

DETERMINATION DU POINT DE CONGELATION DU LAIT

La mesure du point de congélation du lait par cryoscopie à thermistance selon la norme 108B:1991, a lieu en routine avec des appareils qui effectuent la mesure à un délai fixe après le début de la congélation. Or cette méthode fait apparaître des différences trop importantes d'une mesure à l'autre sur un même produit. Elle s'éloigne, de plus, beaucoup trop du point de congélation réel quand les courbes de congélation sont différentes, dans le cas de produits différents, par exemple. La FIL s'est donc engagée dans une réflexion sur le contenu de la norme 108B:1991 et soumet à enquête la proposition de révision de ce texte. Elle propose d'abandonner l'ancienne méthode de routine et redéfinit, de plus, le palier de la courbe de congélation. Le point de congélation, recherché en routine, deviendrait la valeur moyenne observée sur ce palier.

Ces modifications auraient toutefois d'importantes conséquences économiques pour les laboratoires, voire pour les constructeurs de matériel. C'est pourquoi il est conseillé d'établir une période transitoire nécessaire à l'adaptation des uns et des autres à la nouvelle norme.

La détermination du point de congélation du lait par cryoscope à thermistance pose à la fois des problèmes de définition et de mesure. La FIL s'est donc engagée dans une réflexion en vue de réviser la norme 108B:1991. Le groupe de travail E 601, rattaché à la Commission E en a d'ores et déjà modifié de façon significative le contenu et a soumis cet avant-projet aux différents Comités nationaux de la FIL pour avis et commentaires. Si ces modifications entrent en vigueur, elles risquent d'influer de façon notable sur la pratique et l'équipement des laboratoires laitiers. C'est pourquoi, il nous paraît intéressant de présenter brièvement les grandes lignes de ce projet de norme et d'en souligner les conséquences.

Une méthode de routine incertaine

Depuis 1993, les experts de la Commission E de la FIL, en particulier R. VAN BUUREN des Pays-Bas, ont été sensibilisés aux problèmes rencontrés par les utilisateurs de la méthode de routine décrite dans la norme 108B:1991. Leurs réflexions les ont conduit à supprimer cette méthode de routine et à modifier la façon de rechercher le « palier » donnant le point de congélation.

Cette norme révisée a été présentée aux différents Comités Nationaux de la FIL lors des sessions annuelles qui se sont tenues à Adelaïde en 1994. Ceux-ci ont eux-mêmes soumis le texte à leurs experts nationaux, ainsi qu'aux fabricants d'appareils. Pour l'heure, ces consultations sont en train de s'achever et après examen et, éventuellement prise en compte des différents commentaires, la procédure de révision de la norme se mettra définitivement en marche.

RAPPEL DU PRINCIPE DE MESURE

La mesure du point de congélation du lait avec un cryoscope à thermistance se fait après

« refroidissement à une température appropriée, fonction de l'appareil, amorce de la cristallisation par une vibration mécanique entraînant une augmentation rapide de température jusqu'à un palier correspondant au point de congélation de la prise d'essai. »
(Ln : FIL norme 108B:1991, paragraphe 4)

Actuellement, les appareils :

- * soit, pour les plus récents, recherchent un palier de température sur la courbe de congélation,
- * soit, effectuent une mesure à un délai fixe, réglé au préalable, après le début de la congélation : il s'agit alors d'une méthode de routine, qui était admise pour le tri des laits.

LES VARIATIONS DE LA METHODE DE ROUTINE

Différences entre courbes de congélation et résultats obtenus					
échantillon	temps entre l'impulsion et le maximum		différences entre les résultats obtenus après 90 s et le palier		forme de la courbe
	moyenne (s)	SD	moyenne (m°C)	SD	
NaCl	52	8			palier entre 60-90 s
Lait cru	153	52	1,4	1,1	paliers longs et stables
Lait pasteurisé	187	42	1,8	1,6	montée lente et longue
lait UHT	> 200		± 5		montée longue

(d'après J. Van Leeuwen and R. Black, 1984, Department of Agriculture, Victoria, Australia. Gilbert Chandler Institute For Dairy Technology, cité dans R. Van Buuren, rapport à la FIL, groupe E 601, 1994)

Un certain nombre d'études montrent de façon indubitable que les différences obtenues entre plusieurs mesures sur un même

produit, voire un même échantillon, sont inacceptables. R. VAN BUUREN, dans son rapport à la Commission E de la FIL mentionne ainsi que la différence entre la mesure obtenue après un délai fixe et le point de congélation réel peut varier de 2 à 5 m°C. Qui plus est, ces différences deviennent encore plus importantes lorsque les mesures portent sur des produits différents, dont les courbes de congélation diffèrent considérablement. (cf tableau ci-dessus)

Dans ces conditions, la Commission E propose purement et simplement de supprimer la méthode de routine, basée sur la mesure de température après un délai fixe, et de la remplacer par la recherche du palier de température.

Une nouvelle définition du palier

Après plusieurs mois d'expériences, les experts du groupe E 601 proposent de définir le **palier** de la courbe de congélation comme étant la partie de la courbe où la température est stable, c'est à dire **varie au maximum de $\pm 0,2$ m°C et ce pendant au moins 23 s.**

En outre, dans le but de limiter les variations dues à des artefacts, observées à l'intérieur d'un même échantillon, le point de congélation, recherché par une méthode de routine serait maintenant défini comme étant **la moyenne de la valeur de ce palier** et non plus le maximum.

En revanche, dans la méthode de référence, le point recherché resterait **le maximum stable, pendant au minimum 5s, du palier** de la courbe de congélation.

La tolérance sur l'amplitude du palier influe notablement sur le résultat : si c'est ± 1 m°C, l'erreur sera de 3 m°C.

L'interprétation qui peut être faite de la notion de variance du palier, soit en termes d'amplitude absolue (Δ), soit en termes de limite ($\pm L$) est susceptible d'entraîner des différences notables. En effet, l'amplitude peut varier selon les cas du simple au double ($\Delta = 2L$). Ce point doit être précis dans la définition du palier.

D'importantes conséquences pour les laboratoires

D'une part, l'abandon de la méthode de routine et l'obligation de rechercher le palier vont augmenter significativement le temps de mesure et donc diminuer les cadences des laboratoires.

D'autre part, les appareils devront être modifiés pour devenir conformes à la norme. Ceux qui ne pourront être reprogrammés en ce sens devront être remplacés, d'où un coût sans doute difficile à supporter pour la plupart des laboratoires.

Et pour les fabricants d'appareils

Aucun des appareils actuellement disponible sur le marché ne semble conforme aux exigences de la nouvelle norme. Les constructeurs devront donc modifier très rapidement leurs appareils. Le réglage concernant la variance du palier est particulièrement important et a effectivement donné lieu à des interprétations différentes pour l'heure. (cf plus haut).

Il reste cependant que la révision de la norme se justifie d'un point de vue scientifique et dans un souci de précision et d'harmonisation des mesures données par différents appareils.

Vers une période de transition

En cas de modification de la norme 108 B, il semblerait donc souhaitable de s'accorder une période transitoire pour permettre à la fois aux laboratoires et aux constructeurs de se mettre en conformité avec la nouvelle norme. Pendant ce temps, l'ancienne méthode de routine pourrait continuer à être utilisée comme méthode alternative, moyennant des calibrages et des contrôles réguliers avec des laits de référence et/ou par rapport à des cryoscopes de référence.

