chaînes répétitives dont les principaux produits sont les hydroperoxydes s'accumulant au cours de cette phase du processus d'oxydation primaire. L'indice de peroxyde est une technique analytique permettant d'évaluer la quantité de peroxyde présent.

4 Les hydroperoxydes se décomposent ensuite en une variété de produits d'oxydation secondaires (cétones, aldéhydes, ...). Lors de la phase de terminaison, dans des conditions d'excès d'oxygène, les radicaux peroxydes vont s'associer à d'autres radicaux libres (ROO· ou R·) pour former un composé non réactif. Dans des conditions de faibles niveaux d'oxygène, les produits de terminaison sont le résultat de la composition de deux radicaux alkyles. L'étape de terminaison est représentée ci-contre :  $R\cdot + R\cdot \rightarrow RR$

Le processus d'oxydation montre généralement une phase de latence suivie d'une augmentation exponentielle du taux d'oxydation où les produits de décomposition des acides gras se forment rapidement (figure 2). Les hydroperoxydes sont les produits d'oxydation primaire développés lors de la phase de propagation. Le temps nécessaire au processus d'oxydation est lié au degré d'insaturation des acides gras. Il se produit donc rapidement dans les lipides présentant une proportion élevée d'acides gras insaturés. Ces hydroperoxydes ne sont pas connus pour participer aux développements des caractéristiques du rancissement (odeur/couleur). Ils vont se décomposer en un radical alkoyle (RO·). La transformation de ces radicaux RO· peut servir différentes voies alternatives conduisant à une large gamme de produits d'oxydation secondaire. Le clivage de la chaîne aliphatique dans les acides gras par le radical RO· conduit à la formation d'un aldéhyde et d'un radical sur la chaîne aliphatique. Ce radical alkyle (R·) peut à son tour former un hydrocarbure, un alcool, un hydroperoxyde. Le radical alkoyle peut également être converti en cétone (volatil) ou en époxyde (non volatil). Ce sont ces molécules qui peuvent être responsables de mauvais goûts.

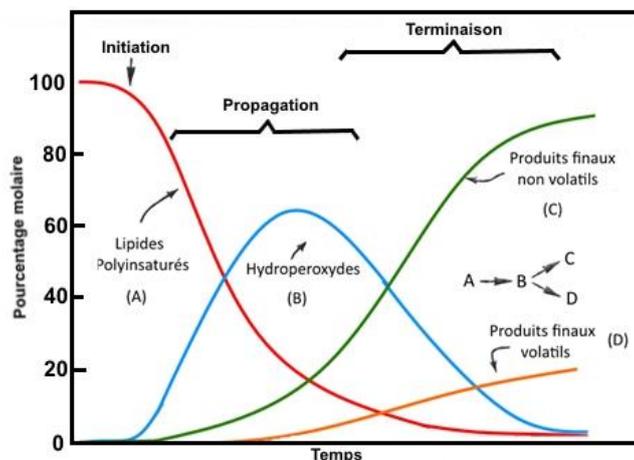


Figure 2: Développement théorique de produits d'oxydation primaire et secondaire en fonction du temps dans l'oxydation des lipides.

Les analyses réalisées sont donc :

- Indice de lipolyse

L'indice de lipolyse permet de déterminer la teneur en acide gras libre. Plus la lipolyse est importante, plus la teneur en acide gras libre est élevée et plus l'acidité de la matière grasse augmente. L'indice de lipolyse est caractérisé par un dosage acide-base. La mesure de l'acidité de la matière grasse renseigne donc sur l'intensité de la lipolyse.

Calcul indice de lipolyse (IL) en mEq/100 g de Mg

$$IL = \frac{V_{eq} * C * 100}{m}$$

V<sub>eq</sub> : volume de solution de soude versé en mL

C : concentration de la solution de soude (=0,02 mol/L)

m : masse de la prise d'essai en g

Calcul degré de lipolyse (DL) en %

$$DL = IL * 282$$

IL : indice de lipolyse en Eq/100g de MG

282 : masse molaire de l'acide oléique en g/mol

- Indice de peroxyde

Dans la première étape de l'oxydation des lipides, les doubles liaisons conjuguées se forment grâce à la rupture d'un hydrogène d'acide gras poly-insaturé. La mesure à l'Ultra-Violet des diènes et des triènes conjuguées est dans ce cas un moyen de détecter les produits d'oxydation primaire. La mesure de l'indice de peroxyde donne une valeur quantitative des hydroperoxydes présents dès la première étape de l'oxydation. L'indice de peroxyde peut être mesuré par la méthode spectrophotométrique au thiocyanate ferrique. Cette méthode est basée sur la capacité des hydroperoxydes à oxyder l'ion fer II en ion Fer III. Les ions ferriques forment des chromophores lorsqu'ils sont complexés par le thiocyanate, qui peuvent être mesurés par spectrophotométrie. Le complexe thiocyanate ferrique est rouge-violet avec une longueur d'onde d'absorbance maximale à 500-510 nm.

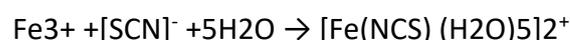
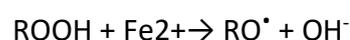


Schéma 3 : équations de réaction : formation du complexe thiocyanate ferrique.

La valeur de l'indice de peroxyde (PV) peut être calculée par l'équation suivante :

$$PV = \frac{(A_{\text{échantillon}} - A_{\text{blanc}}) * 0.5}{55.845 * p * m}$$

PV en mEq peroxyde/kg

p : pente de la courbe de la gamme d'étalonnage

m : masse de la prise d'essai en g

55,845 : masse molaire du fer

0.5 : facteur de correction

- Indice d'anisidine

Cette méthode est basée sur la réaction entre la p-anisidine et les composés aldéhydes présents dans l'échantillon en milieu acide. La réaction produit une couleur jaune avec une absorbance à 350 nm.

Calcul de l'indice d'anisidine (p-AV):

$$p\text{-AV} = \frac{25 * (1.2 * A_s - A_b)}{m}$$

As : absorbance de la solution de graisse après réaction avec le réactif p-anisidine

Ab : absorbance de la solution de graisse

m : masse de la prise d'essai en g

25 : volume de la solution (ml)

- Profil acide gras par CPG

Pour chaque lait un profil d'acides gras a été réalisé pour étudier l'impact de l'alimentation de la jument, sur les laits crus et l'impact des traitements thermiques testés.

Un travail sur la méthode d'extraction de la matière grasse a été nécessaire afin de récupérer le maximum de matières grasses présentes dans le lait pour réaliser toutes ces analyses. Ce travail est développé dans le paragraphe IV.

### 4.3 Analyses bactériologiques

Afin de vérifier l'impact des différents traitements thermiques de stabilisation testés, des analyses microbiologiques ont été réalisées dans un laboratoire externe à l'ENIL : laboratoire ACTALIA certifié COFRAC. Ainsi le dénombrement de la flore totale à +30°C a été effectué sur

les différents laits crus et laits traités thermiquement ainsi que des recherches de flores pathogènes.

Par ailleurs, nous avons également procédé au dénombrement des bactéries psychrotrophes. En effet, l'oxydation des triglycérides est due à l'action de la lipase, enzyme connue pour être produite par les bactéries se développant à basse température.

## **IV. Mise au point d'une méthode d'extraction de la matière grasse**

### **1. Introduction : répondre au cahier des charges.**

L'adaptation des techniques analytiques permettant d'extraire la matière grasse du lait de jument afin de caractériser son état d'oxydation a été réalisée en suivant un cahier des charges préétabli.

Les méthodes analytiques développées doivent :

- Etre rapides, non seulement afin de répondre aux exigences de la fabrication agroalimentaire, mais aussi pour éviter une évolution, au cours des phases d'extraction et de stockage, des composants analysés permettant de qualifier l'état d'oxydation des matières grasses.
- Etre miniaturisées et/ou dotées d'une sensibilité suffisante pour établir l'adéquation entre la quantité de matière grasse pouvant être extraite et la quantité de matière première disponible pour chaque analyse. Cela permettra également de réduire les quantités de réactifs consommés et de déchets à éliminer.
- à coût réduit.

Cette partie présente les différentes techniques mises en œuvre de l'extraction de la matière grasse.

### **2. Les méthodes d'extraction des lipides mises en œuvre.**

#### **2.1 Extraction liquide-liquide.**

##### Principe général

L'extraction liquide-liquide est un procédé de séparation consistant au transfert d'un soluté d'un solvant à un autre, les deux solvants étant non miscibles ou partiellement miscibles entre eux. Fréquemment l'eau (ou un mélange aqueux) est opposée à un solvant organique

non polaire, conduisant au transfert de solutés non polaires, tels que les lipides de la phase aqueuse vers la phase organique. On assiste à une redistribution des solutés entre les deux phases caractérisées par le coefficient de distribution  $K$ .

Pratiquement, le coefficient de distribution,  $K$ , peut donc être défini comme une expression de la préférence relative du soluté pour chacun des solvants.

$$K = \frac{C_1}{C_2}$$

où  $C_1$  et  $C_2$  sont les concentrations d'équilibre du soluté dans chacune des phases.

Dans des solutions idéales, le coefficient de distribution, à une température donnée, est pratiquement constant, c'est-à-dire indépendant de la concentration.

Comme dans tous les procédés d'extraction, cette technique comprend une étape de mélange (mise en contact) suivie d'une étape de séparation des phases. Il est important de considérer les deux étapes dans la sélection des solvants de densité différentes et la miscibilité du soluté d'intérêt dans chacun des solvants.

Dans certains cas, l'efficacité d'un processus d'extraction liquide-liquide peut être améliorée en modifiant certains paramètres ( pH, température, volumes et proportions relatives des solvants utilisés, force ionique de la phase aqueuse.... ).

Parmi les méthodes d'extraction liquide-liquide, la méthode Bligh et Dyer (Bligh, Dyer 1959), comme celle de Floch, a été considérée comme la méthode standard pour la détermination des lipides totaux. Le méthanol, le chloroforme et l'eau sont ajoutés à l'échantillon dans une extraction en deux étapes. Après la séparation des phases, les lipides sont quantifiés dans la phase composée de chloroforme.

Les matrices contenant une fraction aqueuse supérieure ou égale à 80% sont mises en contact avec ce système binaire (méthanol / chloroforme). La présence d'eau induit une partition en un système biphasique. Si les protéines et les sucres sont de préférence distribués dans la phase aqueuse et les lipides dans la couche organique, l'ajout de chlorure de potassium dans l'étape de séparation peut modifier la distribution des lipides.

## 2.2 Extraction des lipides totaux par action de détergent.

### Principe

La méthode abordée (Evers 2003), ici, méthode d'extraction du BDI (Bureau of Dairy Industry) consiste en l'utilisation d'un mélange constitué d'un détergent (TritonX) d'un dénaturant protéique (Urée) et de sels de phosphate (métaphosphate de sodium). Si le détergent a un effet direct sur la solubilisation des lipides, l'urée en entraînant une

dénaturation des niveaux tertiaires et secondaires de chaînes polypeptidiques facilite la rupture des interactions entre les lipides et les protéines du lait. Les sels de phosphates vont permettre le relargage (salting out) et donc une meilleure séparation des lipides de la phase aqueuse en minimisant les interactions entre le détergent et l'eau.

### 2.3 Extraction des lipides totaux – Méthodes d'hydrolyse acide suivie d'une extraction par solvant.

#### Principe

Comme alternative aux méthodes d'extraction par solvant, les procédures d'hydrolyse impliquent un procédé en deux étapes par lequel l'échantillon est d'abord traité avec des réactifs acides afin de décomposer la matrice protéique avant l'extraction des lipides avec un solvant organique. Les procédures hydrolytiques permettent la rupture des liaisons établies entre les lipides et les glucides ou les protéines notamment. Un tel prétraitement des échantillons est particulièrement nécessaire pour les produits laitiers afin de faciliter l'extraction des lipides neutres contenus dans les membranes des globules gras du lait (Vaghela, Kilara 1995). Une hydrolyse complète ou partielle des composants les plus sensibles de la matrice (protéines, glucides) permet au solvant d'extraction d'entrer en contact avec tous les lipides. La procédure par hydrolyse acide utilisée est basée sur l'hydrolyse par un mélange d'un acide minéral et d'un acide organique suivie d'une centrifugation, puis d'une extraction au dichlorométhane à partir de la phase surnageante obtenue.

### 3. Résultats – Extraction des lipides totaux.

Les extractions ont été conduites sur un lait de jument commercialisé par la société normande CHEVALAIT. Ce lait présente une teneur en matière grasse de 12 g.L<sup>-1</sup>.

Les méthodes d'extraction par un mélange d'acide, ou par solvant (extraction liquide-liquide : méthode de Blye et Dyer) donnent un rendement moyen d'extraction respectif de 60% (cf. tableau 7) et 40%\* alors que le rendement moyen d'extraction pour la méthode BDI est de 5%\*.

(\*) Données non communiquées dans tableau 7

Les techniques d'analyse nécessitant une grande quantité de matière grasse, le choix s'est porté sur la méthode présentant le meilleur rendement, c'est-à-dire, l'extraction des lipides par une hydrolyse acide suivie d'une extraction par solvant.

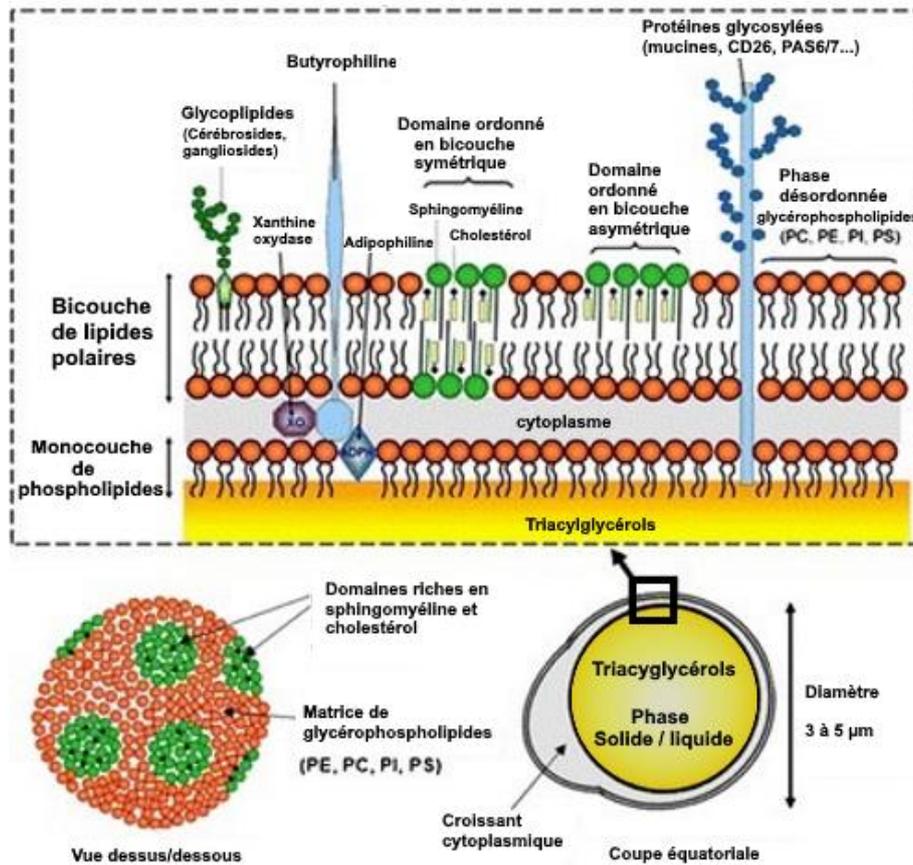
|                | <i>Masse de lait (g)</i> | <i>Masse de matière grasse attendue (mg)</i> | <i>Masse de matière grasse obtenue (mg)</i> | <i>Rendement (%)</i> |
|----------------|--------------------------|--|---|----------------------|
| <b>Essai 1</b> | 50,115                   | 601,380                                      | 362,63                                      | 60,3                 |
| <b>Essai 2</b> | 50,231                   | 602,772                                      | 358,65                                      | 59,5                 |
| <b>Essai 3</b> | 50,005                   | 600,060                                      | 381,64                                      | 63,6                 |
| <b>Essai 4</b> | 50,146                   | 601,752                                      | 361,65                                      | 60,1                 |
| <b>Essai 5</b> | 50,387                   | 604,644                                      | 356,14                                      | 58,9                 |
|                |                          |  | <b>Moyenne</b>                              | 60,5                 |

*Tableau 7 : Rendements obtenus par la méthode d'extraction par hydrolyse acide.*

### **Interprétations – Extraction des lipides totaux.**

Globalement, l'extraction de la matière grasse est assez délicate, et elle l'est d'autant plus que le cahier des charges imposé par l'évolution du projet restreint les possibilités envisageables.

La composition et la structure de globules gras du lait de jument peuvent en expliquer, en partie, les raisons. En effet, d'une part, tout comme les globules gras du lait de femme, les globules gras sont délimités par une membrane constituée de trois couches de phospholipides. De plus, elle présente, sur la face externe, une structure oligosaccharidique (Malacarne et al 2002). Cette structure de surface hydrophile lui confère sans doute des propriétés permettant de maintenir les globules gras dispersés dans l'eau en favorisant l'émulsion. Elle peut être mise en jeu dans des interactions éventuelles avec d'autres solutés hydrophiles, ou solvants hydrophiles utilisées au cours des phases d'extraction. De telles structures ne sont pas présentes au niveau des membranes des globules gras du lait de vache. D'autre part, au premier jour de lactation, la taille des globules gras est légèrement supérieure à 3  $\mu\text{m}$ . Elle diminue, ensuite, pour être comprise entre 2 et 3  $\mu\text{m}$  (Doreau et al 2006). Pour comparaison, les globules gras du lait de vache ont un diamètre compris entre 3 et 5  $\mu\text{m}$ .



*Schéma 4 : Structure de la membrane du globule gras (milk fat globule membrane : MFGM) du lait de femme. Une triple couche de lipides polaires constitue l'ossature du MFGM. (PC phosphatidylcholine; PE phosphatidyléthanolamine; PS phosphatidylsérine; PI phosphatidylinositol). (Lopez 2011)*

Les structures oligosaccharidiques de surface et les petites dimensions des globules gras pourraient expliquer, notamment, le mauvais résultat de l'extraction de BDI probablement dû à une libération insuffisante de graisse des globules gras de la matrice. Ainsi, la méthode BDI ne peut pas convenir aux extractions lipidiques du fait des faibles rendements d'extraction.

Cependant, les évaluations des profils d'acides gras, pour les extraits des différentes méthodes, ont été effectuées afin de fournir des conclusions certaines quant à la validité de la méthode. Les profils d'acides gras obtenus, par chromatographie en phase gazeuse, permettent d'identifier une majorité d'acides gras présents.

## V. Etude du lait cru

Les laits de deux producteurs différents ont été étudiés et pour chaque producteur, plusieurs laits provenant de différentes juments ont été analysés.

Cette étude s'est étalée sur 1 an avec 3 périodes d'analyses correspondant à 2 poulinages différents :

- ➔ Octobre 2017 : période correspondant à la fin de lactation des juments du premier poulinage étudié,
- ➔ Juin 2018 : période correspondant au début de lactation des juments du deuxième poulinage étudié,
- ➔ Octobre 2018 : période correspondant à la fin de lactation des juments du deuxième poulinage étudié.

L'objectif a été d'étudier l'impact du mode d'élevage, de la jument, du nombre de poulinages et enfin de la date de poulinage sur le lait.

### 5.1 Evaluation sensorielle

Les laits ont été dégustés 2 fois par semaine. Il apparaît une variabilité importante entre les répétitions pour chaque période notamment pour le lait M1 et dans une moindre mesure pour le lait M2 (cf. figure 3). Il faut noter que le lait produit est fortement impacté en termes de quantité produite et composition par l'état de stress de la jument.

Malgré ces écarts, une différence forte sur la date d'apparition de mauvais goûts peut être notée entre les juments. Ce mauvais goût apparaît et devient très fort en moyenne plus tôt sur les laits de la ferme « La Comtoiserie » en comparaison à ceux de la ferme du Mont Poupet (cf. figures 3, 4, 5 et 6). Cela peut s'expliquer entre autre par la différence d'alimentation.

Pour un même producteur, les laits sont également différents entre les juments. Pour le producteur du Mont Poupet, la jument M3 produit un lait qui se dégrade beaucoup plus vite (cf. figures 3 et 5). Cela peut s'expliquer par la teneur en matière grasse très différente comme nous pourrions le voir dans l'analyse de sa composition.

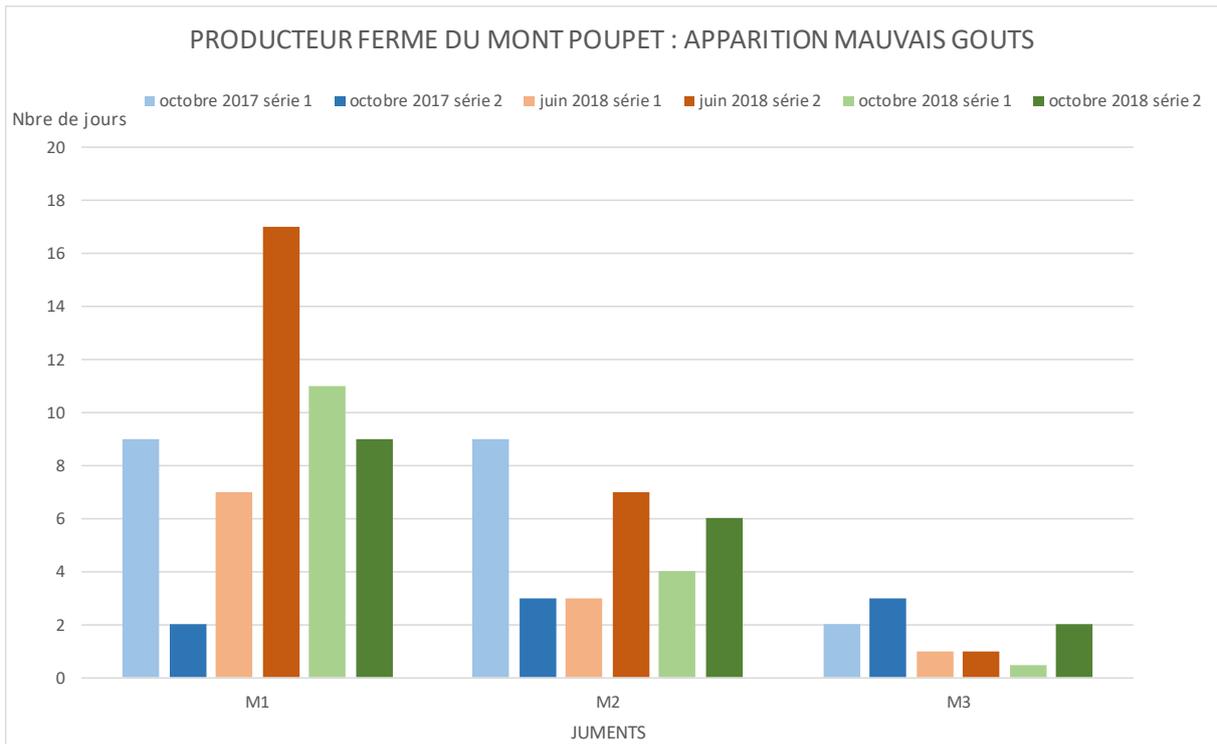


Figure 3 : évaluation sensorielle lait de la ferme du Mont Poupet : suivi date apparition mauvais goûts

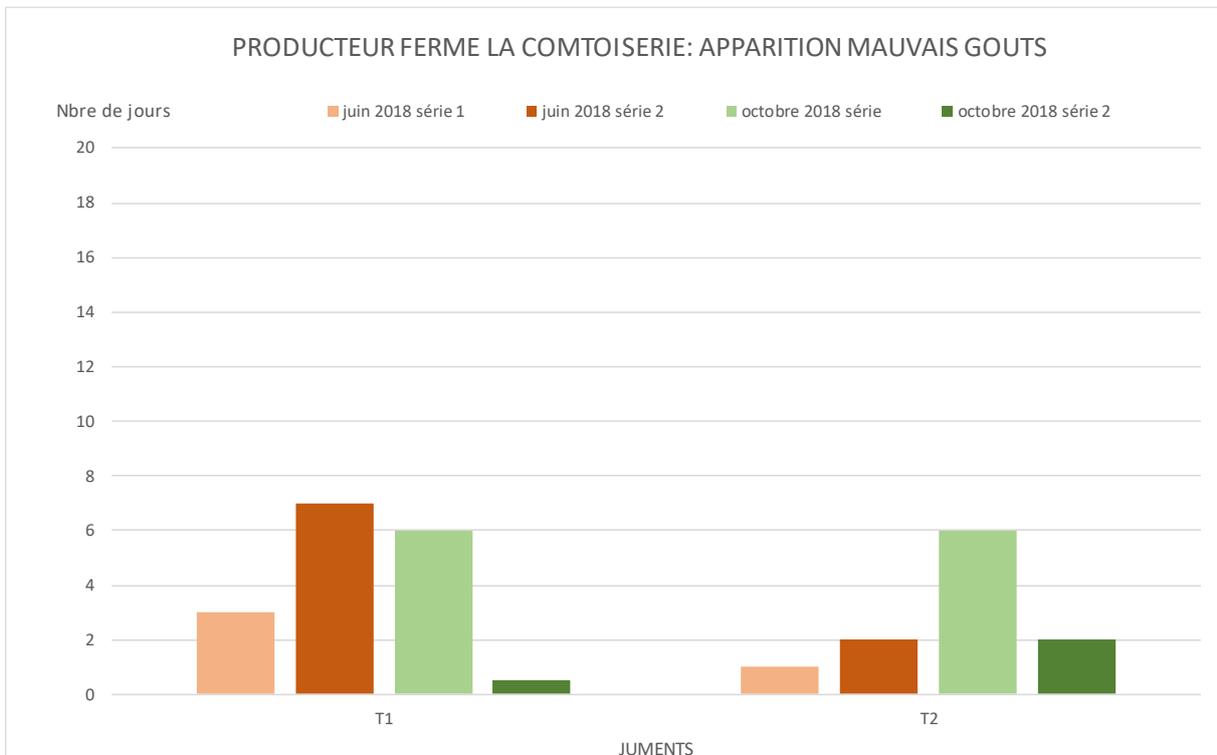


Figure 4 : évaluation sensorielle lait de la ferme « La Comtoiserie » : suivi date apparition mauvais goûts

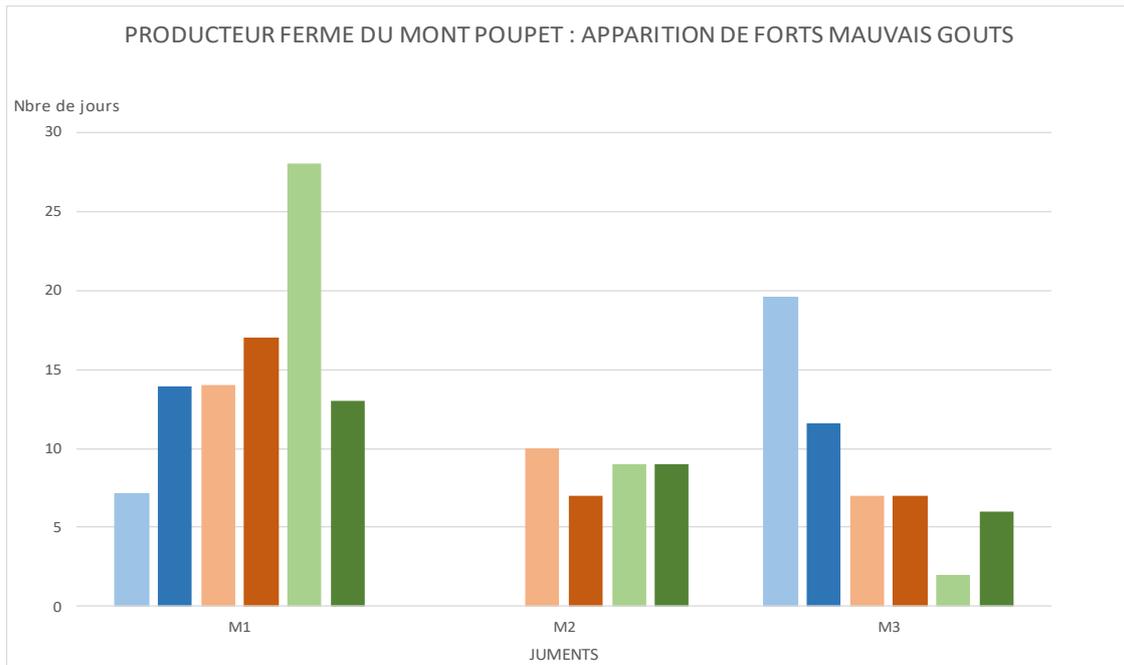


Figure 5 : évaluation sensorielle lait de la ferme du Mont Poupey : suivi date apparition de forts mauvais goûts

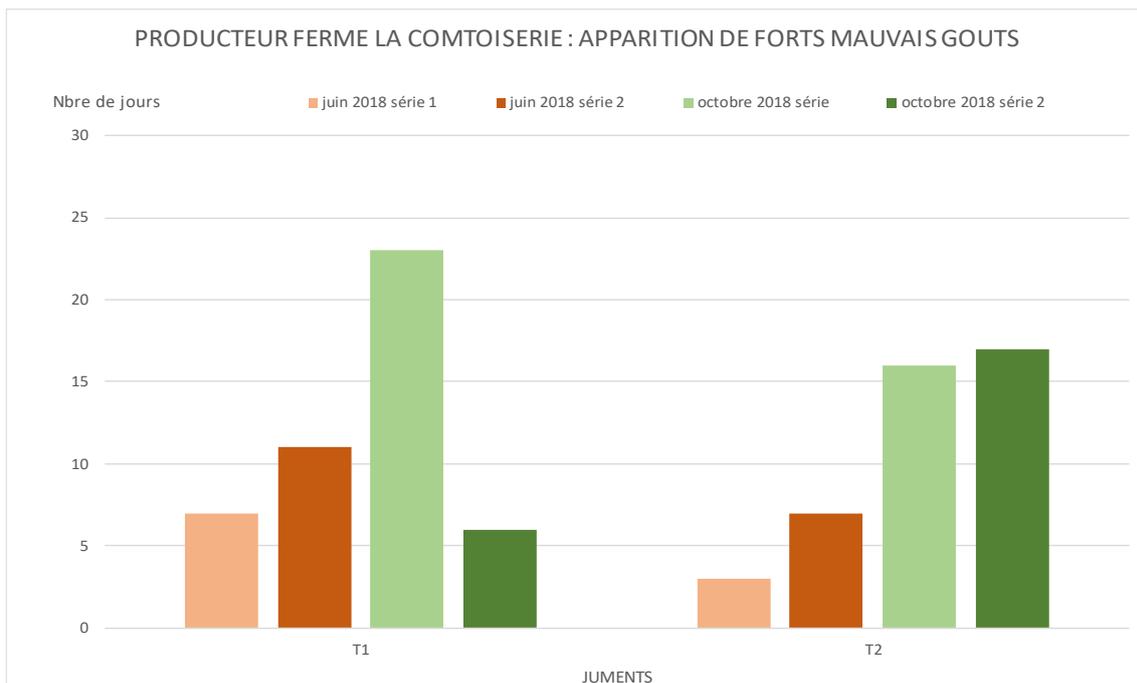
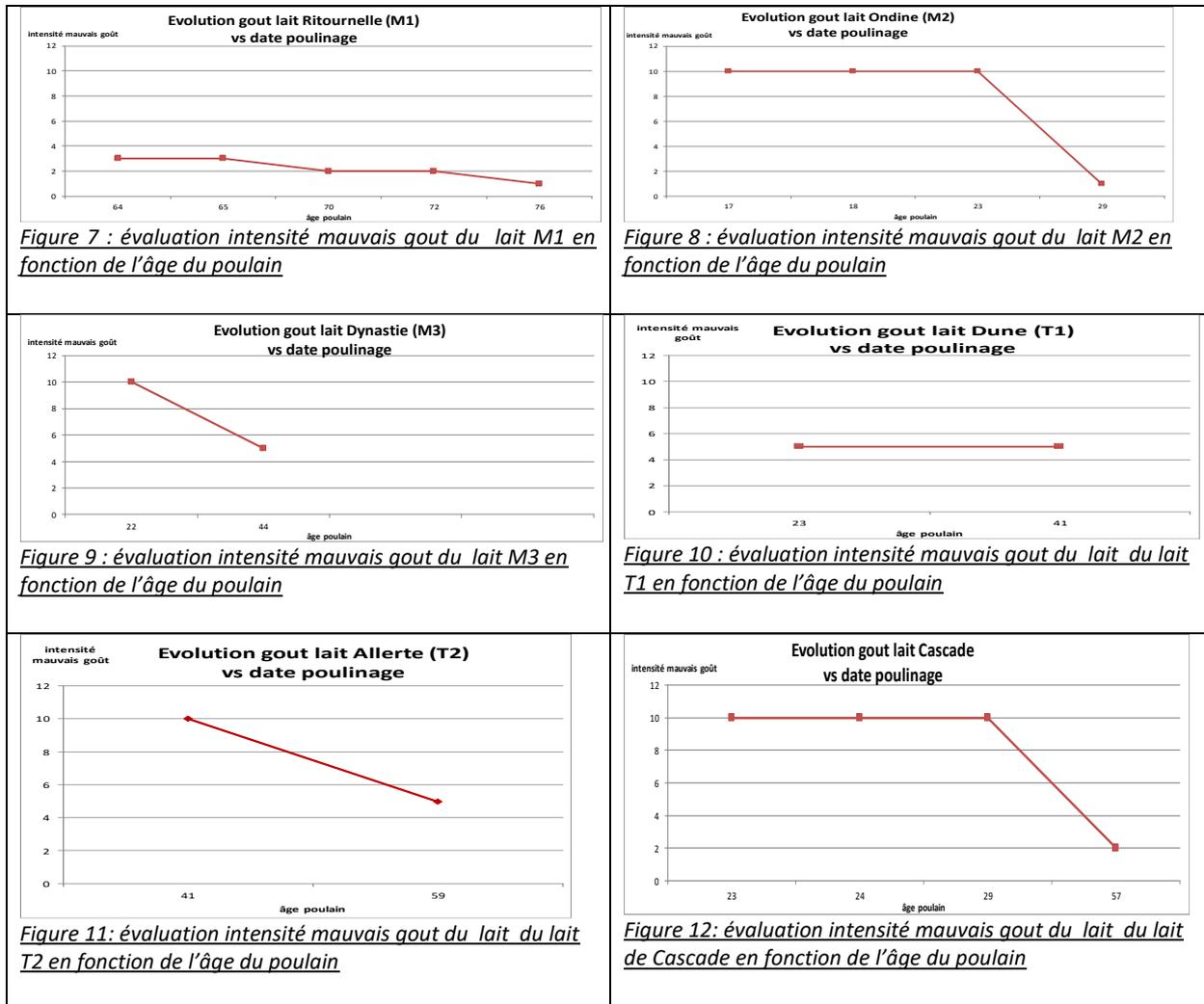


Figure 6 : évaluation sensorielle lait de ferme « La Comtoiserie » : suivi date apparition de forts mauvais goûts

D'après la bibliographie, la jument sécrète le colostrum (lait très riche en immunoglobulines) pendant quelques jours après le poulinage. Ensuite les immunoglobulines disparaissent mais les taux de matière grasse, vitamines et protéines ne redeviennent équivalents à un lait normal qu'au bout de 45 jours. Ce lait est appelé « lait de transition ». Lors de l'étude de juin 2018, il a été également mis en évidence l'impact très important de la date de poulinage sur le goût du lait. En effet, le lait présente un fort

mauvais goût dès J0 et ce pendant environ 30 à 45 jours après le poulinage selon les juments (cf. figures 7 à 12).

Il apparaît important pour la qualité gustative des produits de ne pas utiliser le lait pendant minimum les 30 premiers jours qui suivent le poulinage.



## 5.2 Analyse composition : taux de matière grasse

Comme noté sur les résultats « dégustation », une forte variabilité est mise en évidence entre chaque répétition. Le lait M3 paraît tout de même en moyenne toujours plus élevé en taux de matière grasse en comparaison aux autres laits de la ferme du Mont Poupet (cf. figure 13). Cela signifie qu'il y a également un impact « jument ». En effet, toutes les juments ont le même régime alimentaire pour un même producteur. Cette différence peut expliquer la moins grande stabilité gustative du lait M3, la quantité de matière grasse susceptible d'être oxydée étant plus importante.

Il est à noter une variabilité moins importante sur les laits de la ferme « La Comtoiserie ». Cela est peut-être lié à l'alimentation des juments qui est plus standardisée par des compléments (cf. figure 14).

Les laits de « La Comtoiserie » présentent en moyenne une teneur en matière grasse moins élevée que ceux de la ferme du Mont Poupet. Cela peut aussi s’expliquer par la différence d’alimentation.

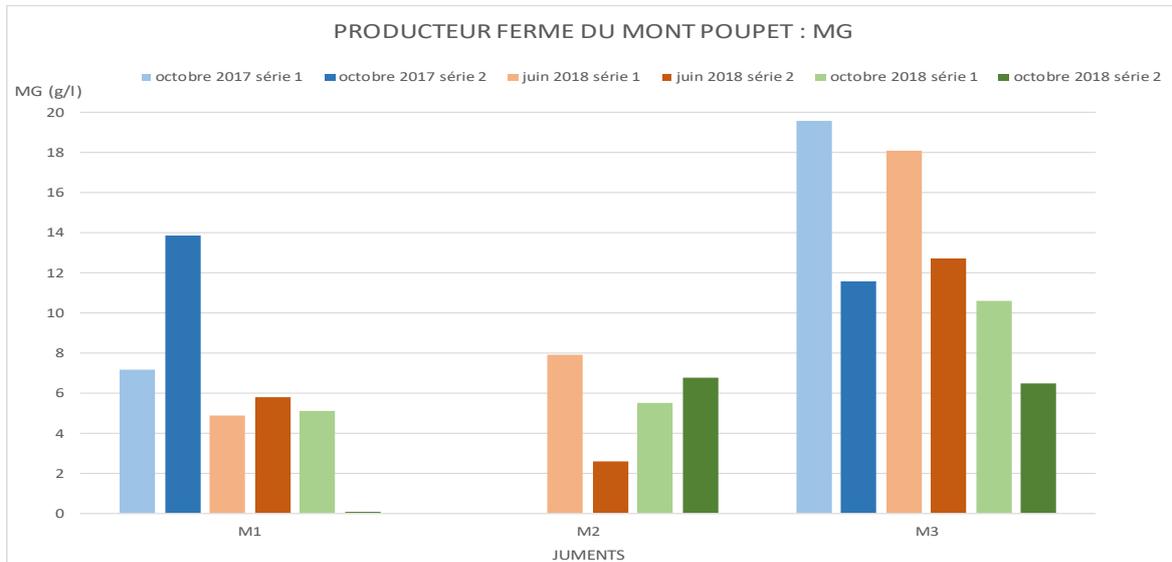


Figure 13: Teneur en MG en fonction des laits de la ferme du Mont Poupet

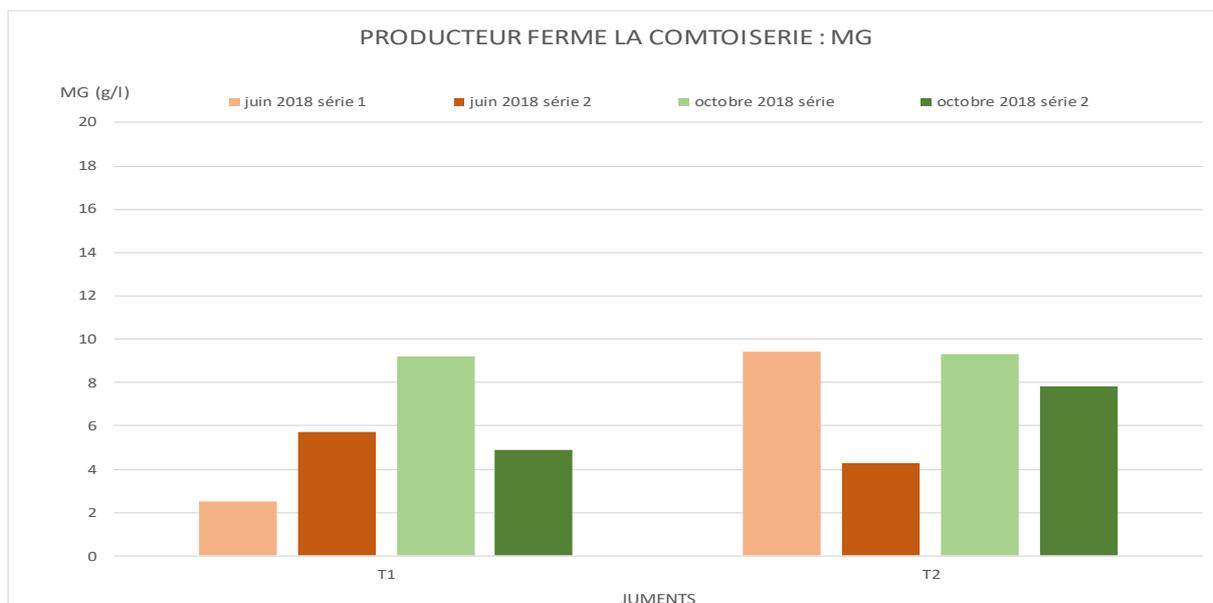


Figure 14: Teneur en MG en fonction des laits de la ferme « La Comtoiserie »

### 5.3 Analyses chimiques : dégradation de la matière grasse

L'analyse de l'indice de lipolyse montre une certaine homogénéité entre les juments d'un même producteur ainsi qu'entre les 2 producteurs. Toutefois, il ressort que les indices de lipolyse des juments M3 et T2 de la période juin 2018 sont beaucoup plus élevés (cf. figures 15 et 18). Ces laits proviennent de juments ayant pouliné récemment, il s'agit donc de « lait de transition ». Ces laits se sont également dégradés gustativement très rapidement. Cela montre une hydrolyse des triglycérides plus importante et donc une libération d'acides gras libres susceptibles d'être oxydés avec une production d'aldéhydes et de cétones responsables de mauvais goûts.

En ce qui concerne les analyses des indices de peroxyde et d'anisidine, qui traduisent l'oxydation primaire et secondaire des acides gras, elles ont été principalement réalisées sur la période d'octobre 2018 car la quantité de matière grasse sur les périodes précédentes était insuffisante.

La répétabilité entre les deux séries n'est pas parfaite surtout en ce qui concerne l'indice de peroxyde. Il est difficile de faire une corrélation avec les résultats précédents (cf. figures 16,17, 19 et 20).

Il apparaît donc une corrélation entre lipolyse et mauvais goûts mais il n'est pas possible à date de savoir si ces défauts sont liés à l'oxydation primaire ou secondaire de la matière grasse.

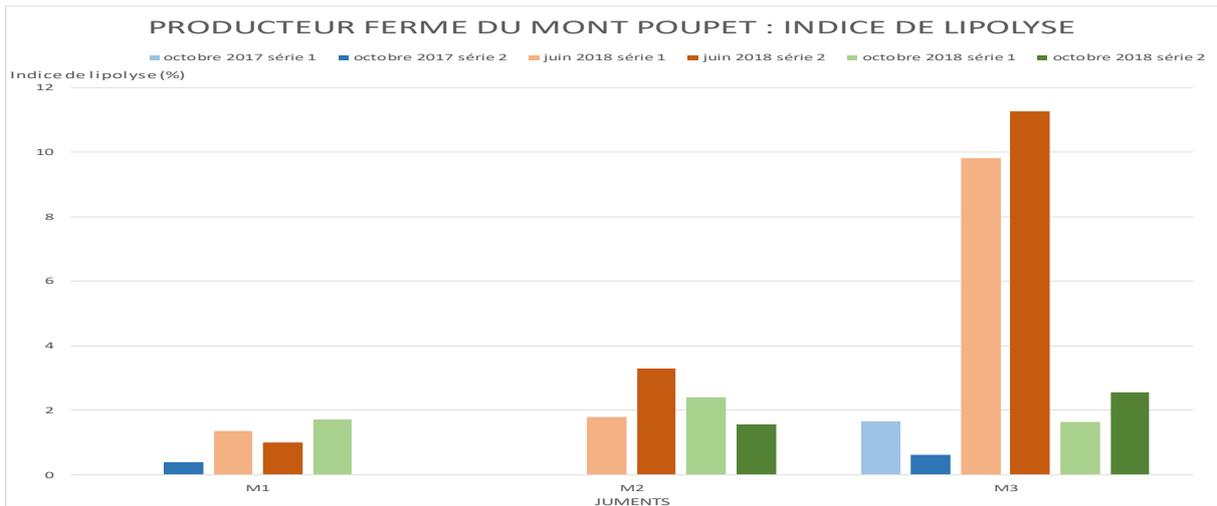


Figure 15: Mesure indice de lipolyse sur les laits de la ferme du Mont Poupet

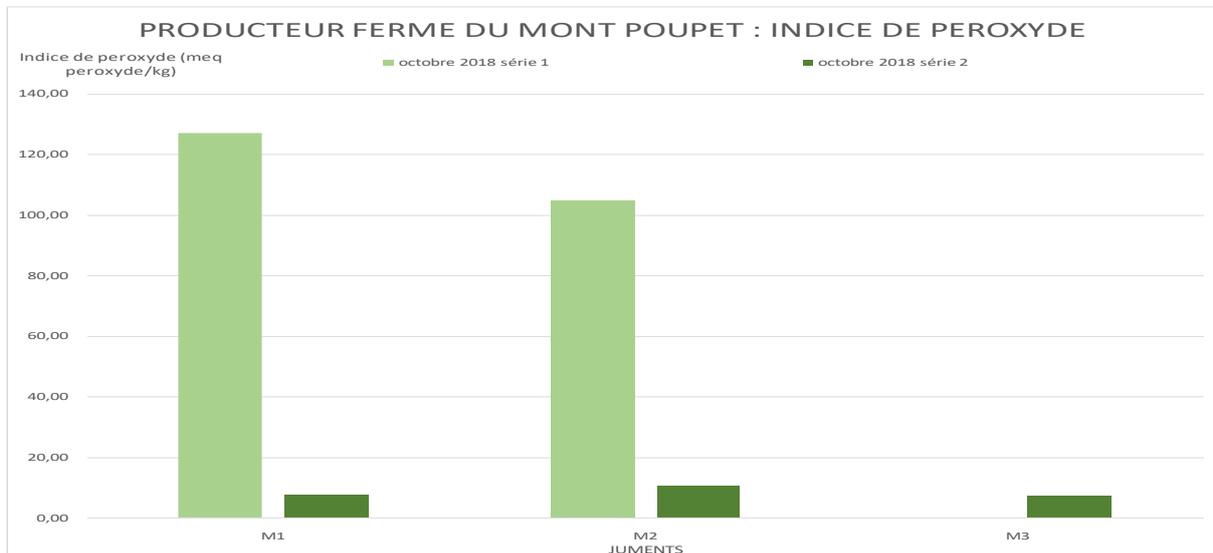


Figure 16: Mesure indice de peroxyde sur les laits de la ferme du Mont Poupet

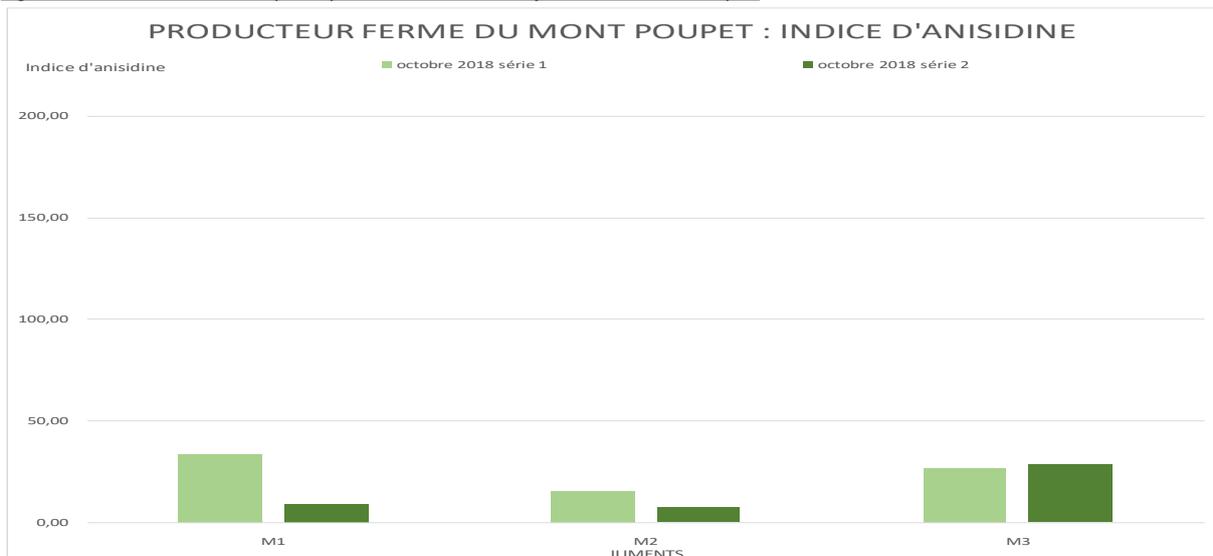


Figure 17: Mesure indice d'anisidine sur les laits de la ferme du Mont Poupet

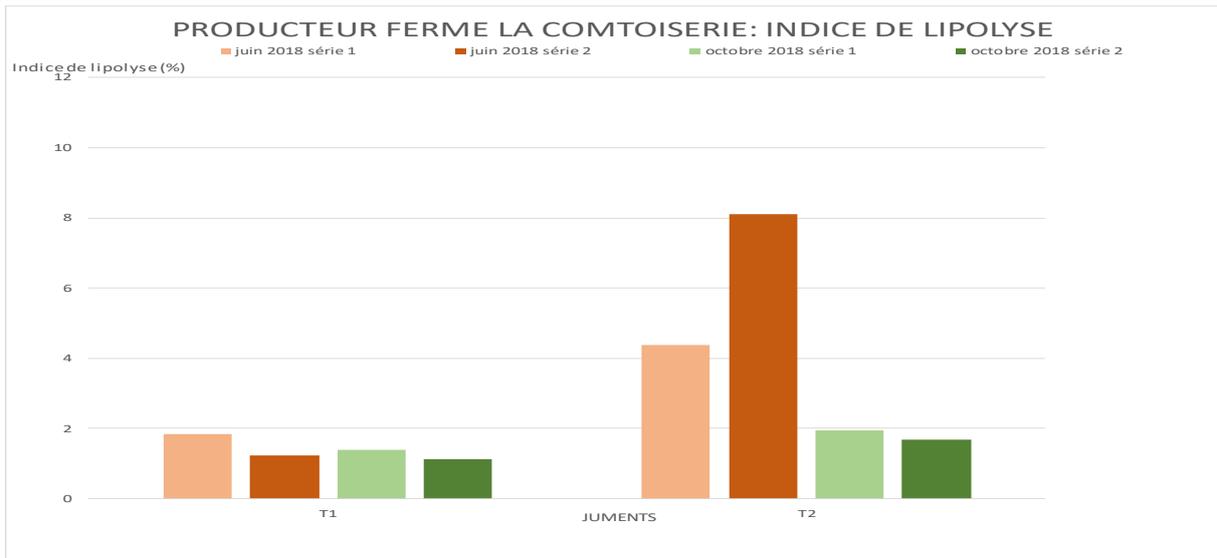


Figure 18 : Mesure indice de lipolyse sur les laits de la ferme « La Comtoiserie »

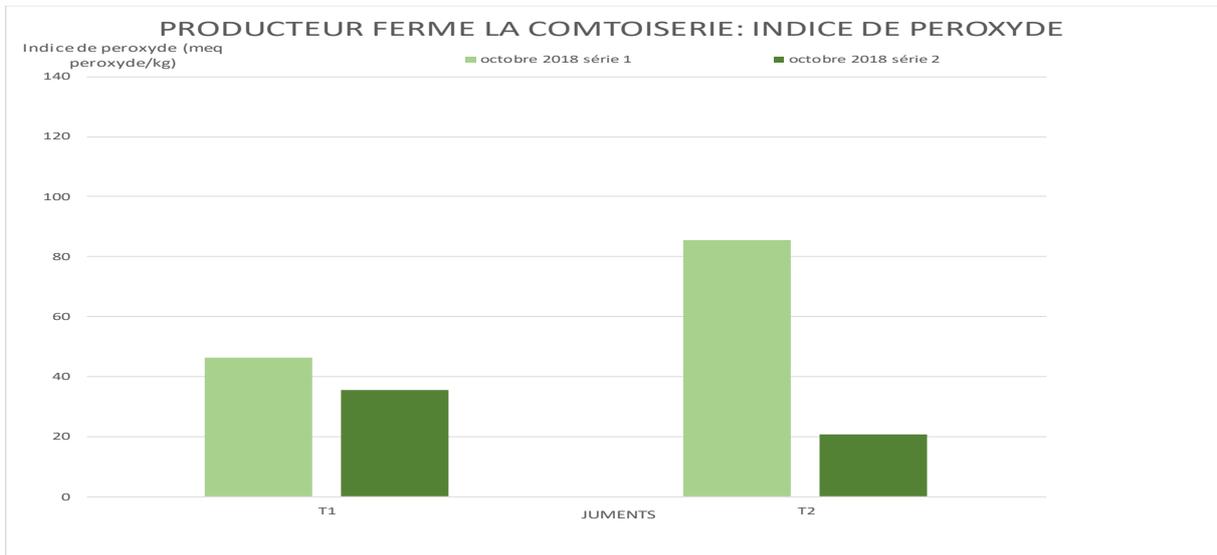


Figure 19 : Mesure indice de peroxyde sur les laits de la ferme « La Comtoiserie »

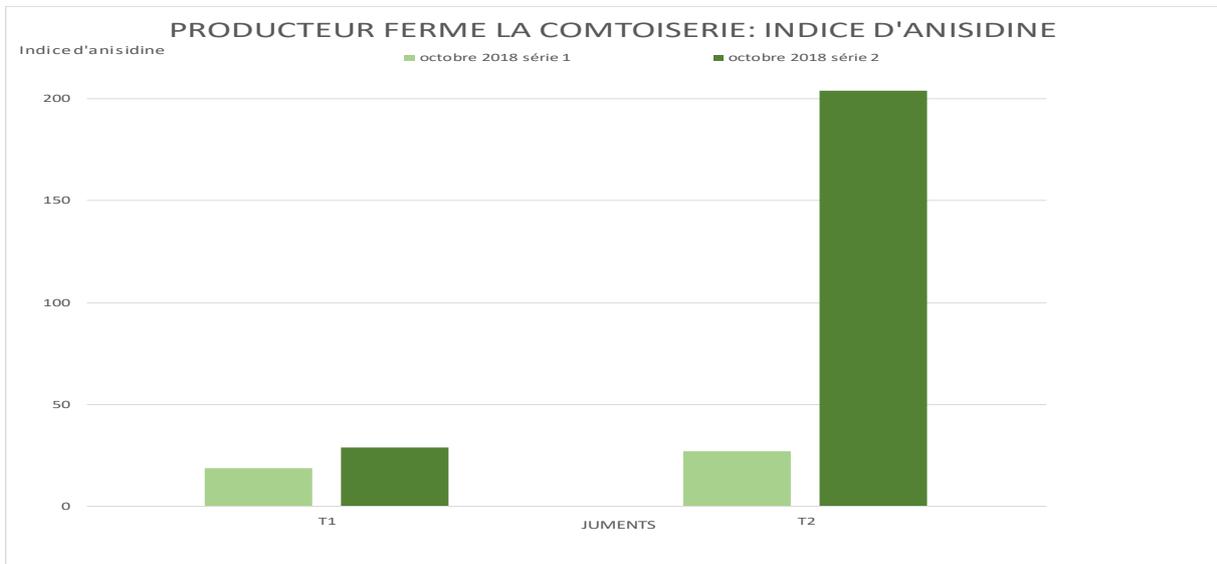


Figure 20 : Mesure indice d'anisidine sur les laits de la ferme « La Comtoiserie »

## 5.4 Analyses chromatographiques : profil en acides gras

Des spectres chromatographiques des acides gras ont été réalisés sur chaque lait afin d'étudier la variabilité intra et inter-producteurs ainsi que la variabilité au cours de la lactation.

Au vu des résultats, il apparaît quelques petites différences entre les laits mais qui ne semblent pas liées à un producteur particulier. Cela correspond plutôt à des différences entre juments. En ce qui concerne la période d'octobre 2018, les laits de la ferme « La Comtoiserie » semble se démarquer sur leur pourcentage d'acide gras linoléique en comparaison à ceux de la ferme du Mont Poupet. Cela est en corrélation avec ce que l'on trouve dans la bibliographie, l'alimentation par des compléments donne des laits plus riches en acide gras linoléique et moins riche en acide gras linoléique (cf. figures 21 à 22).

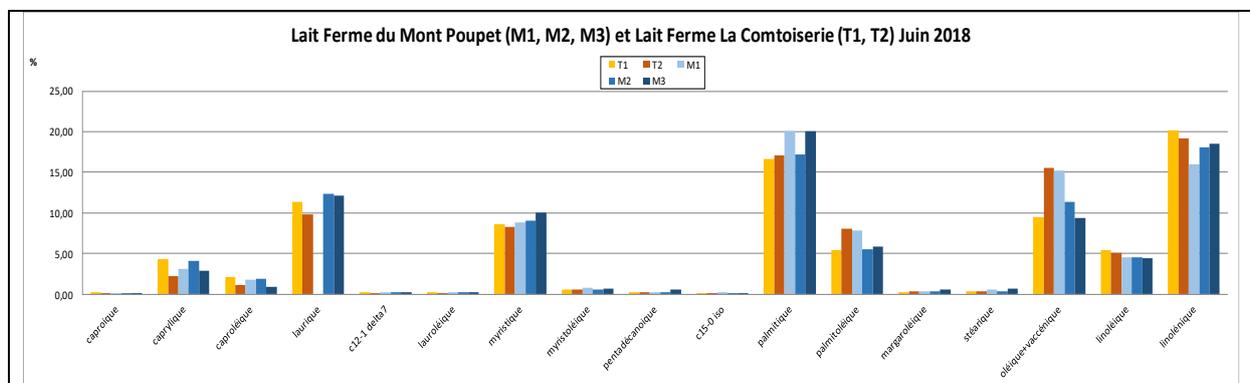


Figure 21 : Profils chromatographiques des laits étudiés sur la période de juin 2018

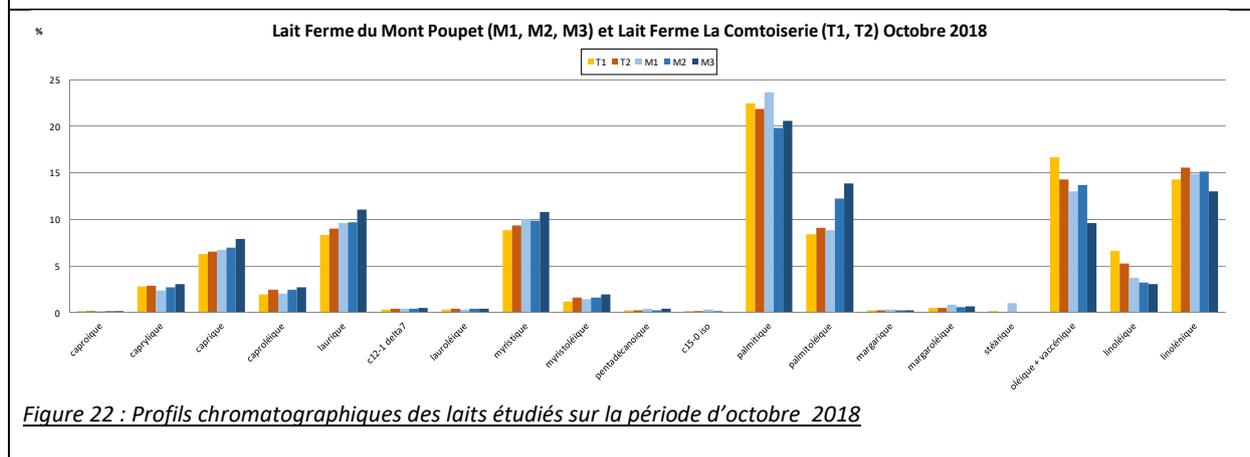


Figure 22 : Profils chromatographiques des laits étudiés sur la période d'octobre 2018

La comparaison des spectres par jument entre juin et octobre 2018 montre par contre des différences communes sur les mêmes acides gras.

Les laits en début de lactation sont moins riches en acide gras palmitique et palmitoléique et plus riches en acides gras linoléique et linoléique. Ces derniers sont des acides gras à longue chaîne insaturée et sont plus sensibles à l'oxydation. Cela laisse supposer que les laits en début de lactation sont plus sensibles à la dégradation (cf. figures 23 à 27).

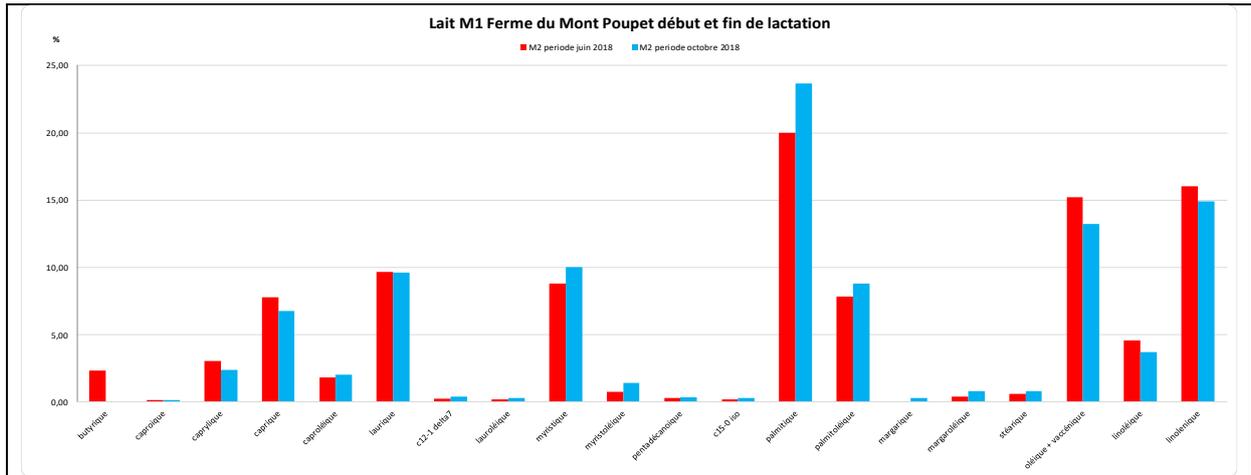


Figure 23 : Profils chromatographiques du lait M1 de la ferme du Mont Poupet entre début et fin de lactation

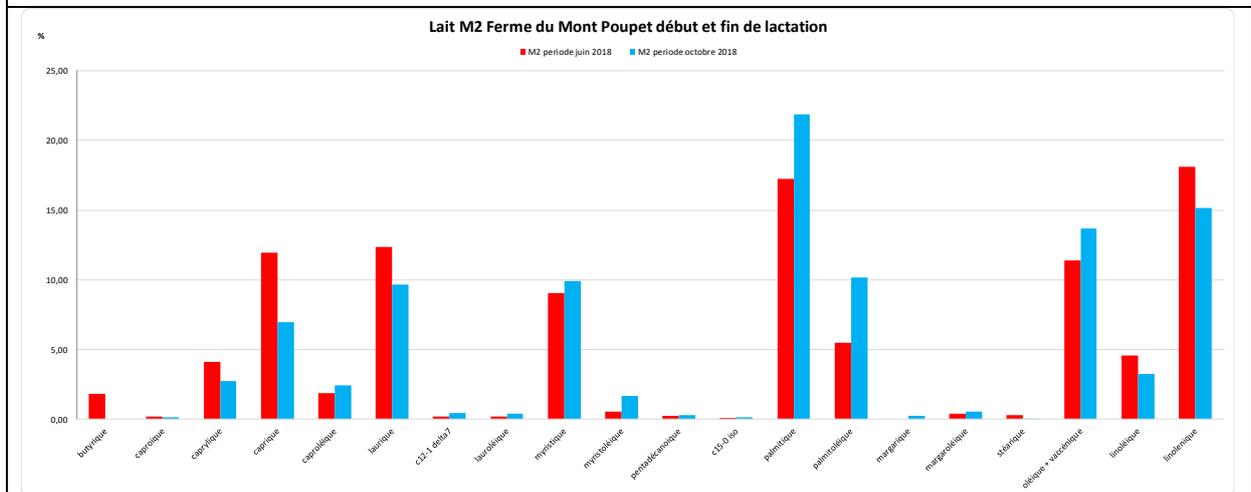


Figure 24 : Profils chromatographiques du lait M2 de la ferme du Mont Poupet entre début et fin de lactation

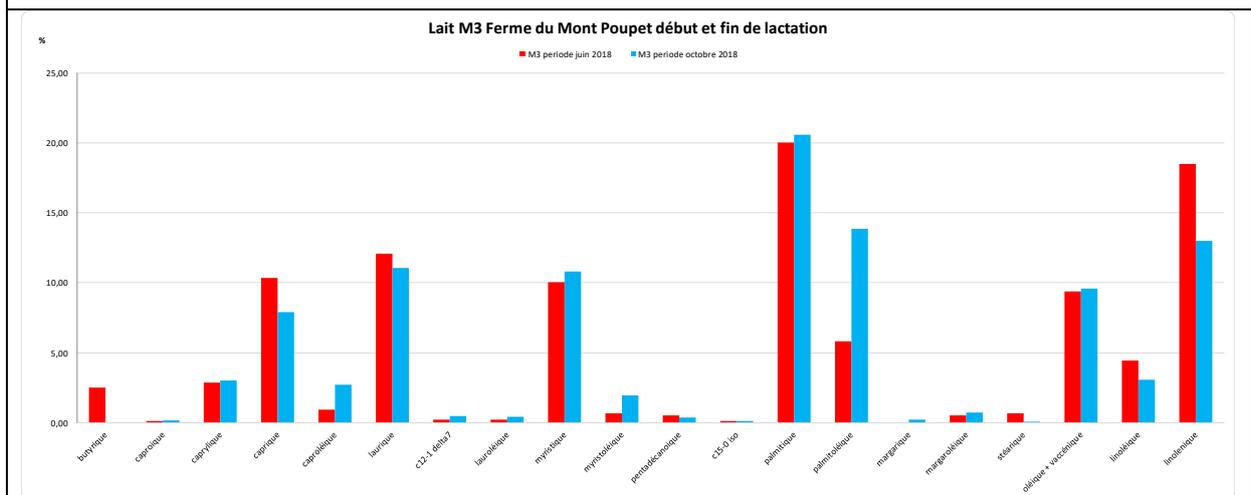


Figure 25 : Profils chromatographiques du lait M3 de la ferme du Mont Poupet entre début et fin de lactation

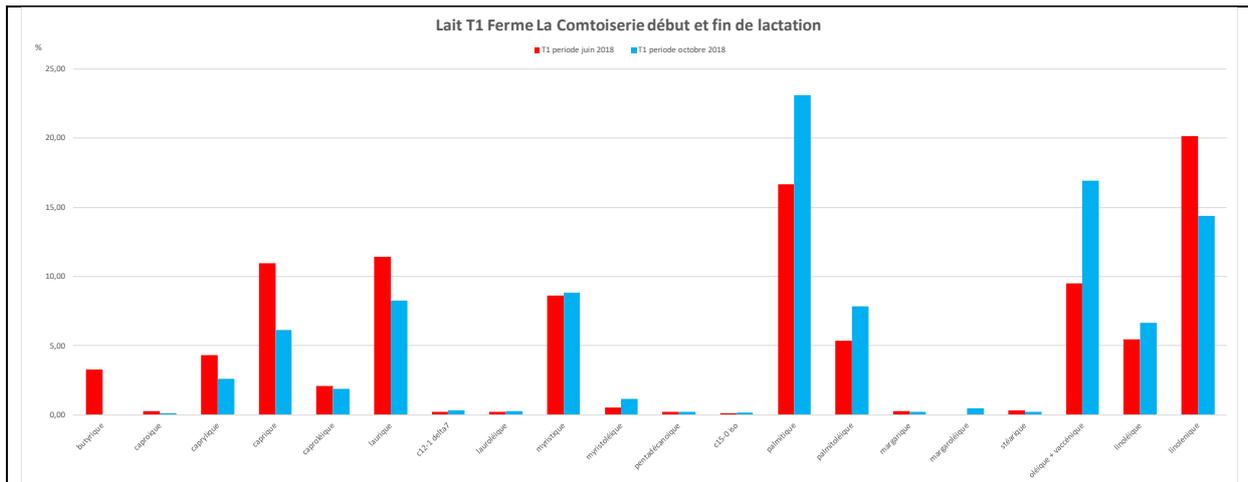


Figure 26 : Profils chromatographiques du lait T1 de la ferme « La Comtoiserie » entre début et fin de lactation

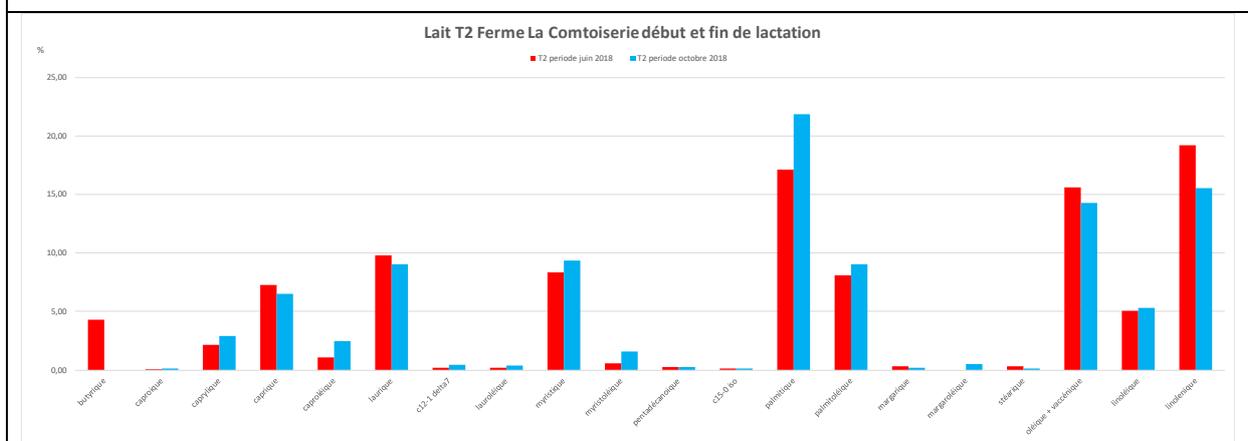


Figure 27 : Profils chromatographiques du lait T2 de la ferme « La Comtoiserie » entre début et fin de lactation

## 5.5 Analyses microbiologiques

Un dénombrement de la flore totale à +30°C et de la flore psychrotrophes a été réalisé sur les différents laits.

Les laits de la ferme « La Comtoiserie » sont en moyenne très fortement chargés en flore totale à +30°C et en particulier la jument T1 (cf. figures 28 et 29). Cela peut être lié à beaucoup de facteurs : condition d'élevage, condition de traite, maladie de la jument,...

Par contre, en ce qui concerne la flore psychrotrophe, responsable de la production de lipase, les résultats sont assez proches entre les 2 fermes et entre les différentes juments (inférieur à 5 000 UFC/ml hormis 2 ou 3 résultats par producteur (cf. figures 30 et 31).

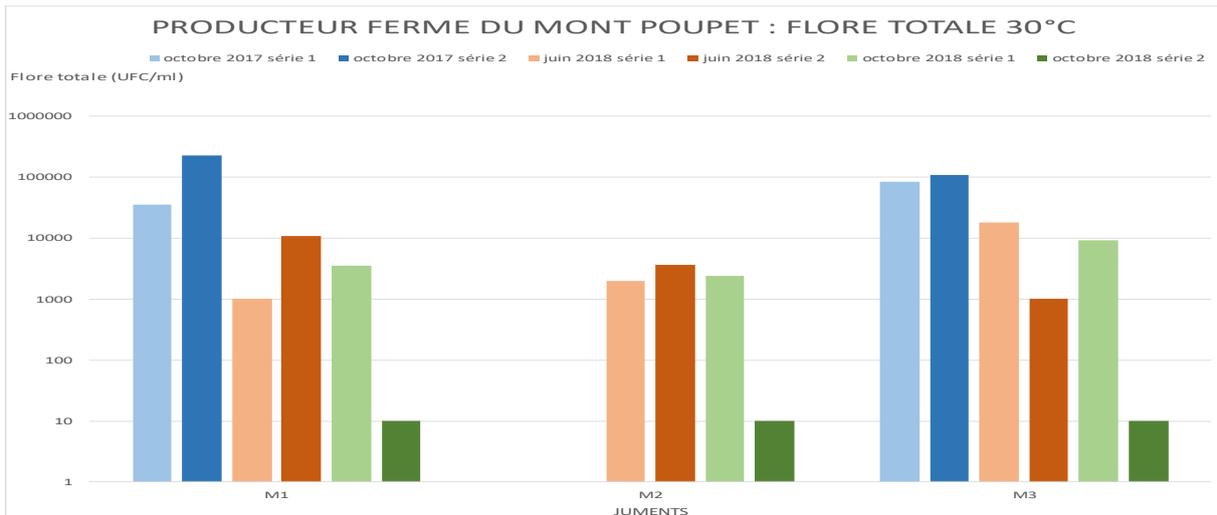


Figure 28: Dénombrement flore totale à 30°C sur les laits de la ferme du Mont Poupet

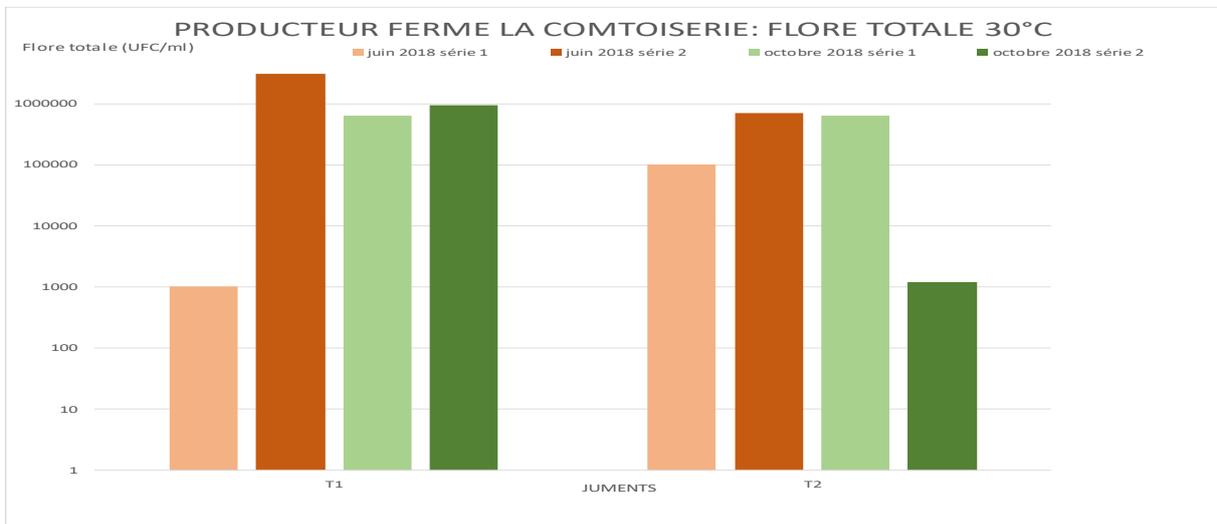


Figure 29: Dénombrement flore totale à 30°C sur les laits de la ferme « La Comtoiserie »

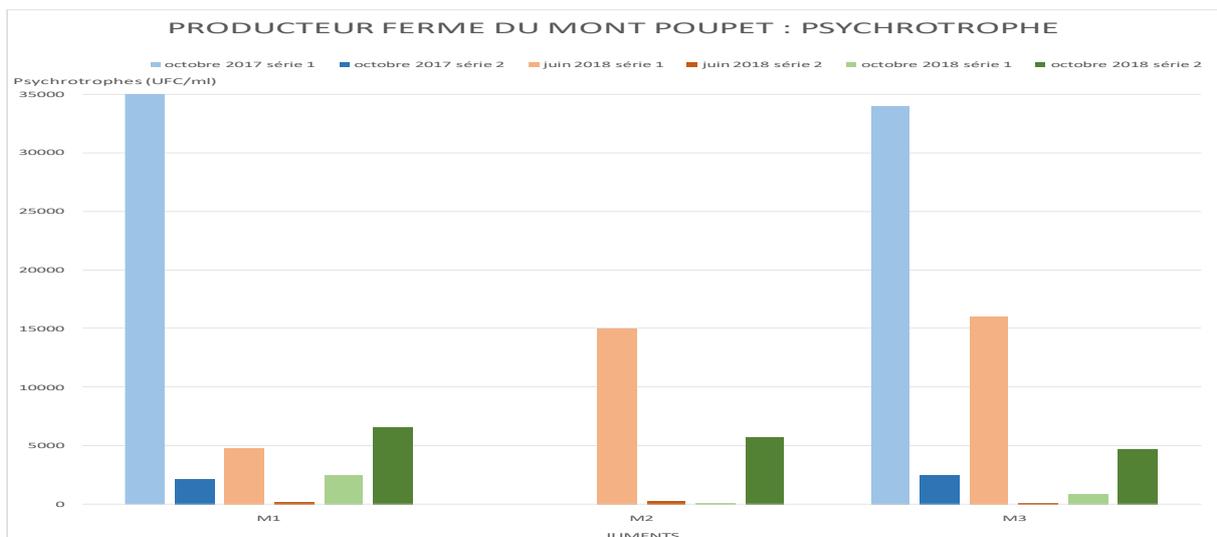


Figure 30: Dénombrement flore psychrotrophe sur les laits de la ferme du Mont Poupet

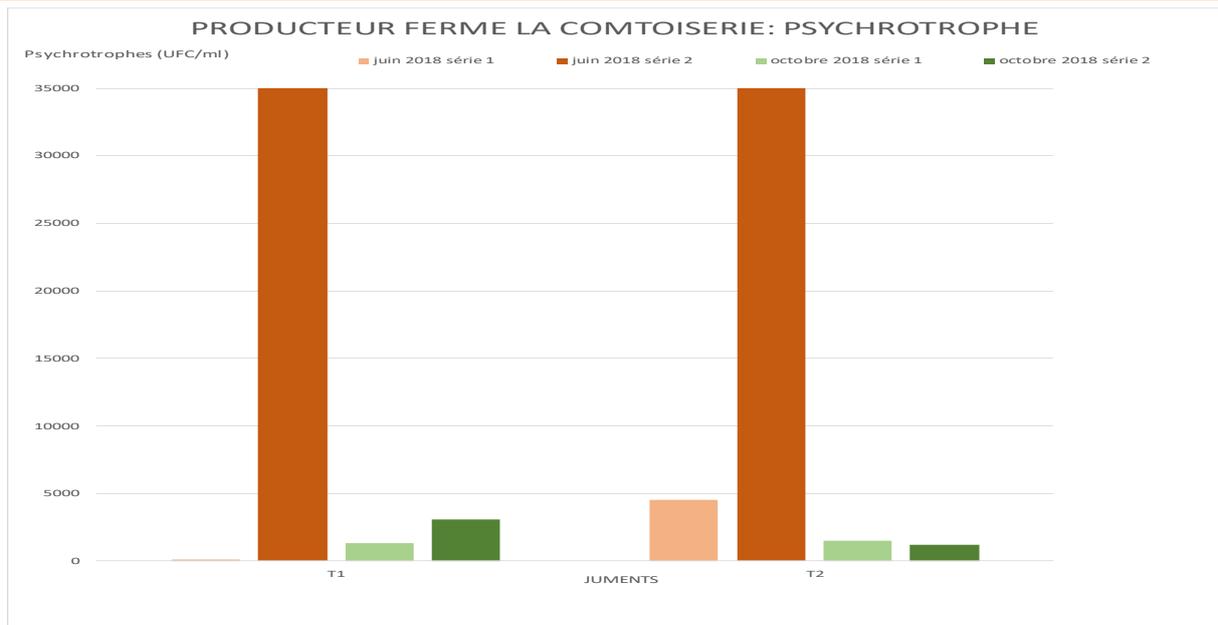


Figure 31: Dénombrement flore psychrotrophe sur les laits de la ferme « La Comtoiserie »

## 5.6 Conclusion de l'étude du lait cru

De très nombreux facteurs influent sur la qualité gustative du lait de jument et sur sa stabilité dans le temps. Grâce à cette étude, il a été mis en évidence différents points :

- L'alimentation a un fort impact sur le goût des laits : les laits de la ferme « La Comtoiserie » sont beaucoup plus typés foin que ceux de la ferme de Marnoz et se dégradent plus rapidement. L'alimentation par des compléments semble rendre le lait plus sensible à la dégradation.
- Chez un même producteur, certaines juments donnent un lait qui se dégrade très rapidement et d'autres un lait très stable. Il apparaît un lien avec le taux de matière grasse du lait. Plus ce taux est élevé, plus le lait se dégrade rapidement.
- Le taux de matière grasse des laits est lié à la jument. Pour un même producteur et donc une alimentation identique, les juments donnent des laits avec des taux différents. Par contre l'alimentation avec des compléments permet une meilleure régularité du lait en terme de taux de matière grasse sur les différentes périodes.
- Le lait, pendant les 30 à 45 jours qui suivent le poulinage (« lait de transition »), présente de forts mauvais goûts qui risquent d'impacter le goût des produits élaborés à partir de ces laits.
- Il existe bien une corrélation entre la dégradation gustative rapide des laits et l'hydrolyse des triglycérides (indice de lipolyse).
- La composition en acides gras des laits évolue entre le début et la fin de lactation, la sensibilité à l'oxydation peut donc être impactée.

- La charge bactérienne d'un des producteurs est très supérieure à celle du 2<sup>ème</sup> producteur mais il n'est pas possible de faire de lien avec l'hydrolyse des triglycérides car les teneurs en bactéries psychrotrophes sont assez comparables.

## VI. Test de stabilisation

L'objectif est de définir le traitement optimum réalisable en ferme afin de stabiliser le lait destiné à la vente directe ou à la fabrication ultérieure de produits.

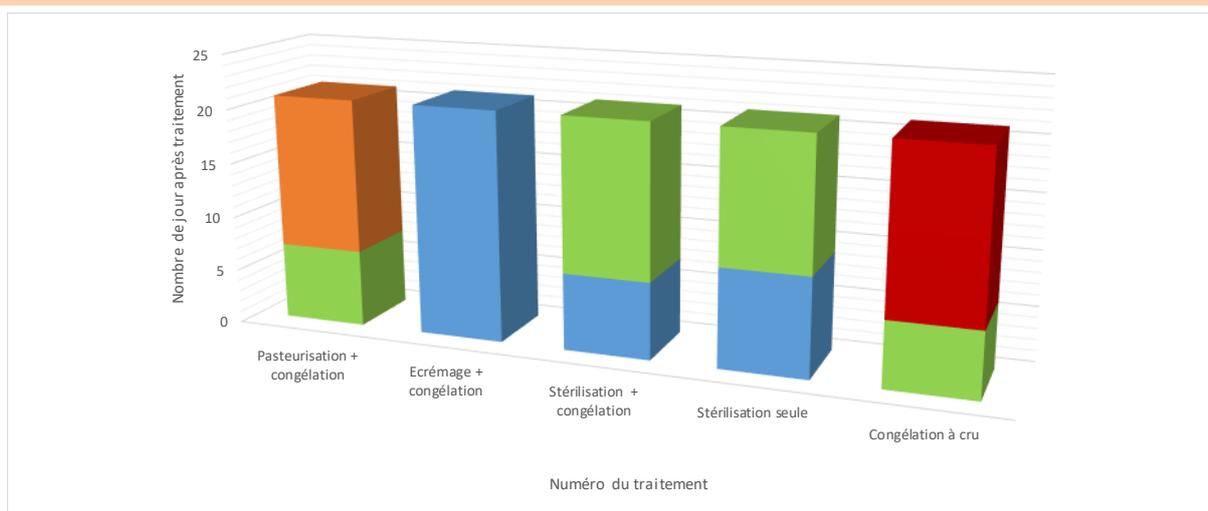
### 6.1 Résultats de la première phase de test

L'étude de 2016 a mis en évidence l'apparition de goût métallique plus rapide sur les produits fabriqués à partir de lait congelé en comparaison à ceux fabriqués avec du lait frais. Il a donc été décidé dans un premier temps de réaliser différents tests sur le lait afin de réduire l'apparition de ces goûts :

- Pasteurisation du lait + congélation,
- Ecrémage + congélation,
- Stérilisation du lait + congélation,
- Stérilisation seule,
- Congélation du lait cru.

Les résultats de suivi sensoriel montrent nettement une suppression totale de l'apparition de mauvais goût avec l'écémage (cf. figure32) . Cela confirme le fait que ces mauvais goûts sont liés à l'hydrolyse de la matière grasse. Cependant l'intérêt nutritionnel du lait de jument est notamment lié à sa teneur en oméga 3. L'écémage du lait fait perdre cet atout et pose le problème de l'utilisation de la crème.

Ces premiers tests montrent également clairement l'intérêt d'un traitement thermique et la dénaturation très rapide du lait congelé. La stérilisation du lait entraîne une légère coloration rosée du lait lié au traitement thermique à forte température.



| Couleur       | Goût   |
|---------------|--|
| <b>Bleu</b>   | Pas de goût herbe/foin + Pas de goût métallique              |
| <b>Vert</b>   | Goût herbe/foin mais pas de mauvais goût métallique          |
| <b>Orange</b> | Goût herbe/foin prononcé mais pas de mauvais goût métallique |
| <b>Rouge</b>  | Mauvais goût métallique                                      |

Figure 32: Résultats dégustation premiers tests traitement du lait

## 6.2 Mise au point d'un procédé de stabilisation du lait par pasteurisation

Suite aux premiers essais, il a été décidé de tester différents traitements de pasteurisation du lait. L'objectif est de détruire la flore microbienne responsable de la production de la lipase et donc de l'hydrolyse des triglycérides. Cependant selon l'intensité du traitement thermique, des goûts de « cuit » apparaissent.

### 6.2.1 Choix du test optimum

Sur la série d'essais réalisés en octobre 2017, les traitements thermiques suivants ont été testés :

- +75°C / 30 s,
- +90°C / 3 min,
- +90°C / 5 min.

Les différents traitements thermiques testés donnent des résultats très intéressants en terme de stabilisation gustative du lait mais en parallèle un goût de « cuit » apparaît. Le traitement thermique à +75°C semble intéressant en terme sensoriel et résultat indice de lipolyse mais est insuffisant au niveau bactériologique (cf. figures 33 à 36).

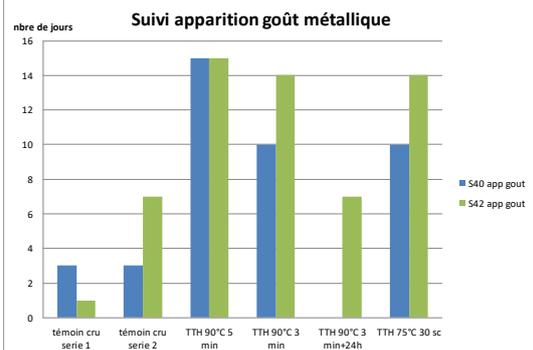


Figure 33: Résultats dégustation tests traitements thermique phase octobre 2017

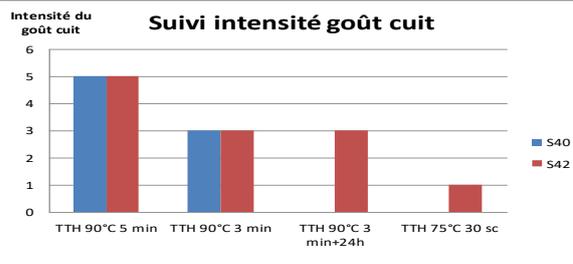


Figure 34: Suivi intensité goût de « cuit » tests traitements thermique phase octobre 2017

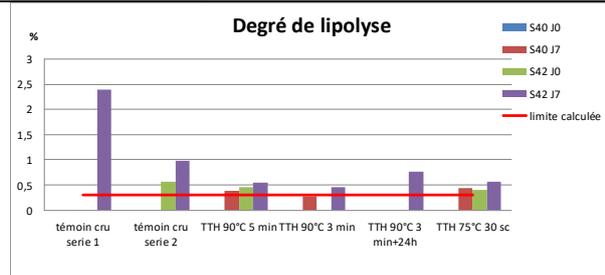


Figure 35: Résultats indice de lipolyse tests traitements thermique phase octobre 2017

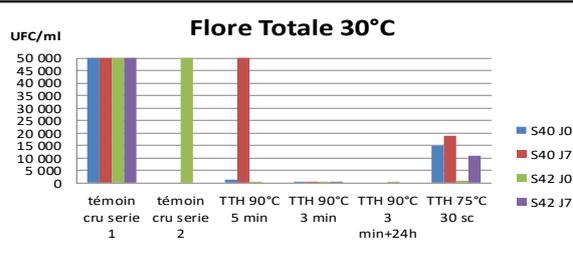


Figure 36: Résultats bactériologiques tests traitements thermique phase octobre 2017

Lors de la phase de juin 2018, 3 nouveaux traitements thermiques sont testés :

- +75°C / 2 min 30 s,
- +80°C / 3 min,
- +80°C / 1 min 30 s.

Le traitement thermique +75°C / 2 min 30 s permet de stabiliser le lait sans apporter de goût de « cuit ». Le dosage de l'indice de lipolyse montre que ce traitement stoppe la lipolyse. Les résultats bactériologiques sont conformes (cf. figures 37 à 40).

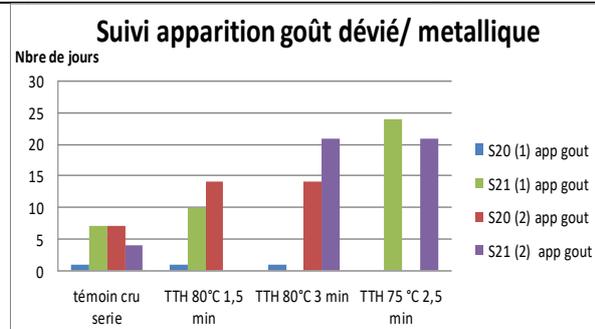


Figure 37: Résultats dégustation tests traitements thermique phase juin 2018

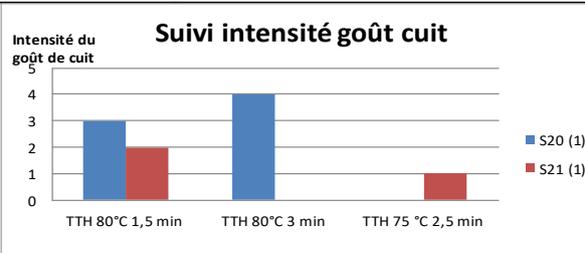


Figure 38: Suivi intensité goût de « cuit » tests traitements thermique phase juin 2018

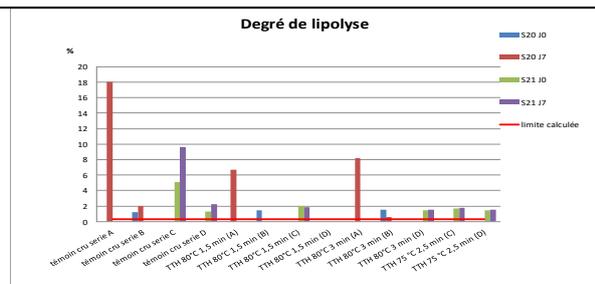


Figure 39: Résultats indice de lipolyse tests traitements thermique phase juin 2018

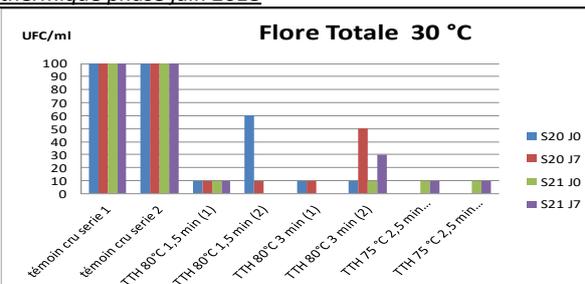


Figure 40: Résultats bactériologiques tests traitements thermique phase juin 2018

6.2.2 Evaluation du traitement sur différents lait

Le test +75°C pendant 2 minutes 30 secondes a été testé sur les laits des deux producteurs. Les laits ont ensuite été conservés pendant 28 jours afin de vérifier l’efficacité du traitement retenu. Les résultats microbiologiques montrent que, quelle que soit la charge bactérienne de départ, le traitement est efficace sur la flore totale à 30°C à J0 et jusqu’à 28 jours (cf. figures 41à44).

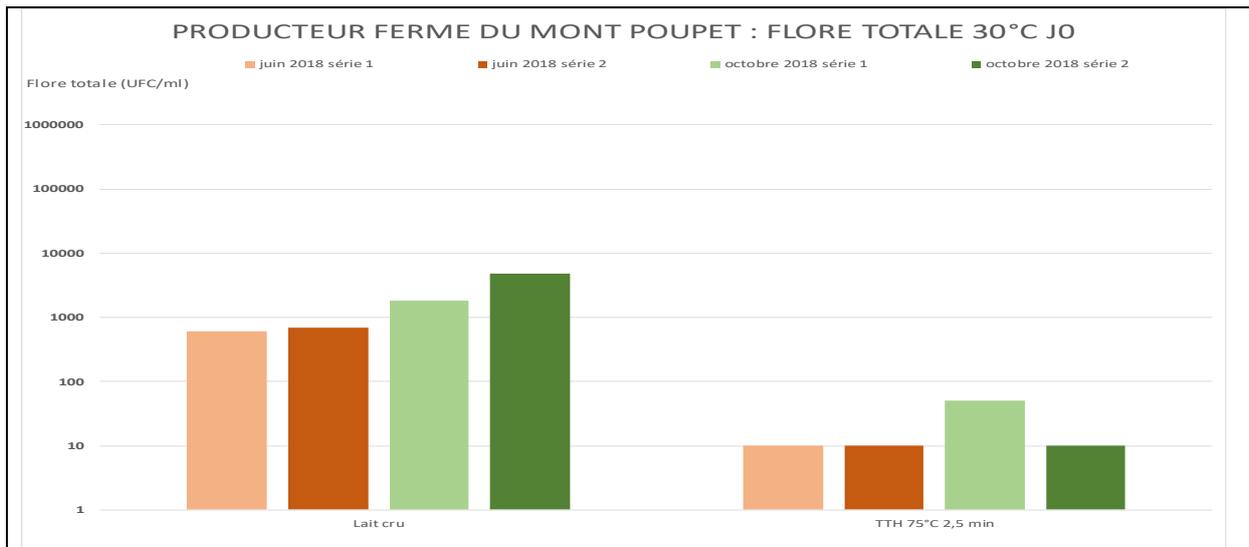


Figure 41: Résultats dénombrements flore totale à 30°C J0 tests traitements thermique ferme du Mont Poupet

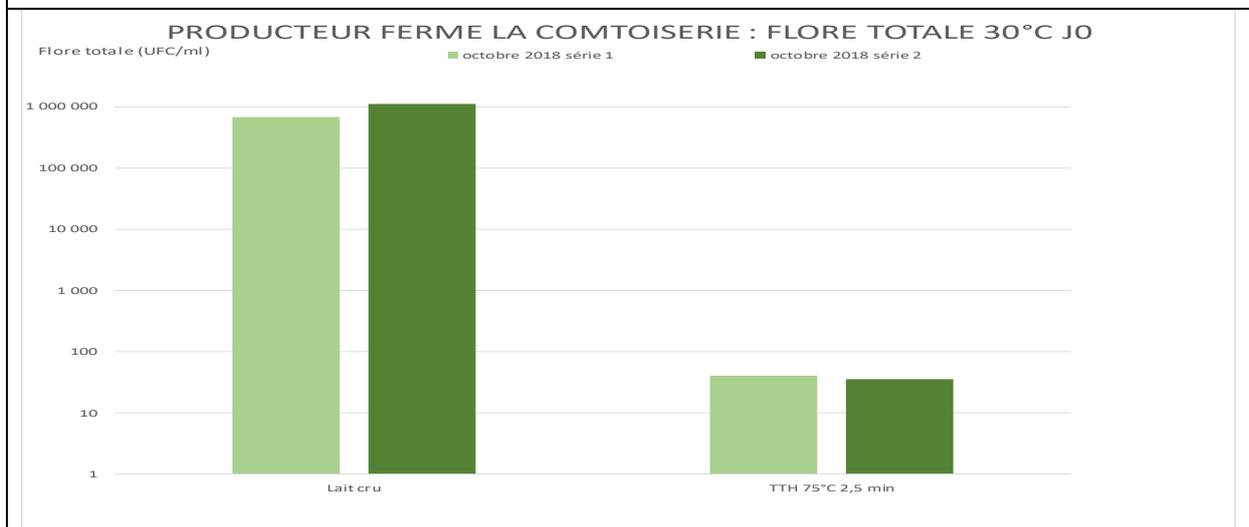


Figure 42: Résultats dénombrements flore totale à 30°C J0 tests traitements thermique ferme de « La Comtoiserie »

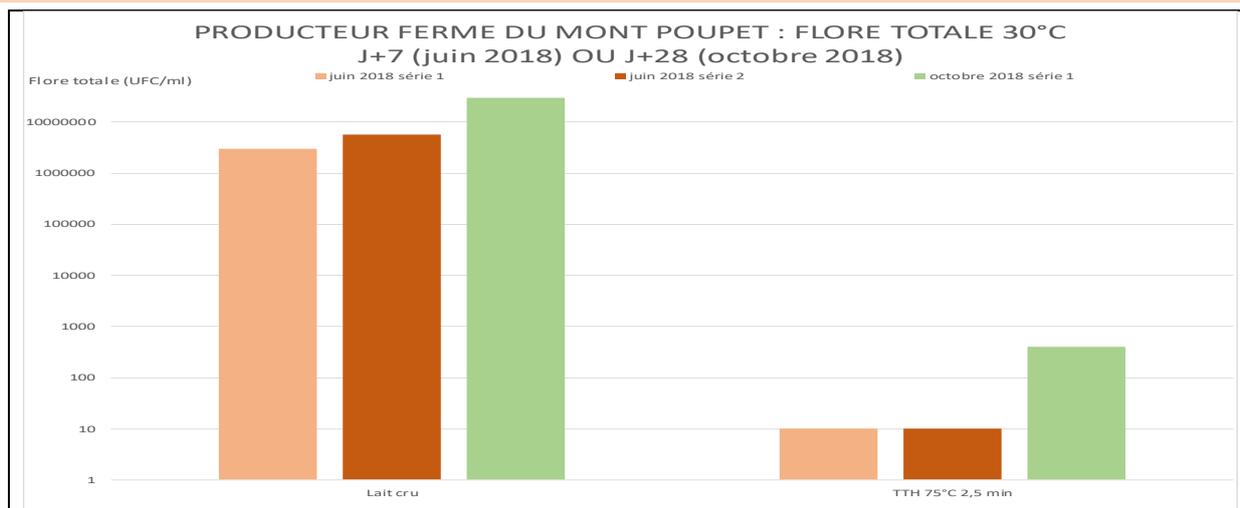


Figure 43: Résultats dénombrements flore totale à 30°C J7 ou 28 tests traitements thermique ferme du Mont Poupet

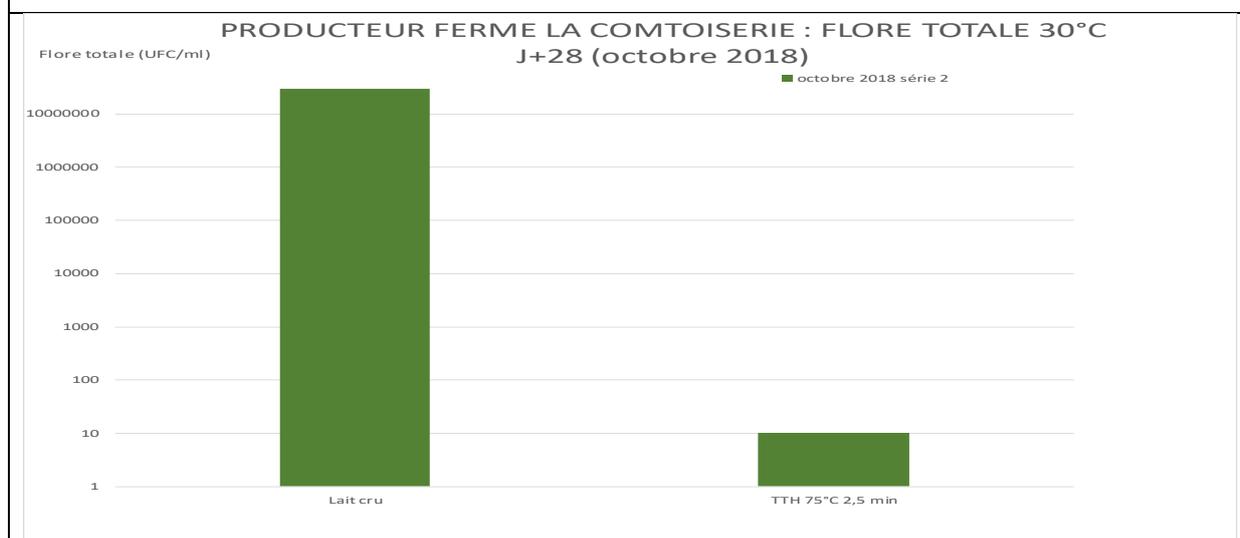


Figure 44: Résultats dénombrements flore totale à 30°C J28 tests traitements thermique ferme de « La Comtoiserie »

Le dénombrement de la flore psychrotrophe a également été réalisé car cette flore est productrice de l'enzyme la lipase responsable de l'hydrolyse des triglycérides. Les résultats montrent clairement l'impact du traitement thermique à J0 et à J7 ou 28 (cf. figures 45 à 48).

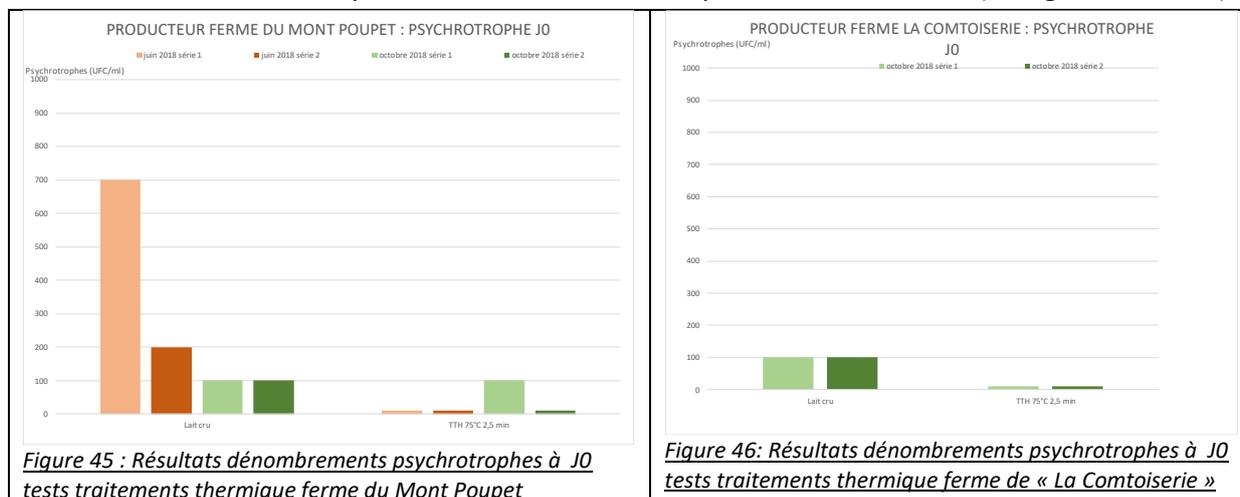


Figure 45: Résultats dénombrements psychrotrophes à J0 tests traitements thermique ferme du Mont Poupet

Figure 46: Résultats dénombrements psychrotrophes à J0 tests traitements thermique ferme de « La Comtoiserie »

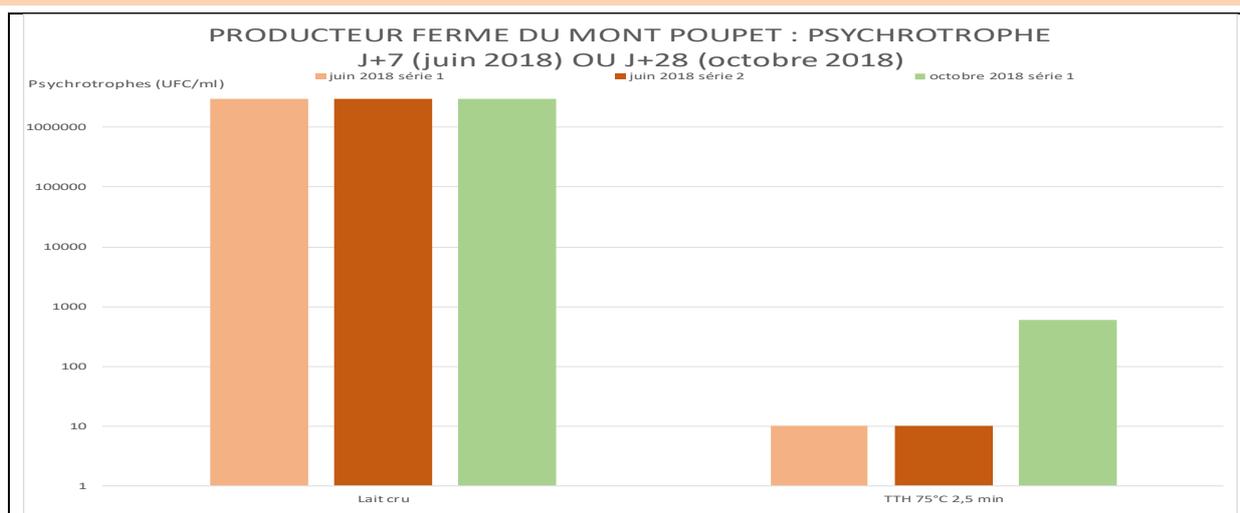


Figure 47: Résultats dénombrements psychrotrophes à J7 ou 28 tests traitements thermique ferme du Mont Poupet

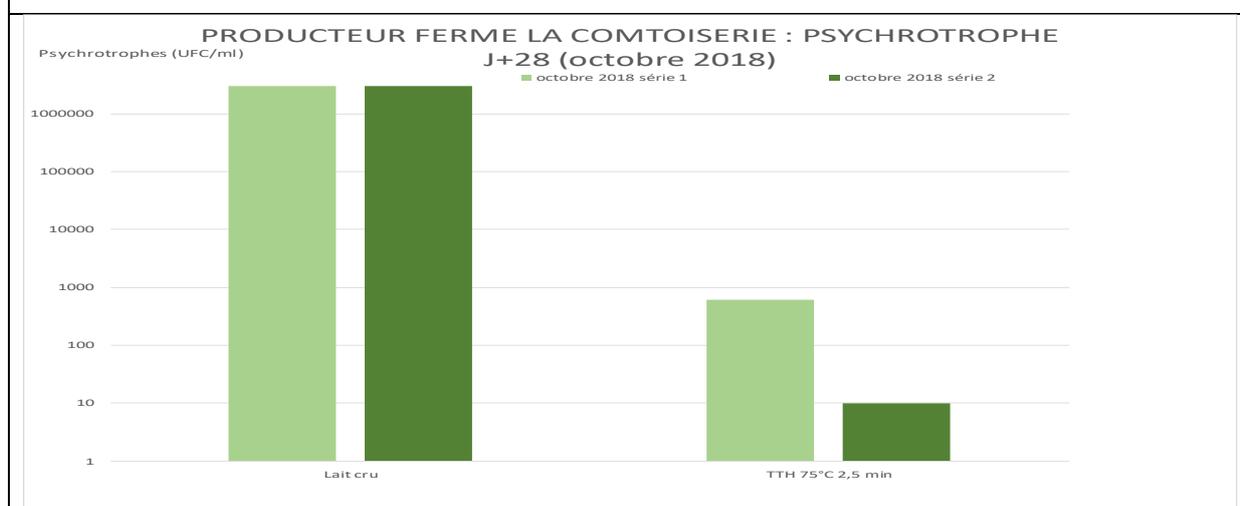


Figure 48: Résultats dénombrements psychrotrophes à J28 tests traitements thermique ferme de « La Comtoiserie »

Les résultats sensoriels confirment l'efficacité du traitement thermique quel que soit le producteur (cf. figures 49 et 50). Les résultats confirment que la forte réduction de la flore psychrotrophe donc de la production de lipase a un impact très positif sur l'évolution du goût du lait.

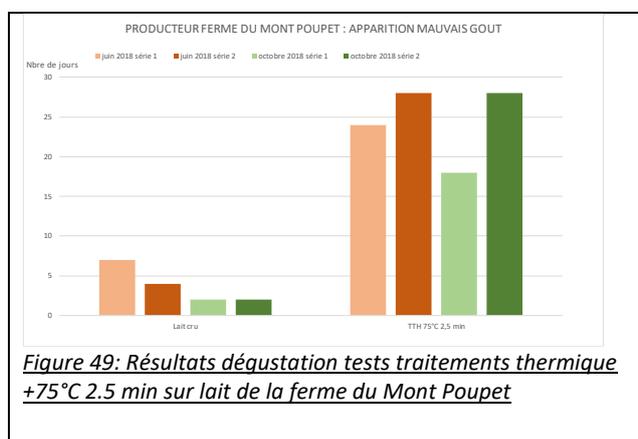


Figure 49: Résultats dégustation tests traitements thermique +75°C 2.5 min sur lait de la ferme du Mont Poupet

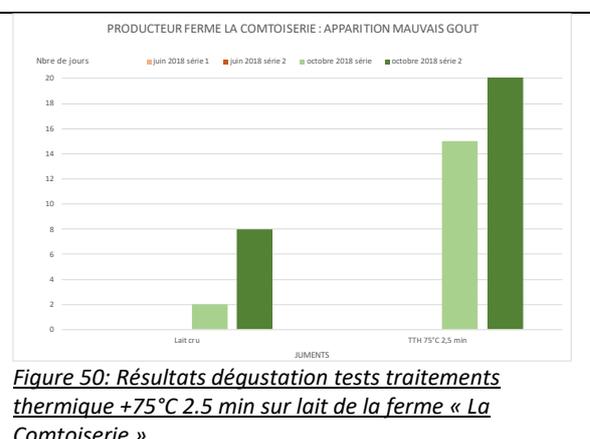


Figure 50: Résultats dégustation tests traitements thermique +75°C 2.5 min sur lait de la ferme « La Comtoiserie »

Enfin le dosage de l'indice de lipolyse montre peu de différence à J0 entre les laits crus et les laits traités thermiquement. Par contre cette différence s'accroît après 7 et 21 jours de stockage (cf. figures 51 à 54).

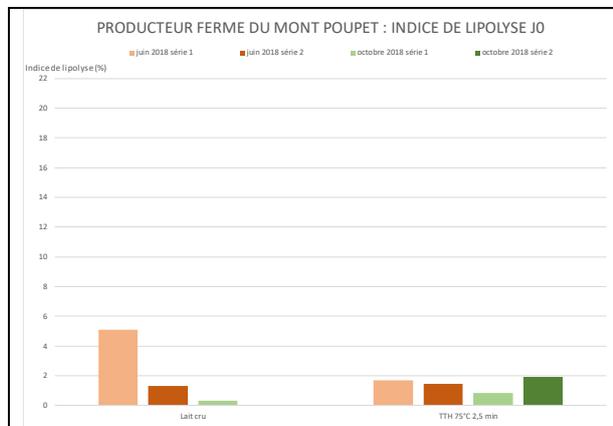


Figure 51: Résultats indice de lipolyse tests traitements thermique +75°C 2.5 min sur lait de la ferme du Mont Poupet à J0

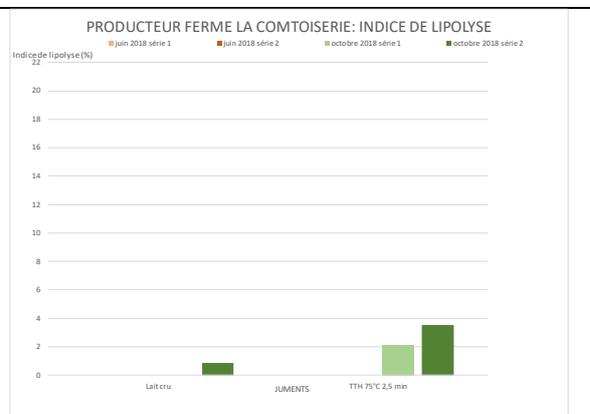


Figure 52: Résultats indice de lipolyse tests traitements thermique +75°C 2.5 min sur lait de la ferme « La Comtoiserie » à J0

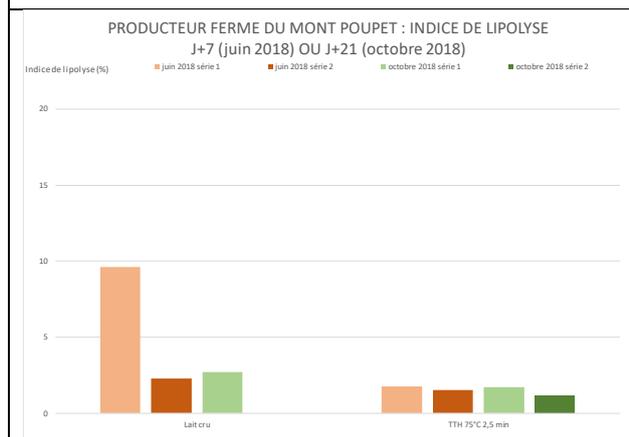


Figure 53: Résultats indice de lipolyse tests traitements thermique +75°C 2.5 min sur lait de la ferme du Mont Poupet à J7/21

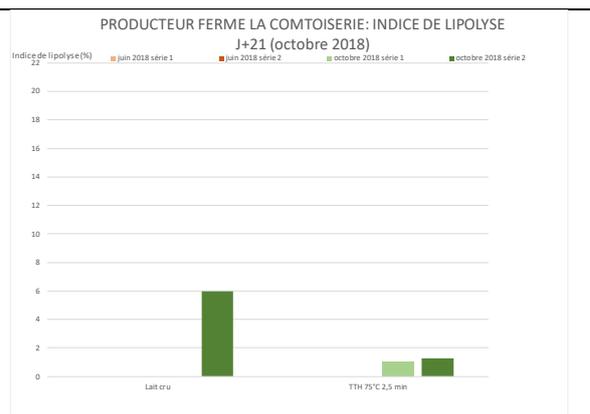


Figure 54: Résultats indice de lipolyse tests traitements thermique +75°C 2.5 min sur lait de la ferme « La Comtoiserie » à J7/21

Le profil chromatographique en acides gras a également été réalisé sur les laits traités thermiquement en comparaison aux laits crus (cf. figures 55 et 56). Les résultats montrent un impact nul pour le lait de la ferme du Mont Poupet et très limité sur le lait de la ferme « La Comtoiserie ». Cela correspond à l'objectif recherché : ne pas impacter l'intérêt nutritionnel du lait par le traitement thermique retenu.

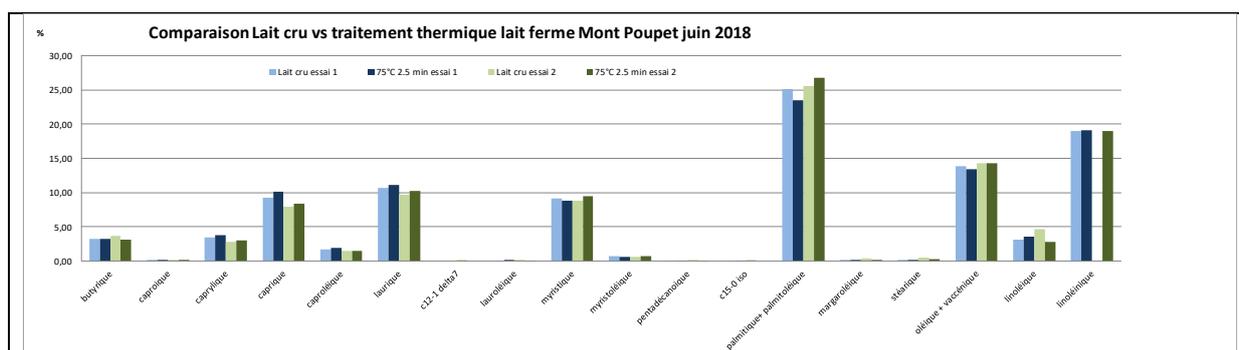


Figure 55: Impact traitement thermique 75°C 2.5 min sur lait de la ferme du Mont Poupet

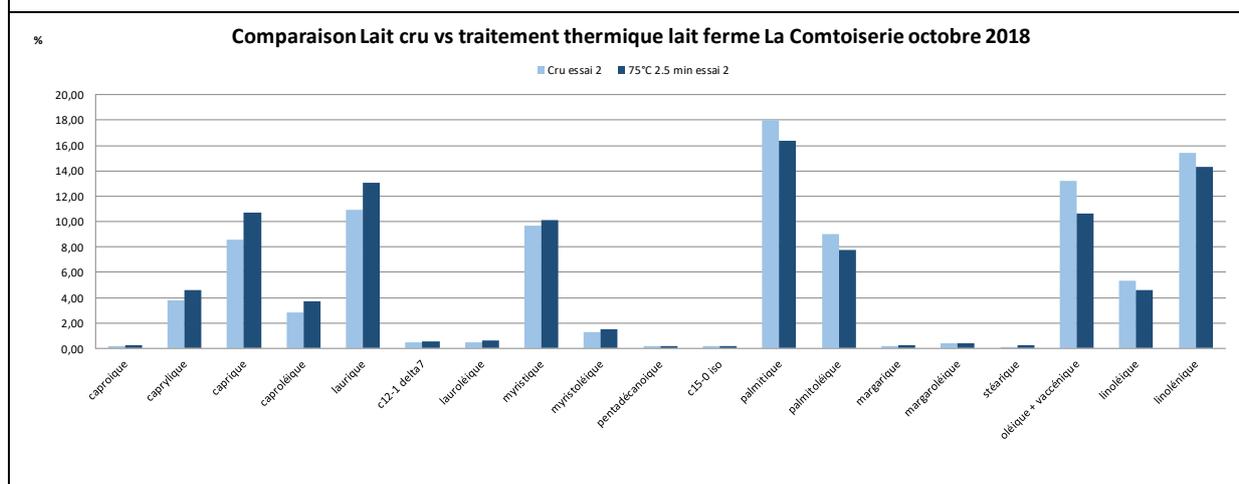


Figure 56: Impact traitement thermique 75°C 2.5 min sur lait de la ferme « La Comtoiserie »

### 6.3 Conclusion des tests de stabilisation du lait

Le traitement thermique +75°C pendant 2 minutes 30 secondes est le traitement le plus efficace qui permet donc de conserver le lait pendant minimum 21 jours sans dégradation. Ce traitement réduit fortement la flore totale à 30°C et la flore psychrotrophe. La lipolyse est donc fortement réduite et l'apparition de mauvais goûts métalliques est retardée.

Des dénombrements de flores pathogènes (*Salmonella*, *Staphylococcus* à *coagulase positive*, *Escherichia Coli* et *Listeria*) ont été réalisés et les résultats ont montré l'absence de ce type de contaminants. Il n'y a également pas de modification du profil en acide gras suite à ce traitement thermique.

Ce traitement thermique permet donc de stabiliser le lait qui pourra ensuite être destiné à la vente ou utilisé pour la fabrication de produits élaborés.

## VII. Formulation de produits

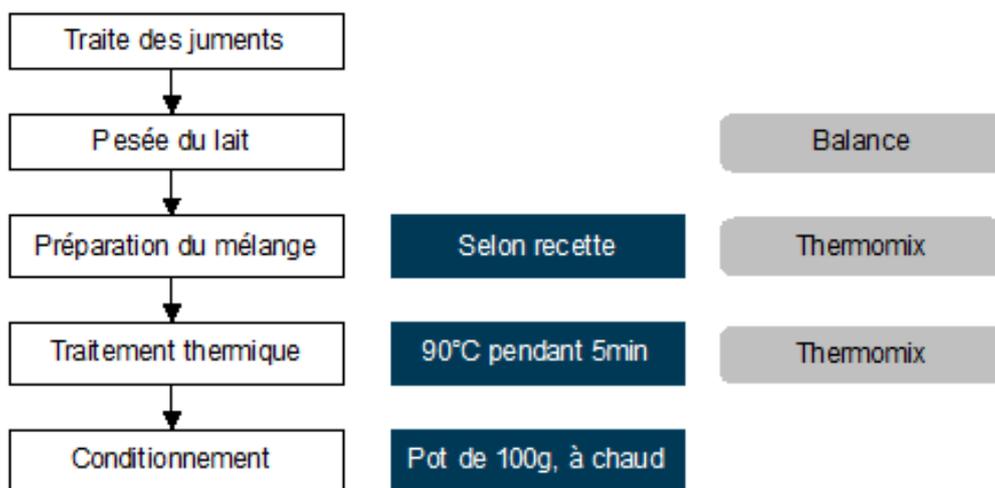
### 7.1 Crèmes desserts

Des essais de crèmes desserts au chocolat sur le lait de jument ont été effectués en 2016 et avaient été très concluants. Afin de vérifier la répétabilité, il a été décidé de tester une nouvelle fois la formule de crème au chocolat. Différentes variantes ont été réalisées afin d'améliorer le produit :

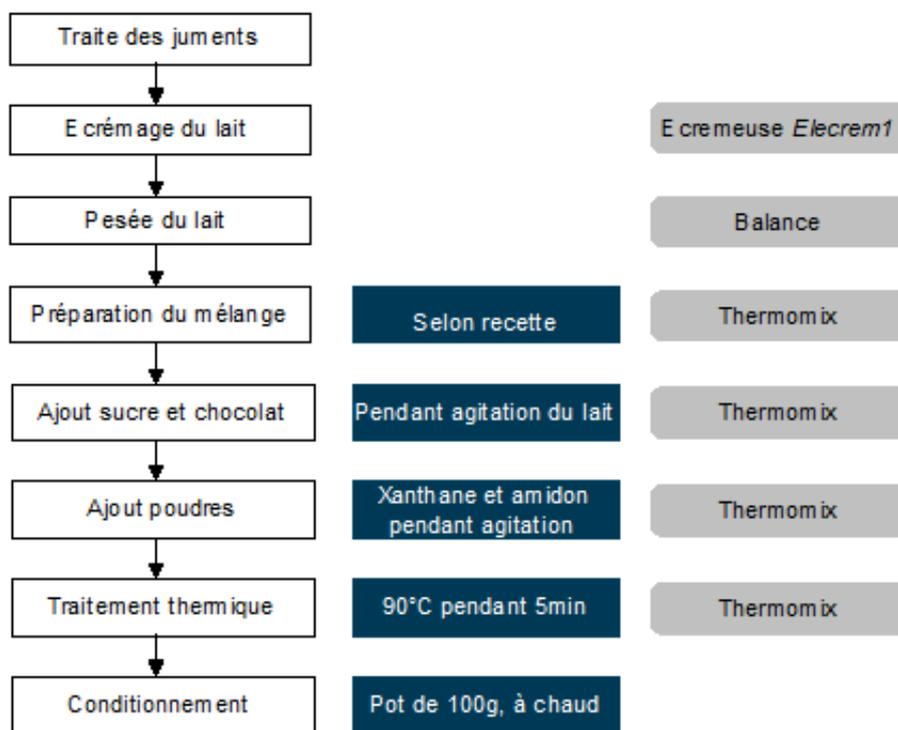
- Des formules à base de lait écrémé pour étudier l'influence sur le goût final du produit,
- Un remplacement de l'amidon et du xanthane par de la fécule de maïs pour accentuer le côté naturel du produit,
- Une diminution du taux de sucre.

#### - Diagrammes de fabrication :

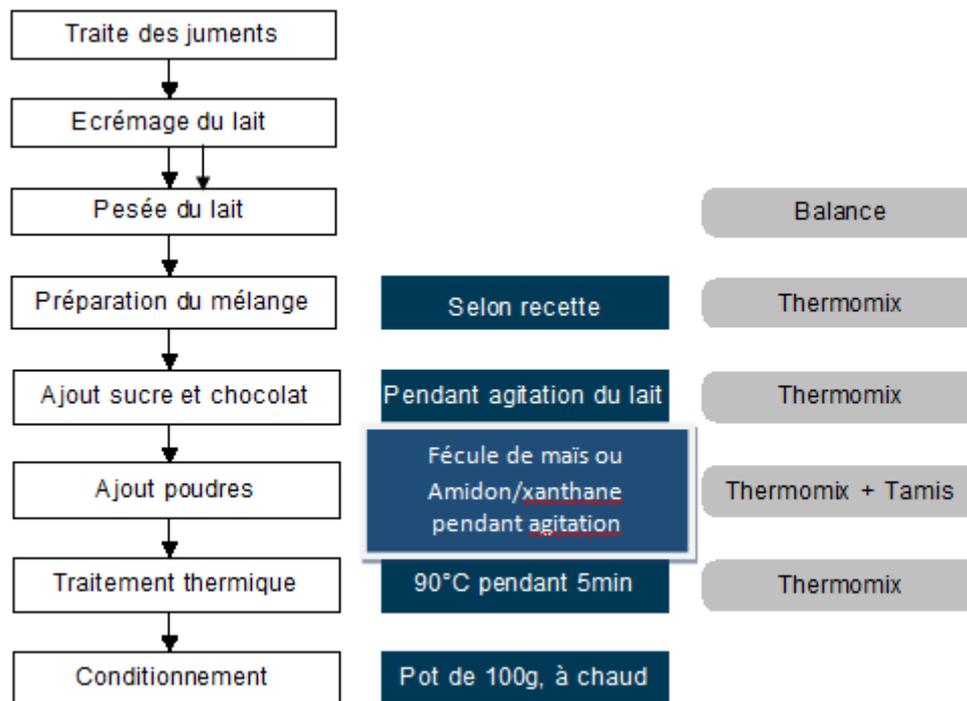
Les produits ont été élaborés selon les diagrammes de fabrication suivants en fonction des recettes :



*Schéma 5 : diagramme de fabrication crèmes desserts recettes J1 et J2*



*Schéma6: diagramme de fabrication crèmes desserts recettes J3 et J4*



*Schéma7: diagramme de fabrication crèmes desserts recettes J5, J6, J7, J8 et J9*

**- Résultats :**

| N° essai | Objectif  | Formule   | Texture et aspect  | Goût   |
|----------|---|---|--|--|
| J1       | Répétition recette 2016   | 79.8% Lait entier<br>10% Chocolat noir – cacao Barry – excellence 55%<br>6% Sucre de canne bio Senfas<br>4% Amidon de maïs modifié (Résistamy <sup>TM</sup> 367)<br>0.2% Xanthane – Satiaxane <sup>TM</sup> CX911 | Aspect brillant, bonne texture onctueuse et légère.  | Bon goût chocolat, léger goût lait de jument non dérangeant. Bonne reproduction de la recette de 2016. |
| J2       | Test fécule de maïs 4%  | 80% Lait entier<br>10% Chocolat noir – cacao Barry – excellence 55%<br>6% Sucre de canne bio Senfas<br>4% Fécule de maïs  | Aspect correct mais présence de grumeaux.<br>Texture comparable à un flan donc non conforme. | Bon goût, pas le goût du lait de jument.   |
| J3       | Test lait écrémé  | 79.8% Lait écrémé<br>10% Chocolat noir – cacao Barry – excellence 55%<br>6% Sucre de canne bio Senfas<br>4% Amidon de maïs modifié (Résistamy <sup>TM</sup> 367)<br>0.2% Xanthane – Satiaxane <sup>TM</sup> CX911 | Bonne texture, aspect assez brillant, quelques grumeaux.                                     | Goût chocolat agréable, pas de mauvais goût. Légèrement trop sucré pour certaines personnes.           |
| J4       | Test lait écrémé et sans sucre                                      | 85% Lait écrémé<br>10.5% Chocolat noir – cacao Barry – excellence 55%<br>4.3% Amidon de maïs modifié (Résistamy <sup>TM</sup> 367)<br>0.2% Xanthane – Satiaxane <sup>TM</sup> CX911                               | Bonne texture, aspect assez brillant, quelques grumeaux.                                     | Goût amer, goût chocolat noir non relevé par le sucre. Produit moins gourmand que J3.                  |
| J5       | Test fécule de maïs 2%  | 82% Lait entier<br>10% Chocolat noir – cacao Barry – excellence 55%<br>6% Sucre de canne bio Senfas<br>2% Fécule de maïs  | Texture liquide et présence de grumeaux. Ressemble à un lait aromatisé.                      | Bon goût chocolat, pas de mauvais goût.  |
| J6       | Test fécule de maïs 3%  | 81% Lait entier<br>10% Chocolat noir – cacao Barry – excellence 55%<br>6% Sucre de canne bio Senfas<br>3% Fécule de maïs  | Texture un peu plus épaisse que J5 mais insuffisante. Produit pas assez onctueux.            | Bon goût chocolat et pas de mauvais goût.  |
| J7       | Test fécule de maïs 3% + agar-agar 0.2% pré-dissous dans lait froid | 80.8% Lait entier<br>10% Chocolat noir – cacao Barry – excellence 55%<br>6% Sucre de canne bio Senfas<br>3% Fécule de maïs<br>0.2% Agar-agar –Bjorg   | Pas de grumeaux après dissolution des poudres dans le lait froid.<br>Texture trop liquide.   | Bon goût.  |
| J8       | Test fécule de maïs 4% pré-dissous dans lait froid                  | 80% Lait entier<br>10% Chocolat noir – cacao Barry – excellence 55%<br>6% Sucre de canne bio Senfas<br>4% Fécule de maïs  | Couleur plus clair type cacao.<br>Texture trop liquide.                                      | Goût conforme.   |
| J9       | Recette 2016 avec sucre/2   | 82.8% Lait entier<br>10% Chocolat noir – cacao Barry – excellence 55%<br>3% Sucre de canne bio Senfas<br>4% Amidon de maïs modifié (Résistamy <sup>TM</sup> 367)<br>0.2% Xanthane – Satiaxane <sup>TM</sup> CX911 | Aspect conforme, brillant.<br>Légèrement plus liquide que test 6% sucre.                     | Très bon goût chocolat sans amertume et bien en goût sucré. Fond en bouche, agréable.                  |

*Tableau 8: essais de crèmes desserts chocolat*

La répétition de la recette mise au point en 2016 a donné de bons résultats. La crème est plus légère que celle à base de lait de vache, cette différence peut s'expliquer par le taux de matière grasse plus important dans le lait de vache.

L'écémage du lait n'apporte pas de bénéfice gustatif au produit.

La présence de grumeaux est observée sur les différentes recettes, ce problème a été résolu en réalisant une pré-dissolution des hydrocolloïdes dans le lait froid.

Le remplacement de l'amidon et du xanthane par de la fécule de maïs et de l'agar-agar ne permet pas d'obtenir un produit conforme en texture. Avec une quantité trop élevée de maïzena (4%), la texture obtenue est de type flan et la baisse de la dose donne une texture trop liquide.

Par contre la réduction du taux de sucre donne une crème dessert conforme en texture et en goût.

### - Conclusion

Les recettes donnant des produits conformes aux attentes sont les recettes J1 et J9. L'intérêt nutritionnel de la recette J9 est important car la tendance générale est d'aller vers une réduction du taux de sucre.

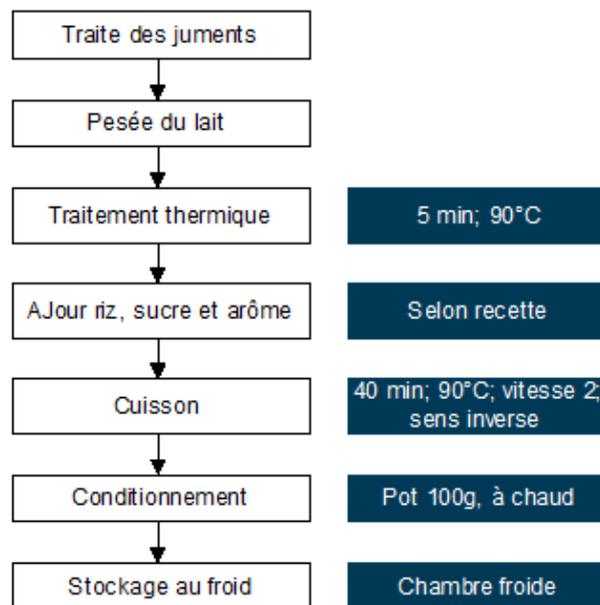
Le lait de jument permet donc de fabriquer des crèmes desserts au chocolat avec un rendu qualitatif satisfaisant.

### 7.2 Riz au lait

Les premiers tests de riz au lait ont été effectués sur du lait de vache, puis réalisés sur le lait de jument. Chaque riz au lait a été dégusté à J+1 de sa préparation puis suivi au cours du vieillissement. De plus, une analyse sensorielle a été réalisée sur 3 riz au lait différents (2 riz au lait de jument et un riz au lait de vache), chacun ayant été préparé à partir de la même recette.

### - Diagramme de fabrication

Les produits ont été élaborés selon le diagramme de fabrication suivant :



*Schéma 8: diagramme de fabrication riz au lait sur Thermomix Vorwerk*

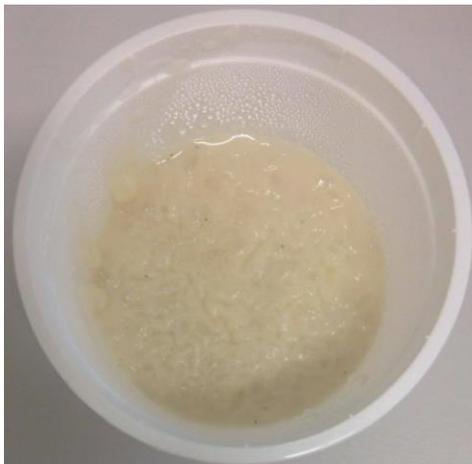
### - Résultats

| N° essai | Objectif                         | Formule   | Texture et aspect                        | Goût  |
|----------|----------------------------------|---|--|---|
| J1       | 1 <sup>er</sup> test riz au lait | 80% Lait entier<br>12.8% Riz rond blanc<br>6.4% sucre<br>0.8% arôme vanille | Bonne texture, couleur jaune pâle        | Riz bien cuit, pas trop sucré, goût vanille bien présent, pas de goût caractéristique du lait de jument. Produit plus léger que celui au lait de vache. |
| J2       | Test avec lait écrémé            | 80% Lait écrémé<br>12.8% Riz rond blanc<br>6.4% sucre<br>0.8% arôme vanille | Légère exsudation, léger rejet d'amidon. | Manque de crémeux, très aqueux mais bon gout vanillé.<br>Peu sucré, arôme vanille disparaît en fin de bouche.   |

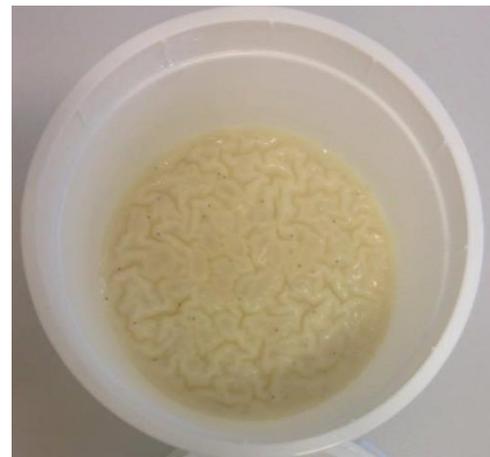
*Tableau 9 : essais de riz au lait*

Le produit obtenu est homogène et a une bonne texture. Le riz est bien cuit et les goûts de sucre et de vanille sont bien dosés. Il n'y a aucune perception de goût métallique. Le test à partir de lait écrémé donne un riz au lait moins crémeux et n'apporte pas de différence significative en terme de goût.

En comparaison, le produit au lait de vache est jaune plus foncé que celui au lait de jument (cf. photos 6 et 7).



*Photos 6 : Riz au lait de jument*



*Photos 7 : Riz au lait de vache*

Les produits ont été suivis en cours de vieillissement, le riz au lait de jument s'assèche un peu et un goût légèrement dégradé apparaît en fin de bouche vers J+15.

Il a été décidé de réaliser une analyse sensorielle sur les produits afin d'avoir l'avis de potentiels consommateurs.

#### ➤ Analyse sensorielle des riz au lait :

Un jury de 16 personnes a été réuni pour participer à la dégustation. Les dégustateurs étaient des élèves et des membres du personnel de l'ENIL.

Trois riz au lait ont été testés, le riz au lait de vache à J+1 de sa fabrication, le riz au lait de jument à J+1 et à J+16. Ce test a permis de comparer le type de lait choisi ainsi que l'évolution en cours de vieillissement du riz au lait de jument. Il a été réalisé en aveugle, les dégustateurs ne sachant pas ce qu'ils dégustaient.

Les produits ont été notés sur leur aspect extérieur, leur odeur, leur saveur et leur texture. Un classement final est demandé par ordre de préférence. Chaque produit est noté de 0 à 4 pour chaque descripteur, et la moyenne est obtenue après dépouillement de chaque questionnaire. Les résultats sont présentés sous forme de diagramme en radar (cf. figure 57).

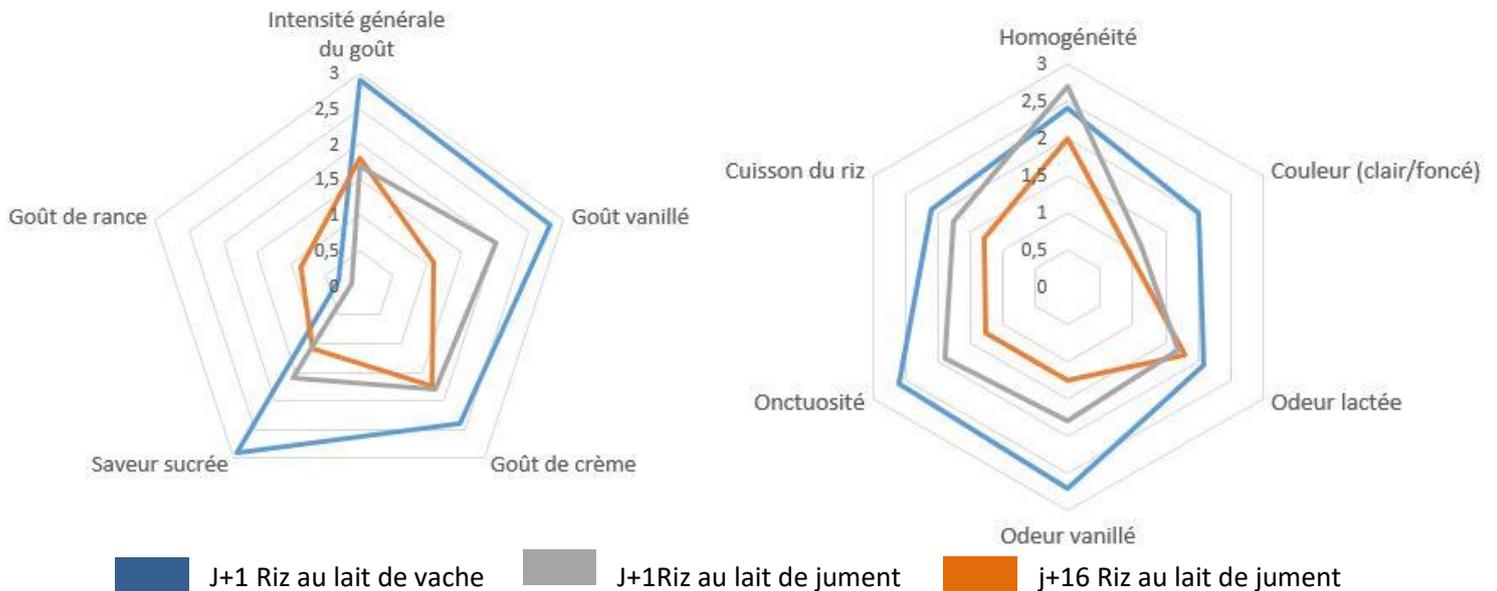


Figure 57: résultats de l'analyse sensorielle

Globalement, le riz au lait de vache montre de meilleurs résultats que les riz au lait de jument, notamment sur l'aspect gustatif du produit. Il est clair que la matière grasse du lait de vache augmente l'intensité du goût par rapport au lait de jument qui en contient très peu.

De plus, le riz au lait de jument de J+1 a globalement de meilleures propriétés par rapport à celui à J+16, mais l'évolution est minime. On remarque notamment que le goût de rance a été que très légèrement ressenti pour le riz au lait à J+16, ce qui est encourageant.

En ce qui concerne les préférences, le riz au lait de vache est le plus apprécié à 70%. Celui-ci étant plus sucré, vanillé et crémeux, il a davantage plu aux testeurs. On compte quand même 30% des personnes qui ont préféré le riz au lait de jument pour sa saveur plus subtile et légère en sucre notamment.

### - Conclusion

Ces résultats sont assez encourageants. Afin de plaire davantage au consommateur, la formule de riz au lait de jument pourrait être modifiée en ajoutant un peu plus de sucre ou/et de vanille.

## 7.3 Lait gélifié

Le lait gélifié, ou plus communément appelé flan, est un dessert très apprécié, surtout par les enfants. Or, il est relevé l'existence de plus en plus de syndromes allergiques au lait de

vache. C'est pourquoi afin de faciliter la consommation d'autres laits comme celui de jument, il est important de le transformer en produit plus appétissant et apprécié des consommateurs.

Une formule avec amidon et carraghénane à base de lait de jument a été testée avec les arômes vanille, caramel et café et comparée à une formule témoin au lait de vache. Un deuxième essai a été réalisé à base de fécule de maïs et agar-agar et une 3<sup>ème</sup> formule avec du lait écrémé.

### - Diagramme de fabrication

Les produits ont été élaborés selon le diagramme de fabrication suivant :



Schéma9 : diagramme de fabrication laits gélifiés

### - Résultats

| N° essai | Objectif  | Formule  | Texture et aspect   | Goût   |
|----------|---|--|---|--|
| J1       | 1 <sup>er</sup> test Lait gélifié               | 87.8 % Lait entier<br>10% sucre de canne bio Brésil-SENFAS<br>1.6% Amidon de maïs modifié<br>0.2% Carraghénane-Satiage <sup>TM</sup> ADF155<br>0.8% Arôme vanille Yahiteuris-Condifa   | Rejet d'eau ou de sérum. Pas de tenue au démoulage. Plus blanc que celui au lait de vache. Plus frais que lait de vache. Arrière-goût herbe mais pas gênant. Film astringent sur le palet.        | Plus frais que lait de vache. Arrière-goût herbe mais pas gênant. Film astringent sur le palais  |
| J2       | Test fécule de maïs et agar-agar                | 87.4 % Lait entier<br>10% sucre de canne bio Brésil-SENFAS<br>1.6% Fécule de maïs<br>0.2% Agar-agar bio- Bjorg<br>0.8% Arôme café/caramel/vanille Sébalcé  | Se démoule bien, moins de rejet d'eau ou sérum. Tiens mieux que J1 mais fini par s'affaisser. Bonne texture en bouche.<br>Test de vieillissement sur le café : le produit se rétracte légèrement. | Café : Bon goût<br>Caramel : goût pas assez prononcé (doubler la dose).<br>Léger arrière-gout herbe<br>Test de vieillissement sur le café : le produit reste conforme en goût. |
| J3       | Test fécule de maïs et agar-agar et lait écrémé | <u>Parfum caramel :</u><br>87.0 % Lait écrémé<br>9.9% sucre de canne bio Brésil-SENFAS<br>1.4% Fécule de maïs<br>0.17% Agar-agar bio- Bjorg<br>1.5% Arôme café/caramel/vanille Sébalcé<br><br><u>Parfum vanille et café :</u><br>87.4 % Lait écrémé<br>10% sucre de canne bio Brésil-SENFAS<br>1.6% Fécule de maïs<br>0.2% Agar-agar bio- Bjorg<br>0.8% Arôme café/caramel/vanille Sébalcé | Vanille : Tenue limite.<br>Café : RAS<br>Vanille/caramel : Bonne texture.<br>Caramel : Se tiens bien.   | Vanille : très sucré, très léger gout métallique.<br>Café : bon goût.<br>Vanille/caramel : bien en goût.<br>Caramel : très léger goût métallique acceptable                    |

Tableau 10 : essais laits gélifiés

Pour le produit à base de lait de vache, la texture est bonne et le flan se tient au démoulage. Pour chaque saveur il n'y a pas de soucis de goût.

Les produits au lait de jument sont identiques à ceux au lait de vache en terme de goût, juste un léger arrière-goût d'herbe est perçu sur le parfum caramel. Cependant, le produit ne tient pas au démoulage et n'a pas la bonne texture (cf. photos 8 et 9). Cela peut être lié au faible taux de protéines du lait de jument. L'ajout de gélifiant est obligatoire dans ce cas.



*Photos 8 : Flan témoin vanille caramel lait de vache*



*Photos 9 : Flan café lait de jument J1*

La texture des produits avec féculé de maïs et agar-agar est conforme aux attentes, le gel est ferme et les flans se démoultent bien (cf. photo 10). Les goûts ne sont pas impactés par la modification de recette, le caramel manque légèrement de force aromatique donc la dose sera doublée au 3<sup>ème</sup> essai.



*Photos 10 : Flan vanille-caramel lait de jument*

Les recettes au lait de jument écrémé donnent des flans qui se tiennent bien au démoulage (cf. photos 11, 12, 13 et 14) et sans impact sur le goût.



*Photos 11 : Flan caramel lait de jument écrémé*



*Photos 12: Flan vanille-caramel lait de jument écrémé*



*Photos 13 : Flan vanille lait de jument écrémé*



*Photos 14 : Flan café lait de jument écrémé*

## - Conclusion

Les produits obtenus avec les recettes féculé de maïs + agar-agar sont très intéressants en terme de texture et de goût. L'emploi de lait écrémé n'a pas d'impact sur l'apparition de mauvais goût.

### 7.4 Glace

#### - Diagramme de fabrication

Le produit a été élaboré selon le diagramme de fabrication suivant :

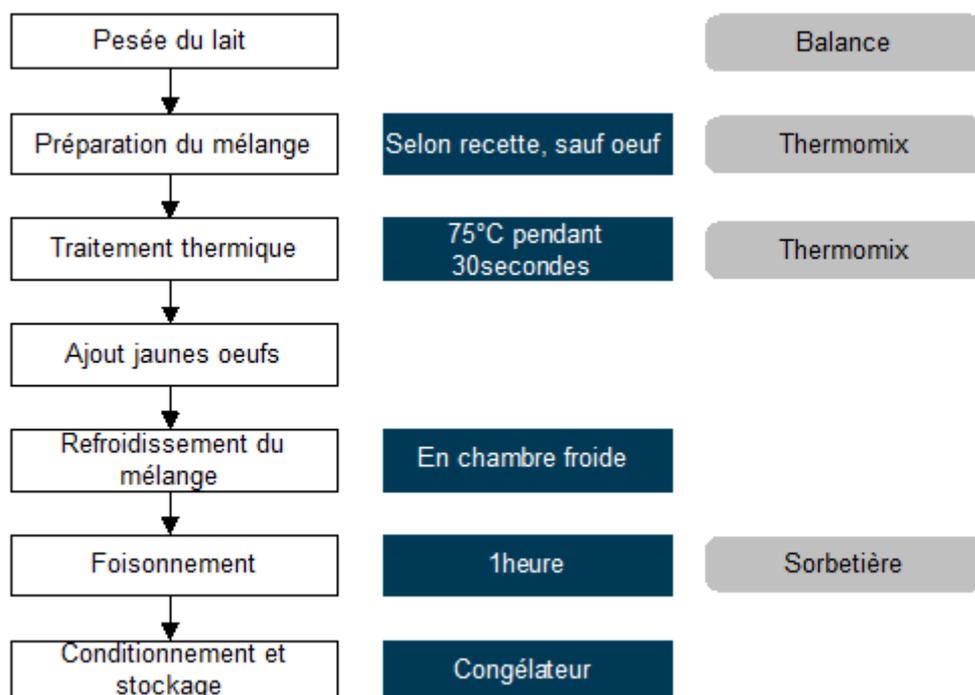


Schéma 10 : diagramme de fabrication glace

#### - Résultats

| N° essai | Objectif | Formule  | Texture et aspect   | Goût               |
|----------|----------|--|---|--------------------|
| J1       |          | 50 % Lait entier<br>12.5% sucre de canne bio Brésil-SENFAS<br>10% jaune d'oeuf<br>25.7% Chocolat noir – cacao Barry – excellence 55% | Bon foisonnement, pas de morceau de glaçon dérangeant. Glace très homogène et très lisse. | Bon goût chocolaté |

Tableau 11 : essai glace

#### - Conclusions

Un seul essai a été réalisé mais les résultats sont très positifs. D'autres parfums pourraient être testés.

### 7.5 Conclusion des essais formulation

Tous les produits testés donnent des résultats très intéressants en terme de texture et de goût suite à l'optimisation des formules. Il est possible de fabriquer des crèmes desserts, du riz au lait, des laits gélifiés et de la glace à partir de lait de jument. Le goût des recettes à base de lait entier de jument est très comparable à celui des recettes à base de lait écrémé. Cette étape d'écémage n'est donc pas nécessaire.

## VIII. Conclusion

Ce projet a permis d'étudier le lait cru de jument, sa stabilisation et le développement de produits.

Nous avons pu mettre en évidence plusieurs paramètres importants sur le lait cru :

- La qualité gustative des laits dépend de très nombreux critères dont l'alimentation des juments et la teneur en matière grasse du lait. Cette teneur varie en fonction de l'alimentation mais également entre juments malgré une alimentation identique.

- Le « lait de transition » correspondant au lait produit après le colostrum et jusqu'à 45 jours après la date de poulinage présente de forts mauvais goûts dès la traite qui ne sont pas compatibles avec la production de produits élaborés. Ces laits présentent un indice de lipolyse très élevé. Il a été mis en évidence une corrélation entre l'hydrolyse des triglycérides (indice de lipolyse) et la dégradation de la qualité gustative des laits.

Les tests de stabilisation du lait ont permis de trouver le traitement thermique le plus approprié. Ce traitement, +75°C pendant 2 minutes 30 secondes, permet de conserver le lait jusqu'à 21 jours sans dégradation gustative, sans lipolyse et sans développement bactérien. Cela permet de traiter le lait destiné à la vente ou de stabiliser le lait en ferme avant production de produits type dessert, glace,...

De nouveaux essais de formulation ont permis de développer des crèmes desserts, lait gélifié, riz au lait et glace de qualité gustative intéressante.

# Bibliographie

Projet Laitju08 – Rapport technique du pôle 2 : Aptitudes aux fermentations et à la coagulation acide et stabilité physique des laits de juments Comtoises. Olivier Larché – Amandine Cortot – Patrice Dieudonné. Version 2 diffusée – 18 décembre 2009.

"Lait de jument : aspects nutrition-santé et débouchés potentiels", Béatrice Najem et Sylvie Pochet, 2011. Rapport bibliographique réalisé pour l'UMT de Poligny (INRA, ISBA, Actilait) et l'ANCTC, avec le soutien financier de la société La Tanière LDJ, le LEGTA de Semur-Chatillon, OSEO Franche-Comté et les Haras Nationaux (Fonds éperon). 188p.

Projet Julact – Compte rendu d'étude : valorisation du lait de jument : développement de produits alimentaires. Aurélie Arnold – Xavier Gigon - Novembre 2016.

Poulain, colostrum et lait. Anne et Cat, mars 2012.

Le lait de jument et sa production: particularités et facteurs de variation.M Doreau, 1994

A rapid method of total lipid extraction and purification. BLIGH EG, DYER WJ Can J Biochem Physiol. 1959 Aug; 37(8):911-7.

Determination of free acids in milk using the BDI method. Some practical and theoretical aspects. Evers J.M., 2003, International Dairy Journal, 13, issues 2-3, 11-121.

A rapid method for extraction of total lipids from whey protein concentrates and separation of lipid classes with solid phase extraction. Vaghela, M. and Kilara, A., 1995. J. Am. Oil Chem. Soc., 72, 11-17.

Protein and fat composition of mare's milk: some nutritional remarks with reference to human and cow's milk. Malacarne M, Martuzzi F, Summer A, Mariani P. 2002, Int Dairy J 12(11):869-877.

Fat content and composition of mare's milk. Nutrition and feeding of the broodmare. Doreau M, Martuzzi F. 2006, EAAP Publication 120. p. 77-87.

Milk fat globules enveloped by their biological membrane: unique colloidal assemblies with a specific composition and structure. Lopez C., 2011, Curr Opin Colloid Interface Sci 16(5):391–404

Pour toutes informations ou renseignements complémentaires vous pouvez vous adresser à :



15 Grande rue  
25620 Mamirolle  
Tél : +(33)3 81 55 92 00  
Email : [richard.revy@educagri.fr](mailto:richard.revy@educagri.fr)  
[enil.mamirolle@educagri.fr](mailto:enil.mamirolle@educagri.fr)  
[www.enil.fr](http://www.enil.fr)