Peut-on vraiment distinguer un lait biologique d'un lait conventionnel ?

Quand la chimie et l'intelligence artificielle s'allient contre la fraude alimentaire

Christophe B.Y. CORDELLA[a,b]*, Lucie TSAMBA[c], Hélène DEBÉTENCOURT[c], Jean-François MORIN[c], Éric JAMIN[c], Rodolphe VIDAL[d], Solenne JOURDREN[d], Emmanuelle BACONNIER[d], Lyes LAKHAL[e], Dominique BERTRAND[f] et Freddy THOMAS[c]*

[a] LARTIC – Laboratoire de Recherche et de Traitement de l'Information Chimiosensorielle, Département Sciences des Aliments, Université Laval, 2425 rue de l'Agriculture, Québec (Québec) G1V 0A6 Canada, www.lartic.fsaa.ulaval.ca
[b] Institut de la Nutrition et des Aliments Fonctionnels (INAF), 2440 boulevard Hochelaga, Université Laval, Québec (Québec) G1V 0A6 Canada.
[c] Eurofins Analytics France, 9 rue Pierre Adolphe Bobierre, BP 42301, F-44323, Nantes Cedex 3, France.
[d] Institut de l'Agriculture et de l'Alimentation Biologiques (ITAB), 149 rue de Bercy, 75595 Paris Cedex 12.
[e] ULR7519 Transformations et Agroressources, 19 rue Pierre Waguet, 60000 Beauvais, France.
[f] DataFrame, Independent researcher, Nantes, France.
✉ christophe.cordella@fsaa.ulaval.ca ; Freddy.Thomas@ftfr.eurofins.com
www.eurofins.com/fr-fr/analyses-agro-alimentaires/solutions-par-analyses/authenticite/authenticite-des-produits-biologiques

Résumé La distinction entre lait biologique et lait conventionnel constitue un enjeu croissant pour la transparence des filières alimentaires et la lutte contre la fraude. Cette question est particulièrement difficile dans le cas du lait UHT, dont la composition finale dépend de nombreux facteurs, allant de l'alimentation des animaux aux procédés industriels appliqués après la collecte. Cet article présente une approche intégrée associant spectrométrie de masse des rapports isotopiques, résonance magnétique nucléaire du proton et méthodes chimiométriques avancées afin d'explorer la possibilité d'authentifier le mode de production du lait UHT. Les isotopes stables du carbone, de l'azote, de l'oxygène et de l'hydrogène apportent une information sur l'alimentation, l'origine géographique et les conditions hydrologiques, tandis que les profils RMN ^{1}H renseignent sur la composition lipidique, les métabolites issus du fonctionnement ruminal des vaches laitières, les composés azotés et les effets du traitement thermique. Les résultats montrent qu'aucun marqueur unique ne permet de caractériser intrinsèquement le label biologique. En revanche, la combinaison de signaux isotopiques et métaboliques, exploitée par des modèles de classification supervisée, permet d'atteindre des performances élevées de discrimination entre laits biologiques et conventionnels. L'approche multi-techniques combinée à la coopération des modèles statistiques améliore la robustesse de la classification par rapport aux techniques prises isolément. Au-delà de la performance prédictive, ces résultats illustrent l'intérêt d'une lecture intégrée du lait comme traceur chimique du système de production et ouvrent la voie à des outils analytiques objectifs pour le contrôle de l'authenticité alimentaire.

Mots-clés **Lait UHT, authenticité biologique, SMRI, RMN ^{1}H, isotopes stables, empreinte métabolique, chimiométrie, analyse en composantes principales, machine à vecteurs de support, fusion de données.**

Abstract **Can organic milk really be distinguished from conventional milk? Combining chemistry and artificial intelligence to fight against food fraud**

Distinguishing organic from conventional milk is becoming an increasingly important issue for transparency in food supply chains and the fight against food fraud. This challenge is particularly complex for UHT milk, whose final composition results from a combination of factors related to the production environment, animal feeding, ruminal metabolism, farming practices, industrial blending, and the thermal treatments applied after milk collection. This article presents an integrated approach combining isotope ratio mass spectrometry, proton nuclear magnetic resonance spectroscopy, and advanced chemometric methods to investigate the potential for authenticating the production system of UHT milk. Stable isotopes of carbon, nitrogen, oxygen, and hydrogen provide information related to animal feeding, geographical origin, and hydrological conditions, whereas ^{1}H-NMR profiles provide insight into lipid composition, metabolites associated with ruminal metabolism in dairy cows, nitrogen-containing compounds, and the effects of heat treatment. The results show that no single marker can intrinsically characterize the organic label. However, combining isotopic and metabolic signatures through supervised classification models enables high discrimination performance between organic and conventional milk. The multi-technique approach, together with the cooperative use of statistical models, improves classification robustness compared with individual analytical techniques used separately. Beyond predictive performance, these findings highlight the value of interpreting milk as an integrated chemical fingerprint of the production system and pave the way for objective analytical tools for food authenticity control.

Keywords **UHT milk, biological authenticity, IRMS, ^{1}H-NMR, stable isotopes, metabolic fingerprinting, chemometrics, principal composent analysis, support vector machine, data fusion.**

https://doi.org/10.63133/scf.act-chim.2026.520.03

Depuis une vingtaine d'années, les produits issus de l'agriculture biologique occupent une place croissante dans les habitudes alimentaires des consommateurs [1,2]. Le lait et les produits laitiers, très présents dans l'alimentation quotidienne[(a)], n'échappent pas à cette tendance. Derrière cette évolution se trouvent des attentes fortes en matière de santé, d'environnement et de bien-être animal. Comme dans d'autres secteurs alimentaires, la confiance des consommateurs peut être fragilisée par des pratiques frauduleuses ou des ambiguïtés dans les modes de production.

Dans ce contexte, la question de l'authenticité des produits biologiques dépasse largement le cadre réglementaire. Elle devient un véritable enjeu sociétal : peut-on établir à partir de mesures analytiques, qu'un produit est effectivement issu d'un mode de production biologique ? Cette problématique est particulièrement complexe pour le lait UHT, dont la composition finale résulte d'une combinaison de facteurs liés à l'environnement de production, à l'alimentation des animaux, au métabolisme ruminal, aux pratiques d'élevage, aux mélanges industriels et aux traitements thermiques appliqués après la collecte [3].

Les travaux présentés ici proposent une réponse originale à cette question en combinant deux approches analytiques complémentaires – la spectrométrie de masse des rapports isotopiques (SMRI, ou IRMS en anglais pour « *isotopic ratio mass spectrometry* ») et la résonance magnétique nucléaire du proton (RMN ^{1}H) – avec des méthodes avancées de traitement des données issues de la chimiométrie et de l'intelligence artificielle. L'objectif est de montrer qu'il est possible d'identifier une signature chimique globale du mode de production, ouvrant la voie à de nouveaux outils de contrôle de l'authenticité alimentaire.

Le lait comme reflet d'un système agricole

Le lait est une matrice biologique, dont la composition chimique reflète une chaîne de causalité allant du sol à l'animal, puis de l'animal au produit final. Cette idée, bien connue en sciences alimentaires, prend ici une dimension particulière. En effet, les pratiques agricoles – qu'elles soient conventionnelles ou biologiques – influencent directement l'alimentation des vaches, qui à son tour modifie leur métabolisme, et donc la composition du lait.

Cette relation indirecte rend l'authentification du lait biologique particulièrement délicate. Contrairement à d'autres produits, il n'existe pas de marqueur unique permettant de distinguer clairement les deux types de production. Les différences observées sont souvent subtiles, variables et dépendantes du contexte géographique ou saisonnier. Comme le soulignent plusieurs travaux antérieurs, les approches fondées uniquement sur la détection de résidus chimiques ou de pesticides de synthèse se révèlent insuffisantes, car elles ne représentent pas directement les pratiques agricoles [4,5].

Dans ce cadre, une stratégie alternative consiste à considérer le lait non pas comme un simple produit, mais comme un traceur chimique du système de production (*figure 1*). Cette approche repose sur l'idée que certaines caractéristiques analytiques – notamment isotopiques et métaboliques – conservent la mémoire des conditions de production.

Les isotopes stables, une signature de l'environnement et de l'alimentation

La spectrométrie de masse des rapports isotopiques constitue un outil particulièrement adapté pour explorer cette mémoire chimique. Elle repose sur la mesure des rapports isotopiques d'éléments légers tels que le carbone, l'azote, l'oxygène ou l'hydrogène. Ces rapports, exprimés sous forme de valeurs δ, dépendent de processus naturels et biologiques bien identifiés.

Par exemple, le rapport isotopique du carbone est donné par la relation entre le rapport isotopique mesuré dans un échantillon rapporté à celui mesuré dans un échantillon de référence international, généralement le VPDB (Vienna Peedee belemnite) :

$$\delta^{13}C = \left(\frac{R_{échantillon}}{R_{référence}} - 1\right) \times 1000 \quad \text{exprimé en ‰}$$

avec $R = \frac{^{13}C}{^{12}C}$ (^{13}C et ^{12}C sont les isotopes naturels stables du carbone, l'isotope ^{14}C étant radioactif).

δ^{13}C est fortement influencé par le type de plantes consommées par les animaux (*figure 2*). Les plantes dites en C3, majoritaires dans les systèmes biologiques européens, présentent des signatures isotopiques différentes de celles des plantes en C4, comme le maïs, plus fréquemment utilisées dans l'alimentation conventionnelle [6,7]. De même, le rapport δ^{15}N est lié aux pratiques de fertilisation, bien que son interprétation soit plus complexe dans le cas des produits animaux en raison des phénomènes de fractionnement isotopique [8].

Les résultats obtenus dans notre récente étude [9] résumée par la *figure 3* montrent que ces isotopes permettent effectivement de différencier partiellement les laits biologiques et conventionnels. Toutefois, cette discrimination reste imparfaite. En particulier, le δ^{15}N présente ici des zones de recouvrement importantes entre les deux classes. Cette observation s'explique notamment par la diversité des pratiques agricoles et, aussi, par les effets de mélange liés à la collecte industrielle du lait.

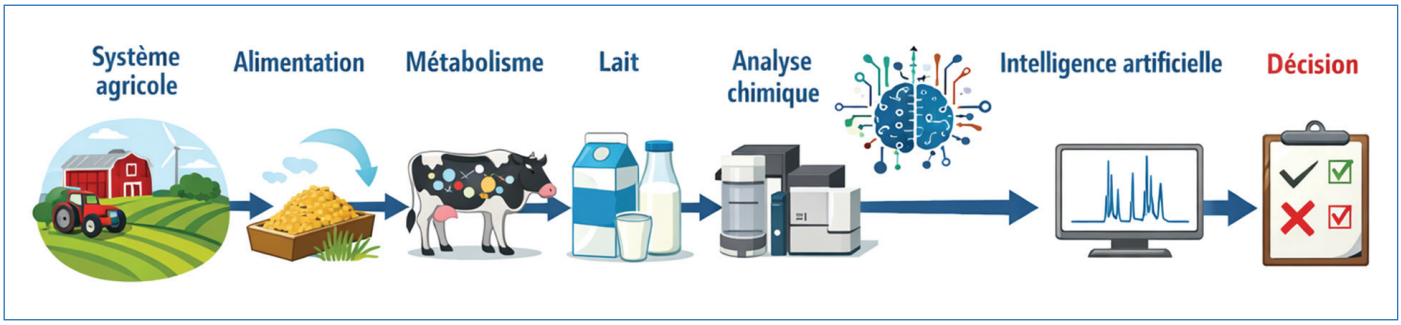


Figure 1 - Des pratiques agricoles à l'authentification du lait biologique.

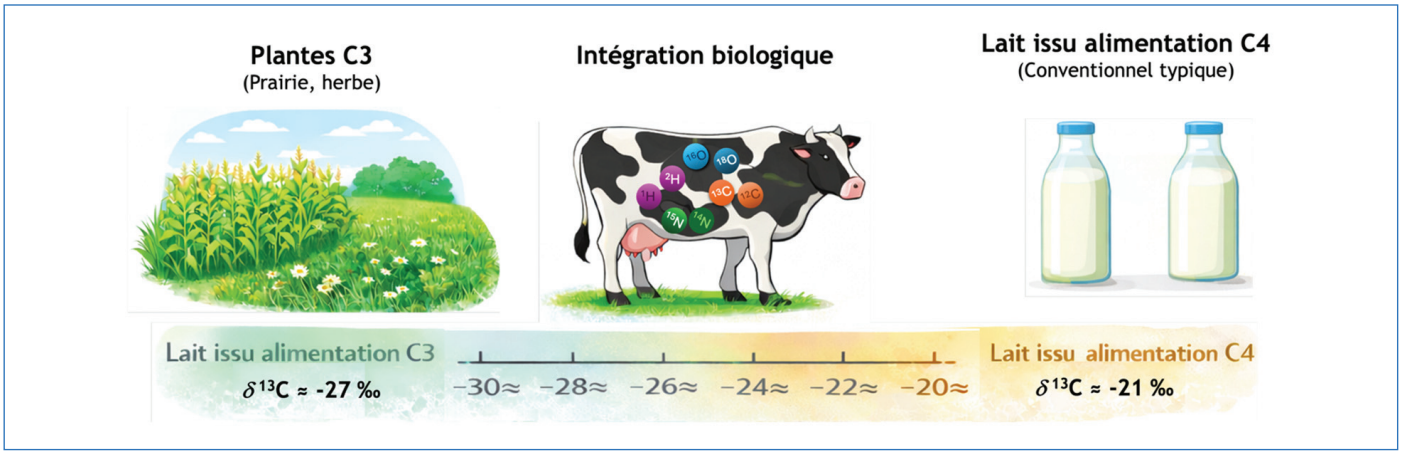


Figure 2 - Recouvrement isotopique possible selon pratique agricole et mélange industriel.

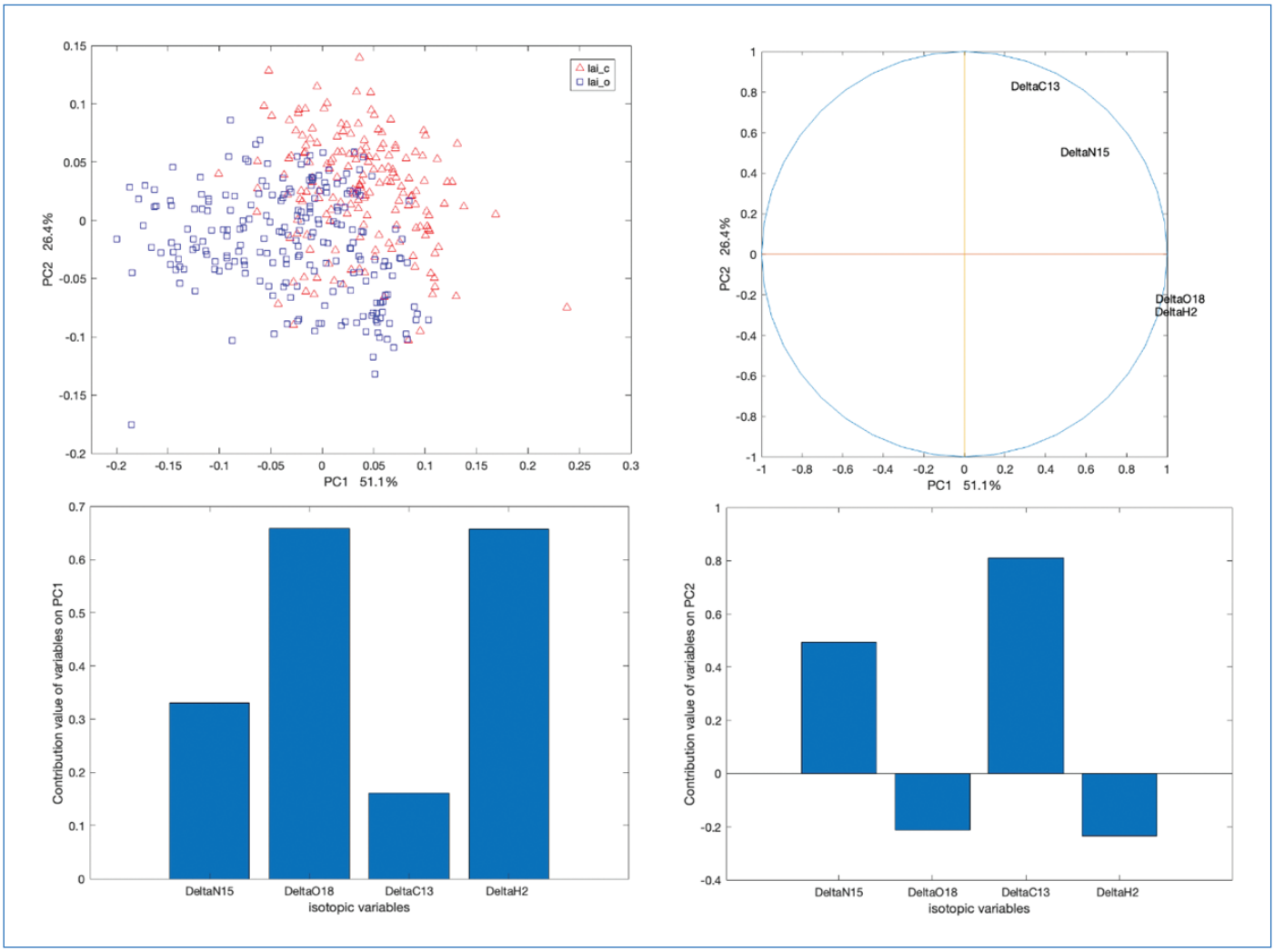


Figure 3 - Analyse des composantes principales des données d'entraînement SMRI. Tiré de Cordella *et al.*, 2026 [9].

En effet, le premier axe (PC1, 51,1 % de variance expliquée) constitue la dimension principale de discrimination et est fortement porté par $\delta^{18}O$ et $\delta^{2}H$, avec une contribution secondaire de $\delta^{15}N$, tandis que $\delta^{13}C$ y contribue plus faiblement. Cette composante traduit principalement des variations liées à l'origine géographique et aux conditions hydrologiques, qui influencent directement les isotopes de l'eau.

Le second axe (PC2, 26,4 %) est, quant à lui, dominé par $\delta^{13}C$, avec une contribution positive marquée, opposée en partie à $\delta^{18}O$ et $\delta^{2}H$. Cette dimension semble refléter davantage des différences liées à l'alimentation des animaux (type de plantes C3/C4) ou aux pratiques agricoles.

Ainsi, si les isotopes stables apportent une information précieuse, ils ne suffisent cependant pas, à eux seuls, à garantir une distinction, puis, par la suite, une classification relative au caractère bio du lait. L'adoption d'une démarche multi-techniques est donc nécessaire pour optimiser la pertinence des données analytiques collectées et la fiabilité des modèles de classification.

La RMN, une empreinte métabolique globale

Complémentaire de l'approche isotopique, la résonance magnétique nucléaire du proton (RMN ^{1}H) permet d'accéder à une description globale du profil métabolique du lait. L'intérêt de cette approche pour étudier l'influence des conditions de production sur les profils métaboliques a notamment été présenté dans une synthèse consacrée à la tomate [10]. Contrairement aux méthodes ciblées, qui se concentrent sur quelques composés, la RMN fournit une vision d'ensemble de la composition chimique en enregistrant spécifiquement la résonance des protons (fréquence de Larmor) de l'échantillon, fréquence qui dépend directement du champ magnétique appliqué, conformément à la relation :

$$\nu = \frac{\gamma}{2\pi} B_0$$

Où ν est la fréquence de résonance (Hz) ; γ est le rapport gyromagnétique du proton, une constante physique qui relie le moment magnétique du proton et son moment angulaire (spin) ; et B_0 est le champ magnétique appliqué (en teslas).

La fréquence de Larmor du proton $\left(\frac{\gamma}{2\pi}\right)$ est égale à 42,58 MHz pour un champ $B_0 = 1$ *T*, à 400 MHz pour $B_0 = 9{,}4$ *T*, 500 MHz pour $B_0 = 11{,}7$ *T*, 600 MHz pour $B_0 = 14{,}1$ *T* etc.

Les petites variations autour de cette fréquence (en ppm) rendent compte de l'environnement chimique. À noter que la RMN ne mesure pas la fréquence absolue, mais le déplacement chimique (δ) en ppm, relatif à une référence (dans notre étude, le triméthylsilane, TMS) :

$$\delta = \frac{\nu - \nu_{ref}}{\nu_{ref}} \times 10^6$$

Les spectres RMN ^{1}H des laits UHT que nous avons collectés révèlent des différences structurales et métaboliques qui peuvent être directement reliées aux pratiques d'élevage, aux régimes alimentaires des animaux et aux effets du traitement thermique. Ces variations s'expriment dans plusieurs régions spectrales clés, reflétant à la fois la composition lipidique, le métabolisme ruminal et la chimie de transformation du lait.

Dans la région aliphatique (0,8–3 ppm), les signaux associés aux chaînes d'acides gras (groupes méthyles terminaux ~ 0,9 ppm, enveloppe méthylénique ~ 1,2–1,3 ppm, et α-CH_2–CO ~ 2,3 ppm) traduisent la structure et le degré de saturation des lipides. Il est bien établi que les systèmes d'alimentation fondés sur le pâturage favorisent une augmentation des résidus d'acides gras polyinsaturés (PUFA), en particulier les résidus acides gras oméga-3 tels que l'acide α-linolénique, ce qui se traduit en RMN par un renforcement des signaux bis-allyliques (~2,8 ppm) et oléfiniques (~5,3 ppm) [11,12]. Cependant l'observation d'intensités plus élevées dans les laits conventionnels suggère que la signature RMN ne reflète pas uniquement la composition lipidique intrinsèque, mais également des effets combinés liés à l'alimentation (notamment l'utilisation d'ensilage de maïs et de concentrés visant à augmenter l'apport énergétique pour soutenir la production laitière), ainsi qu'au traitement UHT, susceptible d'induire des phénomènes d'oxydation lipidique et de modification structurale [13].

Dans la région des sucres (3–5,5 ppm), dominée par le lactose, les différences observées entre les échantillons ne peuvent être interprétées uniquement en termes de concentration. Elles reflètent également des variations dans les équilibres structuraux du lactose (formes α/β), ainsi que des interactions avec la matrice protéique et minérale. Ces interactions peuvent être modifiées par le traitement thermique UHT, qui favorise la glycation non enzymatique précoce des protéines laitières par le lactose, étape initiale de la réaction de Maillard, susceptible d'influencer indirectement les propriétés spectrales observées [14].

La région comprise entre 1 et 3 ppm met en évidence des composés issus du métabolisme microbien ruminal, tels que les esters dérivés d'acides organiques (lactate, citrate, acétate, formiate). La composition de ces métabolites dépend fortement du microbiote ruminal, lui-même influencé par le régime alimentaire (herbe, ensilage, concentrés). Ainsi, les différences observées dans cette région traduisent une signature indirecte du fonctionnement biologique du rumen et des pratiques d'élevage [15].

Dans la région aromatique (6–9 ppm), les signaux correspondent à des composés à faible concentration issus de métabolites secondaires, tels que les dérivés phénoliques d'origine végétale ou certains dérivés oxydés. Ces composés sont directement liés à l'alimentation des animaux, en particulier à la consommation de végétaux riches en métabolites phénoliques. Leur présence et leur intensité peuvent également être influencées par l'utilisation d'ensilage ou par des processus de transformation thermique, ce qui en fait des marqueurs sensibles mais complexes à interpréter [16,17].

Enfin, les composés azotés (urée, acides aminés libres) observés entre 3 et 6,5 ppm fournissent des informations sur le métabolisme protéique et l'efficacité d'utilisation de l'azote. Ces paramètres sont fortement dépendants du régime alimentaire et du fonctionnement du métabolisme ruminal. Des variations dans les concentrations d'acides aminés tels que la glycine, la L-alanine ou la L-leucine peuvent ainsi refléter des différences dans la digestion et l'assimilation des protéines [8]. Ainsi, ces composés azotés sont des indicateurs de fonctionnement métabolique et de conduite alimentaire, mais pas des biomarqueurs intrinsèques du label bio. Ils deviennent pertinents uniquement dans une approche multivariée combinée (ex. avec δ^{13}C, signaux RMN des lipides du lait, etc.).

Dans l'ensemble, ces résultats montrent que la RMN ^{1}H capture une signature intégrée résultant de l'interaction entre alimentation, métabolisme animal et transformation technologique. Les différences observées entre laits biologiques et conventionnels ne peuvent être attribuées à un seul facteur, mais résultent d'un équilibre complexe entre la composition lipidique, l'activité microbienne et les effets du procédé UHT. Cette approche globale confère à la RMN un fort potentiel pour la caractérisation et la discrimination des systèmes de production laitière (*figure 4*).

La chimiométrie et l'intelligence artificielle révèlent l'information cachée

Face à la complexité des données générées par ces techniques analytiques, l'utilisation de méthodes de chimiométrie et d'intelligence artificielle devient indispensable. L'analyse en composantes principales permet d'explorer la structure des données et de visualiser les tendances globales, tandis que des méthodes supervisées, telles que l'analyse discriminante linéaire ou les machines à vecteurs de support (SVM, « *support vector machine* »), sont utilisées pour construire des modèles de classification.

Notre étude [9] met en œuvre une stratégie de validation rigoureuse, fondée sur des jeux de données indépendants

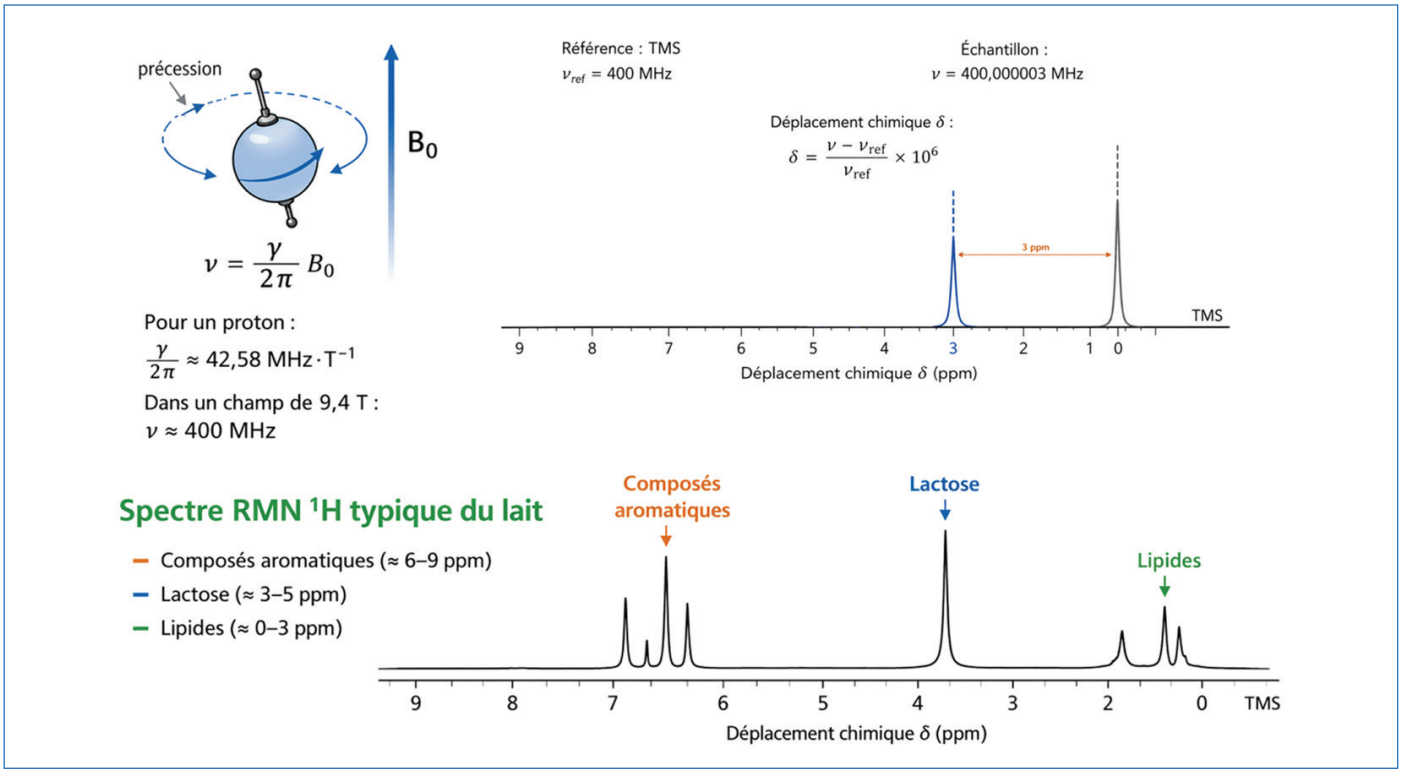


Figure 4 - Illustration des principes de la RMN, notamment fréquence de Larmor, déplacement chimique, et représentation typique d'un spectre RMN ^{1}H du lait.

	NER (%)	Spécificité (%)	Sensibilité (%)
Analyse dicriminante linéaire	84,7	86,2	92,3
Machine à vecteurs de support – fonction linéaire	86,8	97,4	75,7
Machine à vecteurs de support – fonction polynomiale	92,1	94,8	89,2
Machine à vecteurs de support – fonction de base radiale	95,4	96,1	94,6
Réseaux neuronaux artificiels – sans rétroaction	90,1	94,8	85,1
Réseaux neuronaux artificiels – carte auto-organisatrice	89,4	92,2	86,5
Performance	92,7	96,1	89,2

Tableau I - Performance de validation détaillée des modèles linéaires et non linéaires sur le lait UHT (biologique *vs* conventionnel). NER : taux de non-erreur, spécificité et sensibilité (%). D'après [9].

et des procédures de validation croisée, conformément aux recommandations méthodologiques en apprentissage statistique [18]. Les résultats montrent que les modèles fondés sur les isotopes ou sur la RMN atteignent individuellement des performances élevées, avec des taux de bonne classification supérieurs à 90 % (*tableau I*).

Cependant, l'apport majeur de ces travaux réside dans la combinaison des deux types d'information. En intégrant les prédictions issues des modèles isotopiques et métaboliques dans une règle de décision simple (voir l'équation ci-après), les performances sont encore améliorées, atteignant environ 96 % sur les données de test. Cette approche illustre parfaitement le principe selon lequel la coopération de modèles complémentaires de prédiction permet de renforcer la robustesse du processus de classification [19].

Une règle de décision a été calculée pour la classification en combinant les résultats SMRI et RMN. Pour le lait UHT, la formule utilisée est la suivante :

$$\text{Classe}_{\text{Lait}} = \text{Scores(Bio)}_{\text{SMRI linéaire}} + 0{,}5\ \text{Scores(Bio)}_{\text{RMN linéaire}} + 0{,}5\ \text{Scores(Bio)}_{\text{RMN non linéaire}}$$

Cette règle de décision indique que si la valeur $\text{Classe}_{\text{Lait}}$ est inférieure à 1, l'échantillon est classé comme conventionnel, tandis que si $\text{Classe}_{\text{Lait}}$ est supérieure à 1, il est classé comme biologique. En utilisant cette approche combinée, la performance de classification est améliorée par rapport à l'utilisation d'une seule technique, comme illustré dans le *tableau II*. Le taux d'erreur a été réduit à 3 % sur l'ensemble d'entraînement, sans aucune erreur pour le biologique revendiquée, et un taux d'erreur de 3,5 % a été observé sur l'ensemble test.

La règle de décision que nous avons établie et validée expérimentalement repose sur une fusion tardive des scores issus des modèles SMRI et RMN. Le modèle SMRI linéaire reçoit un poids de 1, tandis que les deux modèles RMN, linéaire et non linéaire, reçoivent chacun un poids de 0,5. Ce choix permet d'attribuer une contribution globale équivalente aux deux plateformes analytiques. En effet, l'information RMN étant représentée par deux modèles complémentaires mais partiellement redondants, leur attribuer à chacun un poids de 1 aurait conduit à surpondérer artificiellement la RMN dans la décision finale. Les deux scores RMN sont combinés sous forme d'une moyenne pondérée qui est ensuite additionnée à la contribution SMRI qui constitue une source indépendante d'information. Cette règle présente l'avantage d'être simple, interprétable et cohérente avec la complémentarité chimique des deux techniques analytiques.

Comprendre plutôt que simplement classer : vers des outils opérationnels de contrôle

Au-delà des performances de classification, l'un des intérêts majeurs de cette approche est qu'elle permet de proposer une

Tableau II - Performance du modèle pour chaque technique séparément et avec l'approche combinée. D'après [9]. N : nombre d'échantillons ; NER : taux de non-erreur ; Global-NER : taux de non-erreur approche combinée.

Phase	N (total)	SMRI – NER (%)	RMN – NER (%)	Global-NER (%)	Étendue (min–max, %)
Calibration	171	97,1	98,8	97,1	97,1–98,8
Test	172	94,8	95,3	96,5	94,8–96,5

interprétation mécanistique des différences observées. Les résultats suggèrent en effet une chaîne de causalité cohérente entre le mode de production et la composition chimique du lait.

Les signatures isotopiques reflètent principalement l'alimentation et l'environnement, tandis que les profils RMN traduisent les conséquences métaboliques de ces facteurs. L'ensemble forme une image intégrée du système de production, dans laquelle chaque technique apporte une pièce du puzzle. Cette capacité à relier les observations analytiques à des mécanismes biologiques constitue un atout majeur, notamment dans une perspective de développement d'outils d'aide à la décision ou de contrôle réglementaire.

Les résultats obtenus ouvrent des perspectives intéressantes pour le développement de méthodes opérationnelles d'authentification des produits alimentaires. La combinaison de techniques analytiques robustes et de modèles statistiques validés permet d'envisager la mise en place de systèmes de contrôle fondés sur des données objectives et reproductibles.

L'extension de l'approche à des échantillons européens montre que la méthode conserve une bonne capacité de généralisation, bien que des variations liées aux contextes locaux soient observées. Ces résultats soulignent l'importance de constituer des bases de données représentatives et de prendre en compte la diversité des systèmes agricoles.

À plus long terme, cette approche pourrait être étendue à d'autres matrices alimentaires, contribuant ainsi à renforcer la transparence et la confiance dans les filières biologiques.

L'authentification des produits biologiques représente un défi scientifique majeur, à l'interface entre chimie analytique, sciences des données et sciences alimentaires. Les travaux présentés démontrent qu'il est possible de dépasser les approches traditionnelles en exploitant la richesse des données chimiques à l'aide de méthodes avancées de traitement de l'information.

En combinant spectrométrie de masse isotopique, RMN du proton et intelligence artificielle, cette approche permet de capturer l'empreinte globale des systèmes de production et d'atteindre des niveaux de performance élevés dans la discrimination entre laits biologiques et conventionnels.

Au-delà du cas du lait, ces résultats illustrent l'émergence d'une nouvelle manière de penser l'analyse chimique des aliments, dans laquelle la notion d'authenticité devient un objet scientifique à part entière.

Notes et références

[a] *La santé vient en mangeant - Le guide alimentaire pour tous. Repères de consommation correspondant aux objectifs du plan national nutrition santé*, https://sante.gouv.fr/IMG/pdf/guide_alimentairetous.pdf

[b] Les plantes C3 et C4 sont deux types de plantes qui se distinguent par leur mécanisme de fixation du CO_2 lors de la photosynthèse, les C3 fixant le carbone en composé à trois carbones et les C4 en composé à quatre carbones, avec des signatures isotopiques $\delta^{13}C$ différentes.

[1] V. Vigar *et al.*, A systematic review of organic versus conventional food consumption: is there a measurable benefit on human health?, *Nutrients*, **2019**, *12*(1), 7, https://doi.org/10.3390/nu12010007

[2] H. Willer, J. Trávníček, B. Schlatter (eds.), *The World of Organic Agriculture: Statistics and Emerging Trends 2024*, FiBL & IFOAM – Organics International, **2024**, www.fibl.org/en/shop-en/1747-organic-world-2024

[3] S. Li, A. Ye, H. Singh, Seasonal variations in composition, properties, and heat-induced changes in bovine milk in a seasonal calving system, *J. Dairy Sci.*, **2019**, *102*, p. 7747-59, https://doi.org/10.3168/jds.2019-16685

[4] N. Liu *et al.*, Evaluation of portable near-infrared spectroscopy for organic milk authentication, *Talanta*, **2018**, *184*, p. 128-35, https://doi.org/10.1016/j.talanta.2018.02.097

[5] E. Capuano, J. Rademaker, H. van den Bijgaart, S. M. van Ruth, Verification of fresh grass feeding, pasture grazing and organic farming by FTIR spectroscopy analysis of bovine milk, *Food Res. Int.*, **2014**, *60*, p. 59-65, https://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.12.024

[6] J. Molkentin, Authentication of organic milk using $\delta^{13}C$ and the α-linolenic acid content of milk fat, *J. Agric. Food Chem.*, **2009**, *57*, p. 785-90, https://doi.org/10.1021/jf8022029

[7] I.-M. Chung *et al.*, A case study for geographical indication of organic milk in Korea using stable isotope ratios-based chemometric analysis, *Food Control*, **2020**, *107*, 106755, https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2019.106755

[8] G. Cantalapiedra-Hijar *et al.*, Nitrogen isotopic fractionation as a biomarker for nitrogen use efficiency in ruminants: a meta-analysis, *Animal*, **2018**, *12*, p. 1827-37, https://doi.org/10.1017/S1751731117003391

[9] C. B. Y. Cordella *et al.*, A multi-technique chemometric strategy for authenticating organic UHT-treated cow milk, *Food Control*, **2026**, *187*, 112126, https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2026.112126

[10] A. C. Abreu, I. Fernández, NMR metabolomics applied on the discrimination of variables influencing tomato (*Solanum lycopersicum*), *Molecules*, **2020**, *25*, 3738, https://doi.org/10.3390/molecules25163738

[11] C. G. Tsiafoulis *et al.*, NMR-based metabolomics of the lipid fraction of organic and conventional bovine milk, *Molecules*, **2019**, *24*, 1067, https://doi.org/10.3390/molecules24061067

[12] B. H. Schwendel *et al.*, Fatty acid profile differs between organic and conventionally produced cow milk independent of season or milking time, *J. Dairy Sci.*, **2015**, *98*(3), p. 1411-25, https://doi.org/10.3168/jds.2014-8322

[13] E. Capuano, R. Gravink, R. Boerrigter-Eenling, S. M. van Ruth, Fatty acid and triglycerides profiling of retail organic, conventional and pasture milk: implications for health and authenticity, *Int. Dairy J.*, **2015**, *42*, p. 58-63, https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2014.11.002

[14] D. Alves da Cunha, T. C. Valim, P. R. Filgueiras, V. Lacerda Junior, A. C. Neto, Lactose quantification in bovine milk by nuclear magnetic resonance without deuterated solvent (No-D qNMR), *Anal. Methods*, **2020**, *12*, p. 4892-98, https://doi.org/10.1039/d0ay01268h

[15] A. Elgersma, S. Tamminga, G. Ellen, Modifying milk composition through forage, *Anim. Feed Sci. Technol.*, **2006**, *131*, p. 207-25, https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2006.06.012

[16] L. J. Sanchez, D. Zhu, R. Frew, B. Kebede, Optimization of nuclear magnetic resonance and gas chromatography-mass spectrometry-based fingerprinting methods to characterize goat milk powder, *J. Dairy Sci.*, **2021**, *104*(1), p. 102-11, https://doi.org/10.3168/jds.2020-18467

[17] N. P. Nørskov, I. Givens, S. Purup, S. Stergiadis, Concentrations of phytoestrogens in conventional, organic and free-range retail milk in England, *Food Chem.*, **2019**, *295*, p. 1-9, https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.081

[18] S. Arlot, A. Celisse, A survey of cross-validation procedures for model selection, *Stat. Surv.*, **2010**, *4*, p. 40-79, https://doi.org/10.48550/arXiv.0907.4728

[19] S. Erich *et al.*, Combined chemometric analysis of ^{1}H NMR, ^{13}C NMR and stable isotope data to differentiate organic and conventional milk, *Food Chem.*, **2015**, *188*, p. 1-7, https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.04.118