

# MISE AU POINT SUR LA DETERMINATION DU POINT DE CONGELATION DU LAIT PAR LA METHODE CRYOSCOPIQUE

La mesure du point de congélation du lait par cryoscopie se fait actuellement selon deux méthodes : la méthode de référence par recherche du plateau sur la courbe de congélation et une mesure de température à un temps fixe après la cristallisation. Cette dernière peut fournir des résultats sensiblement différents de la méthode de référence. Elle ne peut donc avoir qu'un statut de méthode de routine, quoique d'usage majoritaire dans les laboratoires laitiers pour des raisons économiques. Cette utilisation dominante induit cependant l'apparition d'une valeur de référence consensuelle, décalée par rapport à celle que donne la méthode de référence. Cette situation, sans conséquence pour des transactions à l'intérieur d'un même cadre régional est source de litiges dès lors qu'on en sort.

C'est pourquoi CECALAIT a développé pour l'étalonnage des cryoscopes, outre des solutions titrées de chlorure de sodium, un échantillon de lait de référence, dont la valeur de point de congélation a été déterminée par la méthode de référence. L'utilisation conjointe de ces échantillons doit permettre de définir les corrections à appliquer aux résultats de routine pour qu'ils deviennent équivalents à ceux obtenus par la méthode de référence.

## DEFINITION DU POINT DE CONGELATION

La température du point de congélation du lait est définie par le principe de la mesure cryoscopique, décrit dans les normes équivalentes : FIL 108B:1991, ISO 5764, AFNOR V 04-205 de 1990.

Elle correspond à la température du plateau (plus haut palier) atteint par le lait lors de la remontée de température consécutive à la cristallisation initiée mécaniquement après refroidissement à une température appropriée. Ce plateau est actuellement défini comme la période de stabilité de la température pendant 20 s au minimum, dans une fourchette de  $\pm 0,001$  °C.

La norme FIL 108B:1991 décrit la méthode de référence actuellement en vigueur et prend soin de mentionner l'existence et l'utilisation, d'instruments mesurant la température, à un temps fixe après l'induction de la cristallisation, comme méthode possible en routine pour le tri des laits. Cette méthode dérivée est, à l'heure actuelle largement majoritaire dans les laboratoires laitiers.

Toutefois, seule la méthode de référence à recherche de plateau est définie précisément, les appareils de mesure à temps fixe ne faisant l'objet de recommandation particulière, ni sur le délai de mesure, ni sur la précision attendue. Il est cependant clairement indiqué que les courbes de congélation peuvent varier d'un lait à l'autre (cause d'erreur aléatoire d'une méthode à temps fixe) de même qu'entre le lait et les solutions étalons (cause d'erreur systématique d'une méthode à temps fixe).

Ainsi, le rapport du groupe FIL E601 (E doc 596, 1994), établi par R. VAN BUUREN et repris dans La Lettre de CECALAIT, N° 13 de janvier 1995 précise les différences entre les résultats obtenus après une mesure à temps fixe et une recherche de plateau. L'exemple proposé se réfère à des résultats obtenus après un temps fixe de 90s. Or les appareils de routine, pour des raisons évidentes de cadences, ne sont, pour la plupart, utilisés qu'à des temps de 30s, soit trois fois moins!

C'est pourquoi le groupe FIL E601 s'est attaqué depuis fin 1994, à la redéfinition des méthodes de référence et de routine. Ce travail

a été présenté par M. LALOUX du CNEVA-LCHA lors de l'Assemblée Générale de CECALAIT et repris dans La Lettre de CECALAIT, N° 15 de juillet 1995.

## STATUT DES METHODES

A l'heure actuelle, le statut des cryoscopes à temps fixe ne peut être que celui de méthode rapide à l'instar des analyseurs infrarouge pour l'analyse de la composition des laits. Comme tels, ces appareils doivent fournir en principe des résultats équivalents à la méthode de référence en usage. Dans l'état actuel des choses, les instruments à temps fixe ne délivrent pas le véritable point de congélation du lait, qui est la « **température la plus haute atteinte sur le plateau** » (In norme AFNOR V 04-205, 1990, 8.3, p.8)

Pourtant, l'usage quasi-généralisé des instruments à temps fixe impose de fait une sorte de référence consensuelle, décalée par rapport à la méthode de référence à recherche de plateau. Cette différence se manifeste notamment au cours des essais d'intercomparaison de laboratoires dans lesquels les laboratoires utilisateurs de la méthode de référence se trouvent généralement peu nombreux. Cette situation ne va pas sans créer quelques problèmes, notamment, par exemple, pour les laboratoires officiels, utilisateurs des méthodes de référence ou des méthodes parues au Journal Officiel, qui face à des présomptions de mouillage, se trouvent en porte-à-faux par rapport aux résultats d'essais d'intercomparaison de laboratoires.

Maintenant largement utilisée dans le cadre du paiement du lait, la méthode cryoscopique nécessite une définition précise des rôles respectifs que doivent jouer les méthodes à temps fixe et la méthode à recherche de plateau, et de la façon dont elles doivent être reliées entre elles.

L'usage généralisé en routine des appareils à temps fixe n'a, jusqu'à présent, pas posé de problème en raison de l'emploi de références régionales variables, pour la température critique du point de congélation. Ces moyennes régionales ou départementales sont des normes relatives, déterminées par la même méthode. Il n'en est pas de même dans le cadre de

transactions commerciales entre régions ou entre pays qui sortent dès lors d'un code local harmonisé et consensuel.

## ETALONNAGE DES CRYOSCOPIES

Dans ce contexte, CECALAIT a commencé à proposer dès 1994 des solutions titrées de chlorure de sodium destinées à l'étalonnage des cryoscopes. Elles sont préparées selon la norme FIL 108B et validées périodiquement par essais interlaboratoires, de manière à harmoniser les étalonnages sur l'ensemble de la France et plus particulièrement au niveau des laboratoires interprofessionnels.

Malgré cela, on a continué à observer, dans certains laboratoires, des discordances entre les réponses sur solutions et les réponses sur lait, à l'occasion des chaînes d'analyses. Il est possible, sinon probable, que dans certains cas, la cause en ait été le principe de mesure décrit plus haut.

Aussi, à partir de 1996, CECALAIT a-t-il décidé d'adjoindre aux solutions étalons un échantillon de lait de mélange, doté d'une valeur de point de congélation déterminée selon la méthode de référence (recherche de plateau, FIL 108B). Le principe d'un étalonnage réussi voudrait que les résultats sur solutions et sur lait se trouvent alignés sur une même droite d'étalonnage ou que l'appareil réglé sur solutions ne présente pas d'écart significatif, sur le lait de contrôle, par rapport à la valeur proposée. Lorsque ce n'est pas le cas, le laboratoire est en mesure d'évaluer son erreur de justesse par rapport à la norme et d'en tenir compte si nécessaire dans le cadre particulier où il utilise la méthode cryoscopique.

Cet échantillon de contrôle est donc intéressant à plus d'un titre :

- ◆ son premier intérêt est d'ordre informatif,
- ◆ son second intérêt réside dans la possibilité, dans le cadre d'un contexte harmonisé (procédure générale adoptée par un groupe identifié de laboratoires et pour un usage donné) :
  - soit d'ajuster l'étalonnage de l'appareil,
  - soit d'établir la correction à appliquer aux résultats de routine pour estimer les températures de manière équivalente à la méthode de référence.

Ce type d'utilisation conduirait ainsi à annuler l'erreur systématique de la méthode non normalisée (routine). Il n'éliminerait toutefois pas l'erreur aléatoire liée à la variabilité des courbes de congélation (cf E Doc 596, 1994, évoqué ci-dessus) et que l'on peut mesurer par l'écart type des écarts (routine-référence).

L'adoption de l'étalonnage sur le lait de contrôle doit pourtant s'inscrire dans un mouvement concerté de l'ensemble des laboratoires afin que la référence consensuelle du groupe des méthodes à temps fixe s'ajuste sur un nouveau point d'ancrage, sans perturbation excessive du paysage technico-économique interprofessionnel et commercial. En effet, l'ajustement sur la méthode de référence normalisée aurait tendance à élever les températures de point de congélation. Ceci conduirait, tout au moins au début, à accroître artificiellement la proportion des suspensions de mouillage. L'usage de références flottantes,

souvent départementales ou régionales et révisées périodiquement effacera toutefois très rapidement les écarts artificiels d'un jour. Cette démarche logique, initiée par la révision en cours de la norme 108 B, devrait progressivement s'imposer et s'accompagnera au niveau français, interprofessionnel notamment, d'une définition des statuts et du cadre d'utilisation respectifs des différents types de mesure cryoscopique.

La révision de la norme 108B devrait, selon toute probabilité, conduire à terme à une remise en cause et une redéfinition du seuil réglementaire de la Communauté Européenne : - 0,52 °C, à partir de résultats d'expérimentations réalisées selon la nouvelle norme attendue pour la fin 1996.

