

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 62 (1971)

Heft: 1

Artikel: Elévation du point de congélation du lait de vache, mesures sur le lait cru, pasteurisé et upérisé® : information basée sur la pratique

Autor: Dillier-Zulauf, A. / Doyotte, J.P.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983567>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. [Mehr erfahren](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. [En savoir plus](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. [Find out more](#)

Download PDF: 27.01.2026

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Elévation du point de congélation du lait de vache, Mesures sur le lait cru, pasteurisé et upérisé®

Information basée sur la pratique
par A. Dillier-Zulauf et J. P. Doyotte*
(Conserves Estavayer S. A., CH-1470 Estavayer-le-Lac)

1. Introduction

Dans le procédé d'upérisation® le lait préchauffé à 80 °C est porté instantanément à la température de 150 °C par injection directe de vapeur d'eau. Après un temps de chambrage de quelques secondes, la tension du lait upérisé est abaissée brutalement. Il s'ensuit un retour à la température de préchauffage. Lors de cet abaissement de tension, l'eau injectée est récupérée. Dans ce procédé d'upérisation, le lait ne doit être ni mouillé ni concentré. Un régulateur garantit au lait ainsi traité une densité relative apparente $D' = \frac{t^0}{t^1}$ inchangée.

Wälzholz et ses collaborateurs (1962) ont démontré par de nombreux essais que la densité relative apparente s'écarte de $\pm 0,2\%$ au maximum lors de variations de température Δt de $\pm 0,1^\circ\text{C}$. Δt étant la différence entre la température de préchauffage et la chambre à vide.

On ne peut détecter ces faibles écarts par les méthodes analytiques courantes. Ces différences sont d'ailleurs dues aux variations naturelles de la composition du lait.

2. Contrôle de routine

Etant donné le contact direct du lait avec la vapeur, le risque de mettre en circulation un lait mouillé non conforme aux prescriptions officielles est plus important. Des contrôles de laboratoire doivent être effectués régulièrement pour déterminer la quantité d'eau contenue dans le lait upérisé. En effet, les dérangements dans les appareils, la durée de leur défection ainsi que les effets encourus sur le lait travaillé doivent être décelés le plus vite possible.

La méthode utilisée habituellement est l'indice de réfraction du sérum, car les appareils de détermination du point de congélation traditionnels ne se prêtent pas particulièrement aux mesures rapides de routine. Il est certain que le procédé de détermination des points de congélation présente des difficultés d'exécution et demande toute l'habileté de l'analyste.

3. Instrument de mesure

Cryoscope à lait des «Advanced Instruments Inc». Il s'agit d'un appareil construit aux USA pour les besoins du marché et employé comme osmomètre dans

* Etudiant à l'Ecole de Laiterie de Nancy (France).

les laboratoires des cliniques médicales. Le cryoscope à lait est le même appareil possédant des indications de mesure différentes. Cet appareil est composé d'un élément frigorifique Peltier, d'un récipient d'essai, d'un détecteur de température et d'un galvanomètre. De plus, un pont de Wheatstone très stable sert d'instrument de base. Reproductibilité de l'appareil pour un lait entier: $0,002^{\circ}\text{C}$.

Remarque concernant le calibrage:

En 1920, *Hortvet* introduisit une méthode cryoscopique. Pour calibrer son appareil, il utilisa deux solutions de saccharose à 7 % et à 10 % et trouva des valeurs inexactes — $0,422^{\circ}\text{C}$ et — $0,621^{\circ}\text{C}$. Ces valeurs ou «degré Hortvet» sont parfois encore utilisés (p. ex. methods of analysis AOAC, 1965, page 227 à 229).

Les meilleures données actuelles sont les suivantes.

Points de congélation de saccharose

$$\begin{aligned} \text{à } 7\% \text{ ou } «422^{\circ}\text{H}» &= -0,4085^{\circ}\text{C} \\ \text{à } 10\% \text{ ou } «621^{\circ}\text{H}» &= -0,6000^{\circ}\text{C} \end{aligned}$$

Ce sont les valeurs — $0,4085$ et — $0,6000^{\circ}\text{C}$ que nous utilisons pour calibrer notre appareil.

4. Problème

Il nous a été difficile au début d'apprécier les résultats obtenus, malgré les mesures correctes, concernant le point de congélation des laits upérisés. Ils ne coïncidaient pas avec les autres indices des laits contrôlés.

Le point de départ des analyses réside dans la constatation première que les valeurs du point de congélation mesurées sur les échantillons de lait upérisé étaient de l'ordre de — $0,51^{\circ}\text{C}$, donc plus proche de 0°C que celles du lait non-upérisé. En nous basant sur les indices de réfraction déterminés, il était impossible de conclure à un mouillage.

Entre-temps, nous avons pris connaissance des analyses approfondies que *Asperger* et *Binder* (1969) ont faites concernant «l'influence du traitement et de la transformation sur le point de congélation du lait». Ils ont étudié les influences des procédés de pasteurisation rapides à haute température employés en Autriche, et les influences du «mouillage technologique» qu'il est impossible d'éviter au cours du traitement. En ce qui concerne l'élévation du point de congélation du lait upérisé, on nous communiqua — nous en sommes reconnaissants — une prise de position de M. le Docteur Asperger. Selon celui-ci, il faut tenir compte de deux phénomènes qui modifient le point de congélation lors du procédé d'upérisation. D'abord il y a des pertes en CO_2 ensuite des pertes peu importantes ou des gains en eau.

Schindlegger et *Gramberger* (1967) ont fait un rapport sur le «contrôle physique au cours du traitement du lait pour la recherche du mouillage dans les conditions techniques d'une laiterie». Ce sont surtout les valeurs des points de congélation des laits crus qui ont frappé les auteurs. Les valeurs de réfraction nor-

males correspondent à des indices de congélation élevés. Selon ces auteurs, ce fait signifie donc que la composition naturelle du lait a changé et que même en grande moyenne, les valeurs des points de congélation des laits crus ne correspondent plus aux valeurs du codex autrichien.

Les expériences et constatations faites et mentionnées ci-dessus, nous ont amené à mesurer au cryoscope plusieurs séries d'échantillons de lait cru et de lait traité.

Comme contribution, nous communiquons les quelques résultats suivants basés sur l'expérience pratique de l'industrie laitière.

5. Analyse des laits crus

Le point de congélation a été déterminé sur les laits prélevés dans 35 sociétés villageoises broyardes (Suisse romande). Chaque société collecte en moyenne la traite de 10 producteurs.

L'ensemble représente un troupeau de 3000 vaches, la majorité étant de race «Simmenthaler».

Les analyses effectuées aux mois de juillet et août 1970 sur les laits de chaque producteur ont permis d'établir une moyenne générale.

Caractéristique du lait cru analysé

| | |
|----------------------------------|----------------------------------|
| Densité | 1,032 |
| Matière grasse | 3,82 % |
| Matière sèche dégraissée (M.S.D) | 8,87 % |
| Acidité | 6,8—7,2° SH ou 15,3—16,2° Dornic |

Point de congélation (Résultats statistiques)

| Nombre d'échantillons examinés <i>n</i> | Ecart-type* | |
|--|-----------------|----------|
| | | <i>s</i> |
| Lait de vache individuelle | inter-vaches | 0,0098 |
| mélange de troupeaux | inter-troupeaux | 0,0083 |
| mélange de sociétés | inter-sociétés | 0,0062 |
| lait de tanks | inter-tanks | 0,0001 |

Pour le lait de petits mélanges, l'écart type est élevé; par contre, pour les laits de grands mélanges, l'écart type est très faible: 0,0001.

Remarque: nous avons en outre observé que l'écart type des points de congélation des laits de vaches individuelles provenant d'une même étable, était plus

$$* \quad s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

où: x_i = valeurs trouvées
 \bar{x} = moyenne des valeurs trouvées
 n = nombre d'échantillons examinés.

faible que celui des points de congélation des laits de vaches provenant d'étables différentes.

| | |
|--|--------|
| Ecart type inter-vaches même étable: | 0,0050 |
| Ecart type inter-vaches différentes étables: | 0,0098 |

Tableau 1: Estimation de la moyenne

| Origine des échantillons | n | Moyenne des points de congélation °C | $\frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$ (P = 99 %) |
|--|------|--------------------------------------|--|
| Laits de mélange de chaque société portant sur la traite du soir (région broyarde) | 30 | — 0,530 | ± 0,0080 |
| Laits de chaque producteur portant sur la traite du matin (région broyarde) | 300 | — 0,528 | ± 0,0040 |
| Laits de camions-citernes provenant d'autres sociétés de ramassage (Suisse alémanique) | 200 | — 0,522 | ± 0,0092 |
| Moyenne générale déterminée en Autriche 1965—1967 | 5000 | — 0,530 | ± 0,0077 |

n = nombre d'échantillons examinés ou d'observations.

t = test «t» = comparaison statistique entre les moyennes*.

P = seuil de probabilité* du test = limite de confiance.

Pour la région broyarde la moyenne retenue est (mois et juillet et août 1970) — 0,528 ± 0,0040 °C (fig. 1).

6. Influence des traitements technologiques sur le point de congélation du lait

6.1 Influence du dégazage

Les échantillons analysés ont été prélevés dans le bac de lancement avant le dégazeur et dans les tanks de stockage avant la pasteurisation.

* Voir, par exemple: J. Philippe, Les méthodes statistiques en pharmacie et en chimie, Masson, Paris (1967) p. 21 et 34.

Tableau 2

| Lait entier | Moyenne des points de congélation °C | Δt° | Ecart type s | n | $\frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$ (P = 99 %) |
|-------------|--------------------------------------|------------------|----------------|-----|--|
| Lait cru | — 0,5278 | | | | |
| Lait dégazé | — 0,5228 | + 0,005 | 0,004 | 25 | 0,0020 |

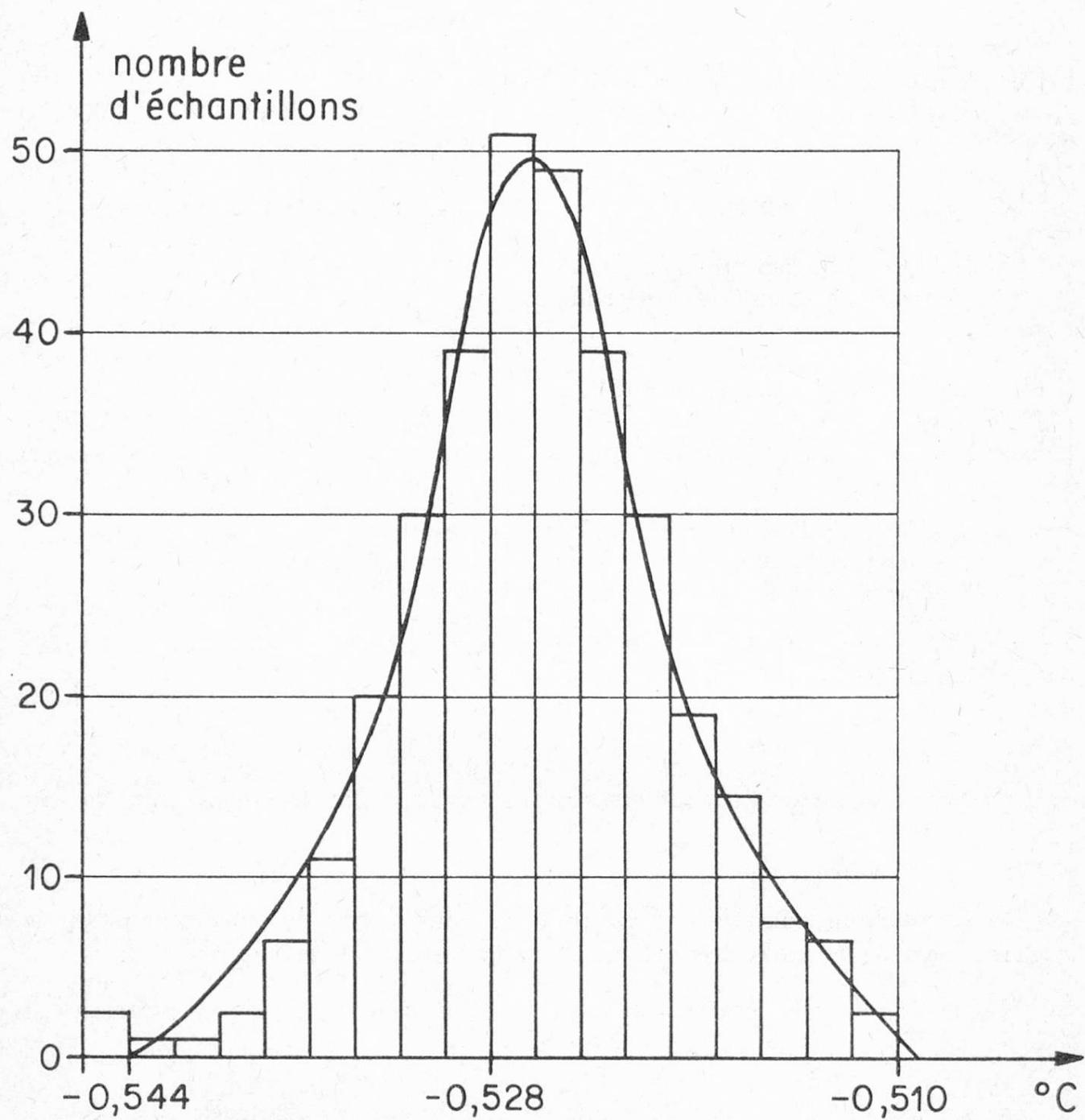


Fig. 1 Lait de différents producteurs (livrés en bidons)

Remarque: 5 analyses ont été effectuées sur 5 échantillons. La moyenne générale est la valeur retenue (25 observations).

Le tableau 2 montre une augmentation de $0,005^{\circ}\text{C}$ du point de congélation. Cette variation est due principalement au départ de gaz carbonique au cours du dégazage.

6.2 Influence de l'homogénéisation et de la pasteurisation

La pasteurisation est effectuée dans un appareil tubulaire A. P. V. à une température de 90°C , débit 10 000 litres/heure. L'homogénéisation du lait entier sous une pression de 180 kg/cm^2 est effectuée par un appareil «Raenni-Homo-Mic».

Pendant 25 jours une moyenne est déterminée en effectuant 5 analyses sur chacun des trois échantillons prélevés avant et après pasteurisation.

$$\text{Calcul de l'écart type } s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

La moyenne réelle est comprise dans l'intervalle $\bar{x} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$ avec un risque de 1 %.

Tableau 3

| Lait entier | Moyenne des points de congélation $^{\circ}\text{C}$ | Δt° | Ecart type s | n | $\frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$ (P = 99 %) |
|------------------------|--|--------------------|----------------|-----|--|
| Entrée pasteurisateur | — 0,519 | | | | |
| Sortie pasteurisateur | — 0,517 | + 0,002 | 0,0018 | 25 | 0,0003 |
| Lait past. conditionné | — 0,5177 | + 0,0013 | 0,0042 | 25 | 0,0026 |

Le tableau 3 nous montre que le point de congélation du lait pasteurisé est plus élevé. Ceci est dû principalement à l'action de la chaleur qui va réduire sensiblement la quantité «d'eau liée» (Alais, 1965) et au «mouillage technologique» éventuel.

Les résultats portant sur l'analyse du lait conditionné sont portés sur ce tableau. En effet, nous avons constaté une variation du point de congélation quelques heures après la pasteurisation. L'abaissement observé est de $0,0007^{\circ}\text{C}$. Ce phénomène rappelle «l'effet Recknagel» (Jenness und Patton, 1959). Il est à noter également qu'au cours de la conservation du lait après un chauffage modéré,

il y a retour à l'équilibre salin. Le calcium sous forme de caséinate insoluble va en partie se résorber, ce qui aura conséquence d'augmenter la quantité d'eau liée.

En résumé:

- les pertes en CO_2 au cours du dégazage,
- les effets du chauffage sur certains constituants du lait,
- le «mouillage technologique» (*Asperger et Binder 1969*) provenant des eaux de rinçage et de condensation contribuent principalement à augmenter le point de congélation des laits crus. Nous avons observé entre le lait cru de stockage ($-0,528^\circ\text{C}$) et le lait pasteurisé ($-0,518^\circ\text{C}$) une variation de $0,010^\circ\text{C}$. Cette élévation correspond à un mouillage théorique de

$$\frac{0,010}{0,528} \cdot 100 = 1,9 + 1,3 \%$$

6.3 Influence de l'upérisation

Les échantillons de lait sont directement prélevés dans le bac de lancement à l'entrée de l'upérisateur.

Tableau 4

| Lait entier | Moyenne des points de congélation $^\circ\text{C}$ | Δt° | Ecart type s | n | $\sqrt{\frac{t \cdot s}{n}}$ (P = 99 %) |
|-------------------|--|------------------|----------------|-----|--|
| Avant upérisation | $-0,5208$ | | | | |
| Après upérisation | $-0,5118$ | $+0,009$ | 0,0042 | 25 | 0,0022 |

Nous observons donc une variation du point de congélation de $+0,009^\circ\text{C}$ au cours de la pasteurisation. Comme nous l'avons déjà signalé, *Asperger et Binder* considèrent qu'elle est due essentiellement aux pertes en CO_2 et au «mouillage technologique» que va subir le lait, lors de son contact direct avec la vapeur.

L'élévation observée correspond à un «mouillage théorique» calculé de $1,73 \pm 0,42 \%$ (au cours de l'upérisation).

Au cours du stockage à une température de 20 à 24°C , le lait upérisé subit une lente «déstabilisation». Son point de congélation passe de $-0,506$ à $-0,500^\circ\text{C}$ en 31 jours.

6.4 Point de congélation et indice de réfraction au sérum

Essayons de savoir si ces deux caractères quantitatifs sont indépendants l'un de l'autre ou au contraire s'ils sont liés; sur chaque échantillon, l'indice de réfraction et le point de congélation seront déterminés parallèlement.

Corrélation calculée:

Coefficient de corrélation r (Schwartz, 1970)

- *Lait de producteurs différents:* $r = 0,20$

Pour un d. d. l. 78 la table de r donne une valeur de 0,22 pour une probabilité de 5 %. Le coefficient de corrélation étant inférieur à cette valeur: la liaison entre l'indice de réfraction et le point de congélation n'est pas significative.

- *Lait upérisé:* $r = 0,53$

Pour un d. d. l. 38 la table de r donne une valeur de 0,31 pour une probabilité de 5 %. La liaison entre les deux valeurs est donc significative. Cette corrélation est positive ce qui signifie que lorsque l'indice de réfraction diminue, le point de congélation va se rapprocher de 0°C .

Le lait ainsi analysé est un lait de grand mélange dont la composition est relativement constante, ce qui explique la valeur plus élevée de la corrélation.

Différents laits de grand mélange (moyenne = $-0,528^{\circ}\text{C}$) ont été mouillés à l'eau déminéralisée. Les valeurs du point de congélation et de l'indice de réfraction relatives au sérum chloro-mercurique (*Ambühl et Weiß*, modification selon *Bohm*) sont portés sur le graphique suivant (fig. 2). La droite obtenue correspond à la droite théorique qu'il est possible de déterminer par le calcul à partir des valeurs moyennes.

On constate que ces deux valeurs sont inversement proportionnelles.

Quant au lait cru de petits mélanges, la dispersion des points autour de cette droite est très importante. La corrélation entre le point de congélation et l'indice de réfraction est pratiquement inexistante.

En ce qui concerne le lait upérisé, les valeurs sont également dispersées. Les points obtenus sont cependant situés autour de la droite théorique en donnant pour un même indice de réfraction que le lait cru, une valeur du point de congélation plus élevée.

La figure 2 nous permet de mettre en évidence que la valeur minimale réglementaire de l'indice de réfraction au sérum chloromécurique = 40,0 (Manuel suisse des denrées alimentaires, partie spéciale, publié en 1969) correspond à un point de congélation de $-0,492^{\circ}\text{C}$.

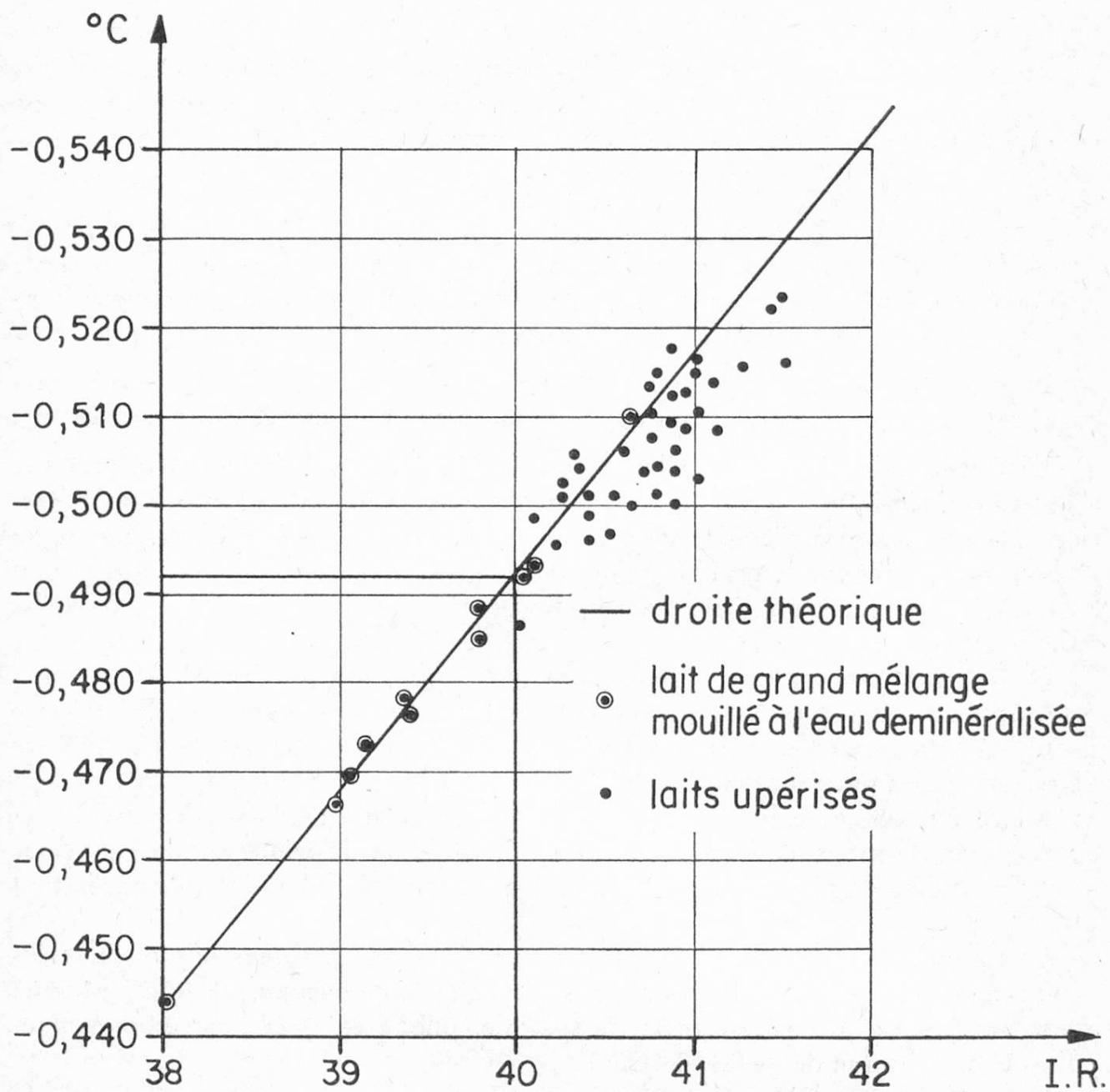
Donc, si pour un lait upérisé, le point de congélation est supérieur à $-0,492^{\circ}\text{C}$ nous pouvons être en présence d'un mouillage. L'indice de réfraction nous permettra de confirmer cette hypothèse s'il est inférieur à 40,0.

7. Conclusion

La moyenne du point de congélation des laits ramassés en bidons dans la région broyarde est de $-0,528 \pm 0,0040^{\circ}\text{C}$.

La moyenne du point de congélation des laits livrés en camion citerne, provenant d'autres sociétés laitières est de $-0,522 \pm 0,0092^{\circ}\text{C}$.

Figure 2: Point de congélation des laits upérisés en fonction de l'indice de réfraction



Quant aux laits upérisés et pasteurisés, ils ont un point de congélation plus élevé que celui des laits crus de grands mélanges.

Estimation de la quantité d'eau apparue dans le lait au cours des divers traitements:

Pourcentage d'eau dans le lait pasteurisé

$$\frac{0,528 - 0,518}{0,528} \cdot 100 = 1,9 \pm 1,3 \%$$

Pourcentage d'eau dans le lait upérisé

$$\frac{0,528 - 0,512}{0,528} \cdot 100 = 3,0 \pm 0,6 \%$$

Cette augmentation du point de congélation est due essentiellement aux modifications physico-chimiques au cours du dégazage et des traitements thermiques (lait upérisés), ainsi qu'au «mouillage technologique».

Bibliographie

- Alais Ch.:* Etude des modifications survenant au cours de la conservation et du chauffage du lait. Industrie laitière no 218 et 219 (1965).
- Asperger H., Binder W.:* Beeinflussung des Gefrierpunktes der Milch durch die Behandlung und Verarbeitung. Oesterr. Milchwirtschaft, Wiss. Beil. 24, 19—22 (1969).
- Jenness R., Patton St.:* Principles of Dairy Chemistry, 1959 John Wiley & Sons Inc. New York, traduction allemande de *Zeilinger A.*, édition 1967 BLV Bayerischer Landwirtschaftsverlag GmbH.
- Schindlegger F., Gramberger K.:* Physikalische Stufenkontrolle des Milchweges zur Ermittlung technisch bedingter Verwässerung im Molkereibetrieb. Milchwirtschaftl. Berichte aus den Bundesanstalten Wolfpassing u. Rothholz (Oesterr.) Folge 11, 48 (1967).
- Schwartz D.:* Méthodes statistiques, Edition Flammarion, Paris (1970), p. 208.
- Wälzholz G., Lang R., Lembke A., Wasserfall F.:* Kieler Milchwirtschaftl. Forschungsberichte XIV (1) 23—44 (1962).
- Manuel suisse des denrées alimentaires*, 5ème édition, 2ème vol., partie spéciale 1/32, p. 33—35, publié en 1969, Centrale fédérale des imprimés et du matériel, Berne.
- Methods of Analysis*, Association of Official Agricultural Chemists (A.O.A.C.) tenth edition, Washington D. C. (1965).

Toujours le problème de la numération bactérienne

Comment obtenir une bonne dispersion des germes dans la totalité du milieu?

par *Emilie Novel*

(Service d'hydrobiologie et de microbiologie des denrées alimentaires)
Institut d'hygiène - Genève

Comment obtenir une bonne dispersion des germes dans la totalité du milieu?

Les auteurs sont peu prolixes sur la manière d'opérer un ensemencement destiné à permettre, par une bonne dispersion des colonies, une numération facile des germes. En effet, ce qu'il importe surtout d'obtenir c'est une distribution aussi