

BILAN DES ESSAIS CRYOSCOPIE AFSSA / CECALAIT
Avec la collaboration de SYNDILAIT (fourniture des laits de
consommation), RADIOMETER et FUNKE GERBER (prêts d'appareils).

La nouvelle norme ISO 5764 concernant le point de congélation du lait est parue en 2002. Par rapport au texte précédent, ce document définit clairement la méthode de référence comme étant la méthode par recherche de plateau (avec une nouvelle définition du plateau qui est considéré comme atteint lorsque la montée en température n'a pas excédé 0,5 m°C pendant les dernières 20 secondes). Les méthodes à temps fixe sont considérées comme méthode de routine et nécessitent d'être raccordées à la méthode de référence.

Suite à l'application de cette nouvelle méthode, certains pays auraient observé un décalage de 3 m°C environ sur des échantillons analysés à la fois au moyen d'un appareil conforme à la nouvelle norme et d'un appareil conforme au texte précédent.

Suite à la présentation de ces résultats au groupe des experts chimistes (DG AGRI CEE), le président H. GLAESER a demandé expressément aux autres états membres de s'exprimer sur la conclusion de cette comparaison analytique.

Il nous a donc paru essentiel de conduire une étude comparative au niveau français sur des laits crus et des laits de consommation afin de déterminer s'il existe ou non un décalage significatif entre les deux versions de méthodes.

Elle a consisté en une comparaison, dans deux laboratoires, des résultats obtenus entre des appareils fonctionnant suivant la version de 1987 et celle de 2002.

Laboratoire 1 : un appareil conforme à la norme ISO 5764 : 1987 et un à la norme ISO 5764 : 2002

Laboratoire 2 : un appareil conforme à la norme ISO 5764 : 1987 et deux à la norme ISO 5764 : 2002

L'étude a été réalisée respectivement, sur 26 laits crus conservés avec du bronopol (0,02 % final), correspondant à des laits de collecte provenant de différentes régions françaises et sur 35 échantillons de laits de consommation représentatifs des différents traitements technologiques.

Les résultats sont les suivants :

COMPARAISON SUR LAIT CRU (VALEURS EN m°C x -1)

	ISO 5764 :1987 App 1	ISO 5764:1987 App 2	ISO 5764 :2002 App 3	ISO 5764 :2002 App 4	ISO 5764:2002 App 5
N	26	26	26	26	26
Moyenne	531,0	530,8	533,0	529,0	532,0
Différence ISO 5764 :1987/ISO 5764 : 2002*	-	-	+2,0	-1,8	+1,2
Ecart type de la différence ISO 5764:1987 / ISO 5764 : 2002*	-	-	2,0	1,6	2,4

* Les écarts sont des différences intra laboratoires, soit :

Labo 1 : ISO 5764 :1987 Appareil 1 et ISO 5764 :2002 Appareil 3

Labo 2 : ISO 5764 :1987 Appareil 2 et ISO 5764 :2002 Appareil 4 et 5

COMPARAISON SUR LAIT DE CONSOMMATION
(VALEURS EN m°C x -1)

	ISO 5764 :1987 App 1	ISO 5764 :1987 App 2	ISO 5764 :2002 App 3	ISO 5764 :2002 App 4	ISO 5764:2002 App 5
N	35	35	35	35	35
Moyenne	519,0	519,1	521,7	517,3	520,9
Différence ISO 5764 :1987/ISO 5764 : 2002*	-	-	+2,7	-1,8	+1,8
Ecart type de la différence ISO 5764:1987 / ISO 5764 : 2002	-	-	2,2	1,4	3,2

* Les écarts sont des différences intra laboratoires, soit :

Labo 1 : ISO 5764 :1987 Appareil 1 et ISO 5764 :2002 Appareil 3

Labo 2 : ISO 5764 :1987 Appareil 2 et ISO 5764 :2002 Appareil 4 et 5

En premier lieu, on peut observer que les déterminations sur les laits crus et de consommation réalisées à l'aide des instruments fonctionnant selon la norme ISO 5764 : 1987 donnent des résultats équivalents sur les deux instruments testés (moyenne des déterminations équivalentes).

On constate ensuite, la présence d'un effet « instrument » sur les résultats des déterminations réalisées sur les échantillons à l'aide des instruments en accord avec la norme ISO 5764 : 2002. En effet, les appareils 3 et 5 présentent des résultats sensiblement équivalents (moyenne des déterminations respectivement 533,0 et 532,0 m°C x -1 sur le lait cru et 521,7 et 520,9 m°C x -1 sur le lait de consommation) qui sont décalés de ceux obtenus à l'aide de l'appareil 4 présentant la même configuration (moyenne des déterminations respectivement 529,0 et 517,3 m°C x -1 sur le lait cru et sur le lait de consommation).

Si l'on observe les moyennes des déterminations analytiques entre appareils (incluant la variabilité

« version » et la variabilité « instrument »), on constate une amplitude de 529 à 533 m°C pour le lait cru et 517,3 à 521,7 m°C pour le lait de consommation.

Il semblerait donc exister des tendances relatives à l'instrument (toutes versions confondues), mais, force est de constater que les écarts observés s'inscrivent totalement dans les caractéristiques techniques de la méthode cryoscopique telles qu'elles sont définies dans le document normatif ISO FIL 5764, soit un écart maximal entre double (r) = 4 m°C et une limite de reproductibilité (R) = 6 m°C.

Les résultats obtenus dans cette étude française ont été transmis au groupe des experts chimistes de Bruxelles, où ils s'intégreront dans l'ensemble des résultats obtenus en Europe sur cette question.

Une analyse statistique sera ensuite réalisée sur l'ensemble des résultats et servira de base à une réflexion technique générale sur ce point précis.