

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène
Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit
Band: 70 (1979)
Heft: 2

Artikel: Etude statistique du point de congélation du lait de vache
Autor: Bosset, J.O. / Rüst, P. / Widmer, P.
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983722>

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: 25.01.2026

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

J. O. Bosset, P. Rüst et P. Widmer*, Station fédérale de recherches laitières, Liebefeld-Berne**

Etude statistique du point de congélation du lait de vache

Introduction

Contrairement à toute attente, les valeurs d'abaissement du point de congélation (abrégé: pC) des nombreux laits individuels de la région de Berne mesurés récemment dans les laboratoires de la Station fédérale de recherches laitières de Liebefeld-Berne diffèrent indiscutablement des valeurs indiquées dans la 5ème édition du Manuel suisse des denrées alimentaires (M.S.D.A.) soit: $-0,55 \pm 0,02^{\circ}\text{C}$ (en moyenne: $-0,54^{\circ}\text{C}$) (1). Une étude préliminaire — dans laquelle l'étalonnage a été effectué selon les directives du Manuel précité — a indiqué que la différence, de l'ordre de $+0,022^{\circ}\text{C}$, constatée entre la moyenne des valeurs mesurées et la valeur du Manuel ne provient vraisemblablement pas d'une confusion d'unités ($^{\circ}\text{Hortvet}$ et $^{\circ}\text{Celsius}$) (4).

Dès juin 1975, le Service d'inspection et de consultation en matière d'économie laitière du Nord-Ouest de la Suisse a entrepris sur une grande échelle des contrôles réguliers des pC ainsi que d'autres critères de qualité des laits des producteurs de cette région de la Suisse. Les valeurs mesurées de juin 1975 à juillet 1977 font l'objet de la présente étude statistique comparative. L'importance du nombre d'échantillons disponibles (23 088 valeurs) et du laps de temps considéré (25 mois) a permis:

- la détermination des valeurs moyennes et des écarts-types mensuels et annuels;
- une analyse fine des variations de ces grandeurs au cours de ces 25 mois consécutifs;
- une étude de la distribution des fréquences des valeurs obtenues.

Sur la base des diverses valeurs calculées, le présent travail propose deux nouveaux seuils de confiance, l'un inférieur, l'autre supérieur, destinés à faciliter le dépistage des fraudes et falsifications éventuelles des laits des producteurs de cette région.

Méthode et appareillage

Tous les laits susmentionnés ont été mesurés par le Service d'inspection de Bâle au moyen d'un cryoscope automatique à thermistor («Digimatic® milk cryo-

* Service régional d'inspection et de consultation en matière d'économie laitière du Nord-Ouest de la Suisse, Bâle

** Communication faite lors de la 90e assemblée annuelle de la Société suisse de chimie analytique et appliquée les 22 et 23 septembre 1978 à Liestal.

scope», modèle 4D, de la maison américaine Advanced Instruments, Inc., Needham Heights, Massachusetts 02194) en recourant aux solutions étalons fournies avec l'appareil et en opérant selon les directives données par le constructeur (solutions étalons*: — 0,408 °C; — 0,600 °C).

L'exploitation statistique des données a été effectuée au moyen d'un mini-ordinateur Data General Nova 3/12 et d'un ordinateur IBM/360—50.

Exploitation statistique des données

Les distributions des fréquences des pC observées ψ ont été simulées en cherchant des distributions normales** Φ (ou des combinaisons de telles distributions) présentant, une fois intégrées, des surfaces totales égales aux fonctions originelles ψ . La qualité de telles simulations a été évaluée visuellement en reportant chaque fois sur le même graphique les graphes représentant les distributions des fréquences observée et simulée ainsi que les graphes correspondant à la «forme linéarisée» de ces deux fonctions.

La «forme linéarisée» Λ d'une fonction de distribution de fréquences ψ s'obtient en procédant comme suit: soit x la valeur absolue du point de congélation (abscisse) et $\psi(x)$ la fréquence observée de cette valeur (ordonnée). Soit $S(x)$ l'intégrale de la fonction $\psi = \psi(x)$ entre la valeur minimale de pC désignée par x_{\min} et l'abscisse (variable) x :

$$S(x) = \int_{x_{\min}}^x \psi(x) \cdot dx.$$

Soit y l'abscisse de la distribution normale $\Phi = \Phi(y)$ présentant entre $-\infty$ et y une surface intégrée — correspondant à l'intégrale de probabilité — égale à $S(x)$:

$$-\infty \int^y \Phi(y) \cdot dy = S(x),$$

la fonction gaussienne Φ ayant une surface intégrée totale égale à celle de la fonction observée ψ :

$$\int_{x_{\min}}^{x_{\max}} \psi(x) \cdot dx = -\infty \int^{+\infty} \Phi(y) \cdot dy.$$

La nouvelle fonction $\Lambda = \Lambda(x)$, définie par $\Lambda(x) = y(x)$, est la forme «linéarisée» de la fonction de distribution des fréquences originelles observée $\psi = \psi(x)$. L'inverse de l'intégrale de probabilité requise pour effectuer cette linéarisation a été approximée au moyen de la «subroutine NDTRI» de la collection de pro-

* L'exactitude de ces solutions étalons est actuellement à l'étude.

** ou gaussiennes

grammes de calcul «SSP»*. Une autre méthode de linéarisation, dans laquelle on normalise les ordonnées et non les intégrales de ψ , permet un calcul théoriquement exact de cette forme linéarisée — et non une simple approximation — mais n'est pas satisfaisante en pratique. Une telle méthode de linéarisation fait en effet apparaître une discontinuité au voisinage du maximum de la courbe de distribution des fréquences; l'importance de cette discontinuité dépend des variations statistiques des données expérimentales au voisinage de ce maximum.

Pour déterminer s'il existe une relation entre les teneurs des échantillons de lait en matière grasse, en leucocytes et en germes bactériens et les pC, ces derniers ont préalablement été groupés en classes de $0,001^{\circ}\text{C}$; les teneurs de chacune de ces classes en ces divers constituants ont été analysées en fonction de l'abaissement du point de congélation.

Classification des pC adoptée pour le traitement des données

Le classique mouillage du lait n'est de loin pas le seul facteur responsable de l'abaissement — exprimé en valeur absolue — du point de congélation du lait. De nombreux autres facteurs tels l'état de santé du pis (5, 6), la période de lactation (7—9), la race (8, 10, 11), l'affouragement (9, 11—18) de la vache, le climat (température, humidité) (11, 19), la saison (8, 9, 11, 20—23) et l'heure de la traite (15, 23, 27) influencent également le pC du lait. Pour fixer de façon rigoureuse les seuils de confiance inférieur et supérieur mentionnés précédemment, il faudrait pouvoir estimer la résultante de tous ces facteurs, en l'absence de tout mouillage et déterminer par là-même les valeurs et variations naturelles du pC du lait. Toute étude statistique de ces valeurs effectuée sur une population — même importante — comprenant un certain nombre de laits mouillés, non identifiés et en proportion inconnue est entachée d'une certaine erreur. Afin d'estimer et de réduire au maximum cette erreur, les valeurs absolues des pC, notées $|pC|$, obtenues ont été arbitrairement** classées et traitées en 3 groupes distincts:

- a) $|pC| \geq 510 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$: laits considérés comme non mouillés;
- b) $500 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C} \leq |pC| < 510 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$: laits susceptibles d'être mouillés;
- c) $|pC| < 500 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$: laits considérés comme mouillés.

Résultats et discussion

Le tableau 1 donne les valeurs moyennes absolues, notées $|\overline{pC}|$, les écarts-types s et les erreurs moyennes sur s , soit $s_s = \sqrt{\frac{s}{2n}}$, calculés mensuellement et annuel-

* System 360 Scientific Subroutine Package, Version III, Programmer's Manual (IBM Application Program GH20-0205-4), p. 83 (1970).

** En se conformant aux indications empiriques du Service d'inspection et de consultation en matière d'économie laitière de Bâle, ainsi qu'à la limite inférieure extrême indiquée par le Manuel suisse des denrées alimentaires.

lement de juin 1975 à juillet 1977, ainsi que le nombre d'échantillons n correspondant à chacune des périodes considérées.

Valeur moyenne

La figure 1 présente les variations mensuelles de la valeur moyenne ainsi que les écarts-types mensuels des pC mesurés.

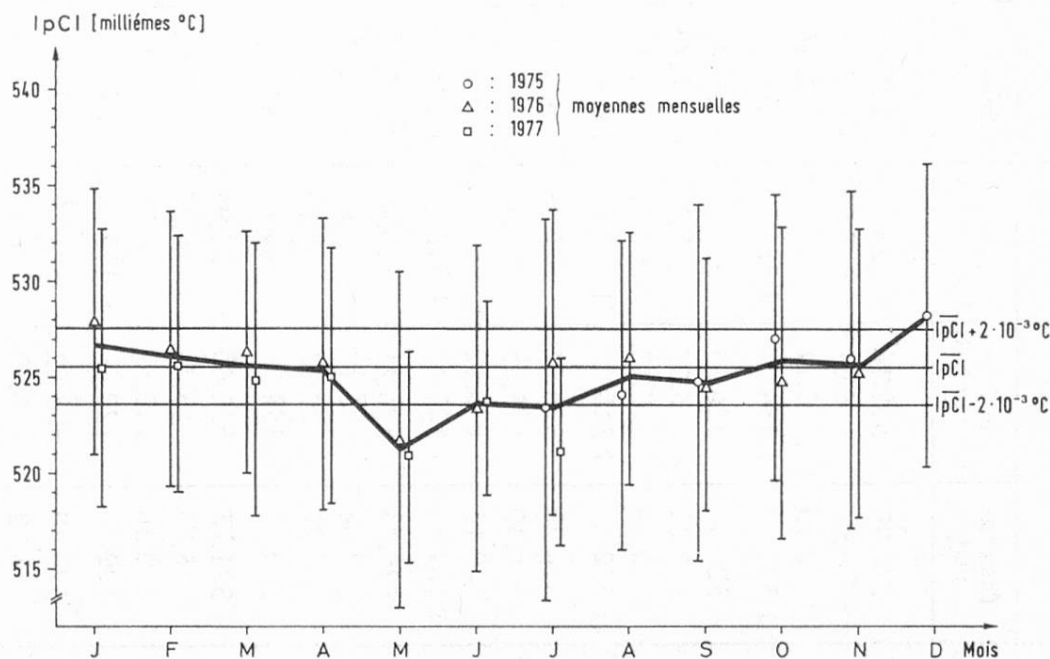


Fig. 1. Variations mensuelles de la valeur absolue du point de congélation $|pC|$ du lait (Les barres verticales correspondent à l'écart-type; les barres horizontales encadrant la moyenne $|\overline{pC}|$ correspondent à une erreur possible d'étalonnage de $\pm 2 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$)

On constate que l'amplitude des variations tant mensuelles qu'annuelles* de la valeur moyenne est assez restreinte comparée aux écarts-types mensuels (cf. *extrema* en italique dans le tableau 1). En outre, le coefficient de variation global $c. v. = \frac{s}{|\overline{pC}|}$ calculé pour le cas le plus défavorable ne dépasse pas 1,5%. Il semble pourtant possible de mettre en évidence le cycle annuel suivant: la valeur absolue moyenne des pC de tous les laits reste à peu près constante jusqu'au mois d'avril, puis décroît sensiblement au mois de mai pour revenir progressivement à la valeur d'hiver. Cette petite chute du $|\overline{pC}|$ — déjà observée par *Aschaffenburg* et coll. (23) — paraît correspondre à la période de la lactation maximale et à la mise à l'herbe des vaches. On n'observe en revanche aucune variation nette du pC lors du retour à l'affouragement au foin. Les deux lignes horizontales encadrant la moyenne générale $|\overline{pC}| = 525,6 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ correspondent à une erreur systématique d'étalonnage de $\pm 2 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ **.

* Comparaison du même mois pour les années différentes.

** Domaine d'erreur indiqué dans le mode d'emploi du cryoscope.

Tableau 1. Valeurs moyennes absolues $|\overline{pC}|$, écarts-types s et erreurs moyennes sur les écarts-types s_s des points de congélation pC (en millièmes de $^{\circ}C$) mesurés de juin 1975 à juillet 1977 (n = nombre d'échantillons de lait considérés)

Période considérée	Paramètre statistique	1975			1976			1977		
		Tous les pC^*	$ \overline{pC} \geq 500 \cdot 10^{-3} ^{\circ}C$	$ \overline{pC} \geq 510 \cdot 10^{-3} ^{\circ}C$	Tous les pC^*	$ \overline{pC} \geq 500 \cdot 10^{-3} ^{\circ}C$	$ \overline{pC} \geq 510 \cdot 10^{-3} ^{\circ}C$	Tous les pC^*	$ \overline{pC} \geq 500 \cdot 10^{-3} ^{\circ}C$	$ \overline{pC} \geq 510 \cdot 10^{-3} ^{\circ}C$
Janvier	$ \overline{pC} $				527,90	528,16	528,21	525,48	525,78	526,01
	s				6,94	6,01	5,92	7,27	6,03	5,63
	s_s				0,13	0,11	0,11	0,16	0,13	0,12
	n				1 392	1 384	1 381	1 067	1 060	1 049
Février	$ \overline{pC} $				526,47	526,73	526,94	525,70	526,01	526,17
	s				7,20	6,07	5,71	6,73	5,51	5,24
	s_s				0,14	0,12	0,11	0,15	0,12	0,11
	n				1 352	1 345	1 332	1 067	1 060	1 052
Mars	$ \overline{pC} $				526,29	526,42	526,58	524,88	525,11	525,41
	s				6,30	5,85	5,57	7,10	6,43	6,01
	s_s				0,13	0,12	0,12	0,14	0,13	0,12
	n				1 104	1 100	1 092	1 225	1 217	1 198
Avril	$ \overline{pC} $				525,73	526,21	526,49	525,10	525,52	525,59
	s				7,64	6,12	5,63	6,69	5,27	5,15
	s_s				0,27	0,22	0,18	0,16	0,13	0,13
	n				399	384	389	841	832	829
Mai	$ \overline{pC} $				521,77	522,60	522,99	520,87	520,96	521,20
	s				8,73	5,76	5,27	5,56	5,36	5,01
	s_s				0,56	0,37	0,34	0,24	0,23	0,22
	n				122	120	117	276	275	271
Juin	$ \overline{pC} $	527,77	528,26	528,70	523,39	523,82	524,17	523,88	523,88	524,11
	s	8,36	6,93	6,24	8,52	6,70	6,27	5,09	5,09	4,72
	s_s	0,21	0,17	0,16	0,17	0,13	0,12	0,21	0,21	0,20
	n	801	792	777	1 308	1 297	1 271	287	287	283

* Compris entre $365 \cdot 10^{-3}$ et $564 \cdot 10^{-3} ^{\circ}C$.

Juillet	\overline{pC}	523,30	524,07	524,65	525,76	526,04	526,38	521,09	521,09	521,28
	s	9,96	7,07	6,40	7,96	7,11	6,67	4,88	4,88	4,68
	s _s	0,19	0,13	0,12	0,18	0,16	0,15	0,42	0,42	0,41
	n	1 426	1 404	1 359	1 004	997	980	66	66	65
Août	\overline{pC}	524,13	524,53	524,91	525,99	526,19	526,31			
	s	8,10	6,68	6,18	6,62	6,07	5,88			
	s _s	0,19	0,15	0,14	0,16	0,15	0,14			
	n	948	939	920	829	824	819			
Septembre	\overline{pC}	524,65	525,25	525,68	524,59	524,76	524,94			
	s	9,26	6,92	6,33	6,62	6,28	6,03			
	s _s	0,17	0,13	0,12	0,19	0,18	0,17			
	n	1 514	1 497	1 465	637	633	627			
Octobre	\overline{pC}	527,06	527,17	527,32	524,76	525,20	525,51			
	s	7,45	7,16	6,94	8,11	6,37	5,94			
	s _s	0,14	0,14	0,13	0,22	0,18	0,16			
	n	1 371	1 367	1 357	663	657	646			
Novembre	\overline{pC}	525,91	526,31	526,70	525,21	525,48	526,00			
	s	8,82	6,95	6,38	7,59	6,89	6,12			
	s _s	0,18	0,14	0,13	0,27	0,24	0,22			
	n	1 277	1 267	1 244	403	400	390			
Décembre	\overline{pC}	528,23	528,52	528,64						
	s	7,91	6,72	6,53						
	s _s	0,14	0,12	0,11						
	n	1 687	1 677	1 669						
Annuel	\overline{pC}	525,87	526,32	526,67	525,70	526,00	526,23	524,89	525,16	525,37
	s	8,80	7,11	6,63	7,52	6,46	6,11	6,87	5,93	5,60
	s _s	0,07	0,05	0,05	0,06	0,05	0,04	0,07	0,06	0,06
	n	9 024	8 943	8 791	9 213	9 151	9 044	4 829	4 797	4,747
Juin 1975 à Juillet 1977	\overline{pC}	525,60	525,94	526,22						
	s	7,93	6,63	6,24						
	s _s	0,04	0,03	0,03						
	n	23 066	22 891	22 582						

N. B.: Les extrema de ce tableau sont en italique (ceux de mai 1976 et de juillet 1977 exceptés, n étant trop petit).

Ecart-type

La figure 2 montre l'évolution de l'écart-type au cours des 25 mois consécutifs considérés et pour les trois classes de laits définies précédemment.

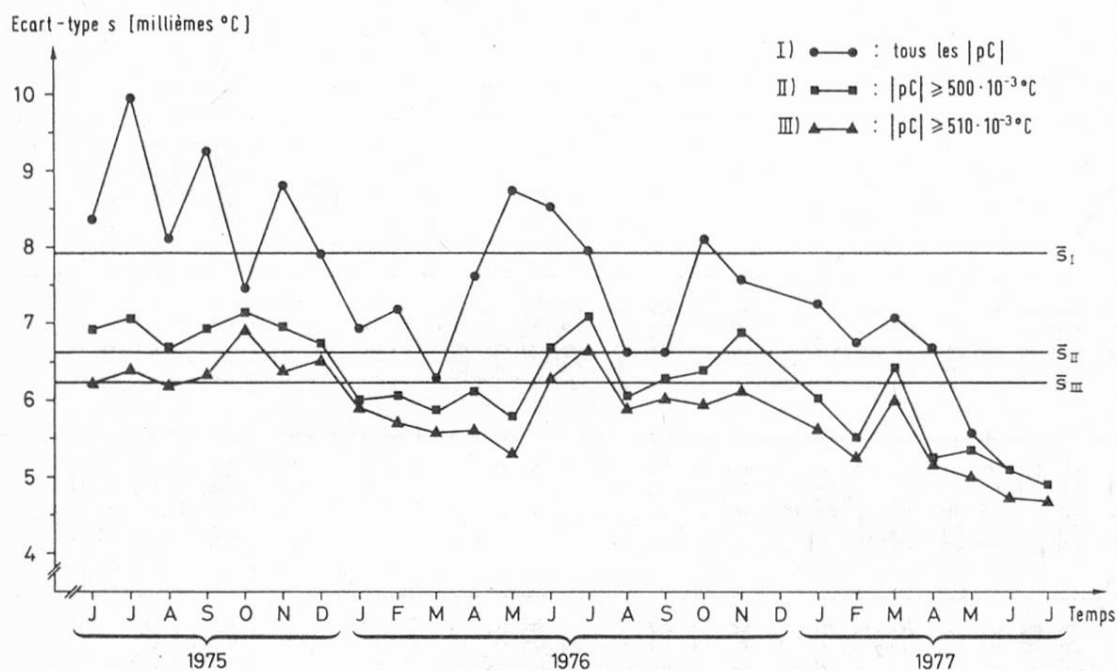


Fig. 2. Evolution de l'écart-type s du point de congélation du lait au cours des 25 mois consécutifs considérés (s correspond à la moyenne générale de ladite période)

Vu le nombre d'échantillons disponibles mensuellement ($271 \leq n \leq 1687$), les erreurs moyennes sur les écarts-types sont faibles ($0,11 \leq s_s \leq 0,27$). Les fluctuations mensuelles relativement importantes observées d'un mois à l'autre doivent donc être attribuées, selon toute vraisemblance, à une erreur d'étalonnage* systématique pour les mesures effectuées pendant la même période, mais aléatoire d'une période à l'autre. Seuls font exception les mois de mai 1976 et de juillet 1977 ($s_s = 0,41 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$, respectivement $0,56 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$) pour lesquels le nombre d'échantillons est nettement plus restreint ($n = 120$, respectivement 65).

Par delà les variations mensuelles du point de congélation des laits mesurés, on constate en outre une décroissance régulière et significative de l'écart-type au cours de la période considérée. Cette décroissance est due probablement à une diminution — tant qualitative que quantitative — des mouillages traditionnels à l'eau courante ainsi qu'à une meilleure maîtrise du cryoscope utilisé pour ces contrôles. Cette interprétation semble également confirmée par l'analyse des valeurs extrêmes résumées dans le tableau 2. Cette décroissance de l'écart-type est particulièrement sensible si l'on considère l'ensemble des pC à disposition (classe I:

* $\pm 2 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$ (indiqué dans le mode d'emploi du cryoscope)

laits mouillés + suspects + non mouillés): s passe de 10 à moins de 5 millièmes de °C en 2 ans.

Distribution des fréquences

La valeur moyenne et l'écart-type étant fonction de la période considérée, un choix s'impose pour établir la valeur numérique de ces deux paramètres. Dans ce but, la période intermédiaire ininterrompue s'étendant de décembre 1975 à novembre 1976 semble la plus judicieuse. La distribution des fréquences des $|pC|$ qui correspond à ces 12 mois a encore été normalisée quant au nombre d'échantillons mensuels moyen. La figure 3 montre la distribution ψ^* des $|pC|$ ainsi obtenue, caractérisée par une moyenne $|\overline{pC}| = 525,94 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$ et par un écart-type $s = 5,87 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$. Cette distribution ψ — respectivement sa forme linéarisée $\Lambda_{\text{observée}}^*$ — suit assez fidèlement la distribution gaussienne simulée Φ^* — respectivement sa forme linéarisée $\Lambda_{\text{simulée}}^*$ — dans l'intervalle défini par $|\overline{pC}| \pm 3s$, soit entre $508,33 \cdot 10^{-3}$ et $543,55 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$. Les valeurs de $|\overline{pC}|$ et de s susmentionnées sont d'ailleurs très voisines de celles obtenues pour l'ensemble de tous les laits et des 25 mois considérés, soit $|\overline{pC}| = 525,60 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$ et $s = 7,93 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$, puisque, arrondies au millième de °C, elles sont pratiquement égales à 526 ± 6 (au lieu de $\pm 8 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$). Sur la base de ces estimations de $|\overline{pC}|$ et de s , la figure 4 indique la répartition des fréquences observée, simulée et linéarisées des $|pC|$ de la plupart des échantillons mesurés. Les valeurs de $|pC|$ inférieures à $480 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$ ou supérieures à $550 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$ ne sont pas prises en considération pour la figure 4, mais résumées dans le tableau 2.

Valeurs extrêmes

Le tableau 2 indique pour chaque année la fraction des échantillons dont le point de congélation s'écarte de la moyenne générale $|\overline{pC}|$ de plus $\pm 3s$, soit des laits dont les $|pC|$ sont inférieurs à $508,33 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$ ou supérieurs à $543,55 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$ (cf. ci-dessus le choix des limites dans § «La distribution des fréquences»). Ces fractions sont exprimées en pour-mille du nombre total d'échantillons correspondants et arrondies au pour-mille près. Pour une distribution gaussienne, la probabilité qu'une mesure se situe dans l'intervalle $\mu \pm 3\sigma$ (μ = moyenne; σ = écart-type) est égale à 99,7%.

Vu le nombre élevé d'échantillons mesurés, les écarts observés par rapport à la distribution gaussienne simulée, de même que la décroissance de ces écarts au cours de la période considérée, sont hautement significatifs. L'élargissement des queues («tailing») de la distribution observée est même plus marqué que ces valeurs ne le suggèrent (surtout en 1975): 4‰ de tous les $|pC|$ mesurés se situent en dessous de $-6s$ (soit $< 491 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$), 1‰ en dessus de $+6s$ (soit $> 561 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$), voire 1‰ en dessous de $-12s$ (soit $< 455 \cdot 10^{-3} \text{ °C}$). Une gaussienne de

* cf. définitions sous § «Exploitation statistique des données»

23 088 échantillons est totalement vide — c'est-à-dire contient moins d'une valeur!
— au delà de ± 5 s.

Tableau 2. Fraction des échantillons (en pour-mille de leur nombre total) dont les points de congélation (en valeur absolue) $|pC|$ s'écartent de plus de ± 3 écarts-types de la moyenne générale $|\overline{pC}|$

	1975	1976	1977	1975-1977	Selon Gauss
$ pC < 508 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C} (\overline{pC} - 3 \text{ s}):$	23‰	17‰	15‰	19‰	1,5‰
$ pC > 544 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C} (\overline{pC} + 3 \text{ s}):$	10‰	7‰	2‰	7‰	1,5‰
Nombre d'échantillons considérés:	9 040	9 219	4 829	23 088	

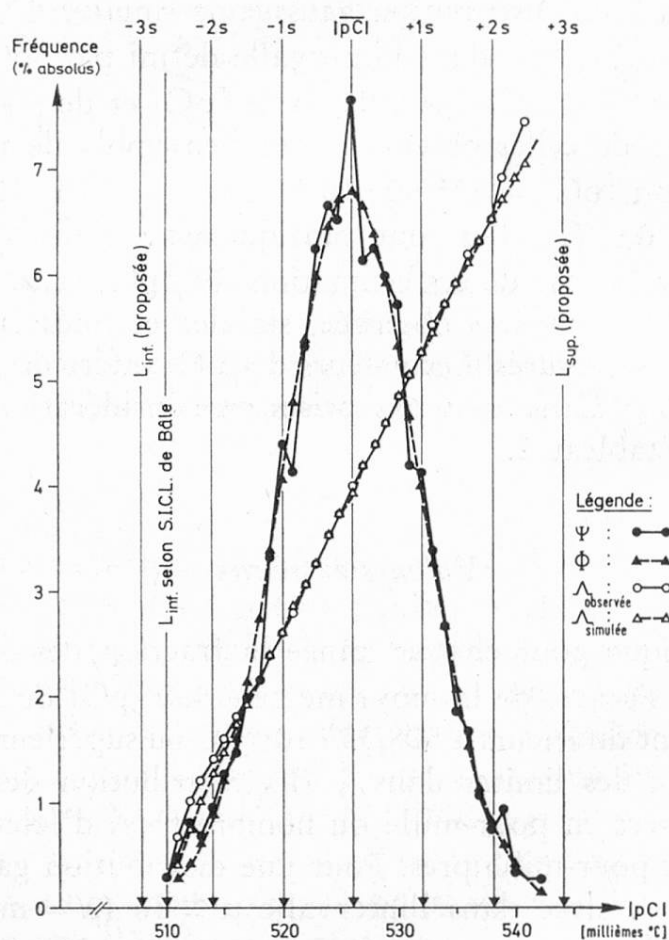


Fig. 3. Distribution des valeurs absolues du point de congélation $|pC|$ situées entre 510 et $542 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ (environ $|\overline{pC}| \pm 3 \text{ s}$). Fréquences: 1 °) observée ψ ; 2 °) simulée selon Gauss Φ ; 3 °) observée et linéarisée $\Lambda_{\text{observée}}$; 4 °) simulée selon Gauss et linéarisée $\Lambda_{\text{simulée}}$

Conclusions

L'étude des tableaux et graphiques qui précèdent amène aux conclusions suivantes:

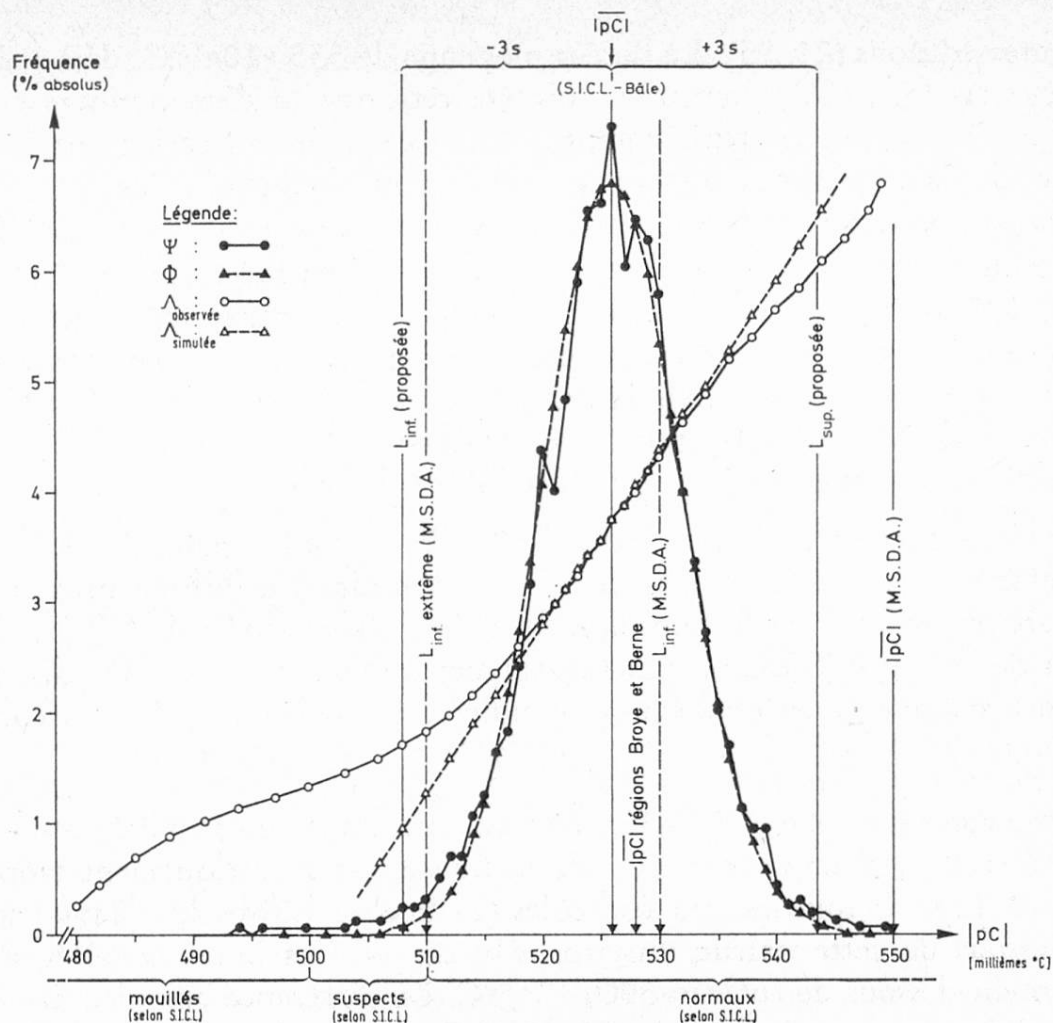


Fig. 4. Distribution des valeurs absolues du point de congélation $|pC|$ situées entre 480 et $550 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$. Fréquences: 1°) observée ψ ; 2°) simulée selon Gauss Φ ; 3°) observée et linéarisée $\Lambda_{\text{observée}}$; 4°) simulée selon Gauss et linéarisée $\Lambda_{\text{simulée}}$

1. Les valeurs absolues d'abaissement du point de congélation indiquées par le Manuel suisse des denrées alimentaires (1), à savoir 550 ± 20 millièmes de $^{\circ}\text{C}$ (en moyenne $540 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$), ne correspondent pas (ou plus) à celles observées, soit $526 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$ comme moyenne et $6 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$ comme écart-type pour le nord-ouest de la Suisse (traite du matin). Ces valeurs concordent en revanche parfaitement avec celles publiées par Dillier (2—3), soit $|pC| = 528 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$ et $s = 5$ à $10 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$ pour la région de la Broye (cantons de Vaud et Fribourg) ainsi qu'avec celles mesurées récemment à la Station de recherches laitières de Liebefeld-Berne, soit $|pC| = 528 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$ et $s = 8 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$ pour la période s'étendant de mars à octobre 1977 (respectivement $s = 7 \cdot 10^{-3}^{\circ}\text{C}$ pour la période s'étendant de novembre 1977 à avril 1978) pour la région de Berne. L'origine de ce désaccord est difficile à expliquer, la valeur indiquée par le Manuel étant très ancienne. On la trouve déjà mentionnée dans les deux pré-

cédentes éditions (24, 25). La valeur moyenne de $555 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$, déjà publiée par *Winter* en 1895 (26), pourrait avoir été retranscrite d'un ouvrage (ou d'une édition) à l'autre sans tenir compte d'éventuelles modifications de la composition du lait dues notamment à la sélection du bétail. *Zee* (27) aboutit à la même conclusion dans une vaste étude statistique portant sur 15 000 échantillons de laits des Pays-Bas ($|\overline{pC}| = 555 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ en 1919; $|\overline{pC}| = 531 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ entre 1973—1976). Il est vrai que la plupart des traités modernes de chimie laitière admettent toujours cette valeur ou des valeurs voisines, notamment: $555 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ pour *Alais* (28), $540 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ pour *Toepel* (29), $540 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ (de $530 \cdot 10^{-3}$ à $570 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$) pour *Schulz* et coll. (30), pour *Webb* et coll. (31), pour *Kiermeier* et coll. (32), pour *Kynast* et coll. (33).

2. Le seuil empirique inférieur de $510 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ (correspondant au seuil inférieur extrême du Manuel suisse des denrées alimentaires) utilisé en pratique par le Service d'inspection et de consultation en matière d'économie laitière du nord-ouest de la Suisse (S.I.C.L.) pour distinguer les laits normaux des laits mouillés ou suspects semble en revanche très judicieusement choisi puisqu'il correspond pratiquement à $|\overline{pC}| - 3s = 508,33 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ (cf. figure 4).
3. La fréquence des $|\overline{pC}| < 508,33 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$, valeur absolue proposée comme limite inférieure L_{inf} pour cette région de la Suisse, est statistiquement trop élevée: environ 18‰ de tous les laits contrôlés (au lieu de 1,5‰ selon Gauss) se situent en dessous de cette valeur. Environ 7‰ de tous les laits contrôlés se situent encore au-dessous de $|\overline{pC}| = 500 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$. La différence cumulée des fréquences $\psi - \Phi$ en dessous de $|\overline{pC}| = 521 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ comprend environ 23‰ des valeurs. Il semble néanmoins que depuis la mise en service du cryoscope utilisé pour ces contrôles de routine, la pratique du mouillage du lait tend à devenir plus rare, en tous cas pour les mouillages les plus importants (cf. la décroissance de l'écart-type indiquée par la figure 2 ainsi que le tableau 2). A titre indicatif, on peut encore signaler que les teneurs en germes bactériens et en leucocytes des laits à $|\overline{pC}|$ «trop bas» ($|\overline{pC}| < L_{\text{inf}}$), c'est-à-dire des laits considérés comme mouillés ou suspects, sont significativement plus élevées que celles des laits considérés comme normaux (cf. tableau 3, chiffres I et III).
4. Il existe un certain nombre d'échantillons de lait dont les $|\overline{pC}|$ sont «anormalement» élevés. La fréquence des $|\overline{pC}| > 543,55 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$, valeur absolue proposée comme limite supérieure L_{sup} pour cette région de la Suisse, est en effet elle aussi trop élevée: 12‰ de tous les laits (au lieu de 1,5‰ selon Gauss) se situent au-dessus de cette valeur. La différence cumulée des distributions de fréquences $\psi - \Phi$ au-dessus de $531 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$ comprend 17‰ des valeurs de $|\overline{pC}|$. Il est difficile de déterminer a posteriori l'origine de cette population de laits et de l'interpréter. On ne peut que formuler un certain nombre d'hypothèses, (ordonnées par vraisemblance croissante), notamment:
 - a) Admettre un mouillage à l'eau courante surcompensé par adjonction d'un excès de lait en poudre écrémé ou d'électrolytes. Cette interprétation est infirmée par le fait que le taux moyen en matière grasse de ces laits n'est

statistiquement pas plus bas que celui des laits à $|pC|$ considérés comme normaux (cf. tableau 3, chiffre II).

- b) Admettre une contamination accidentelle ou une adjonction d'un désinfectant, sans mouillage, pour prévenir la prolifération des germes bactériens. Cette seconde hypothèse semble peu vraisemblable, la teneur en bactéries de ces laits n'étant statistiquement pas plus faible que celle des laits normaux (cf. tableau 3, chiffre I).
- c) Admettre qu'il s'agisse de laits de mammites (voir tableau 3, chiffre III). Cette hypothèse n'est pourtant pas très convaincante, les mammites tendant — semble-t-il — à faire décroître la valeur absolue du pC de tels laits (6), à l'instar d'un mouillage.
- d) Admettre une erreur d'étalonnage systématique pour certaines séries d'échantillons. Si l'on admet une erreur maximale de $3 \cdot 10^{-3} ^\circ C$, on ne peut pourtant éliminer qu'une moitié environ des valeurs comprises entre $+3$ s et $+6$ s.
- e) Admettre qu'il s'agisse de laits acidifiés (réfrigération insuffisante).
- f) Admettre de simples erreurs de lecture ou de transcription des mesures.
- g) Admettre que les $|pC|$ les plus élevés correspondent aux traites du soir (environ 20% de tous les pC mesurés). Il existe en effet une différence systématique de plusieurs millièmes de $^\circ C$ (2 à $16 \cdot 10^{-3} ^\circ C$) entre les points de congélation des laits du matin et du soir (15, 23, 27).
- h) Admettre que la distribution naturelle des pC des laits de la région considérée ne soit pas gaussienne, mais qu'elle suive un autre modèle statistique. Il est encore possible que la distribution observée résulte de la combinaison de plusieurs distributions normales de moyennes et d'écarts-types différents. L'une d'elles, caractérisée par $|\overline{pC}| = 526 \cdot 10^{-3} ^\circ C$ et $s \cong 6 \cdot 10^{-3} ^\circ C$, serait prépondérante. Ces différences de pC pourraient provenir par exemple de différences de races*, d'affouragement ou de climat. Cette dernière hypothèse h) est très vraisemblable, puisqu'il semble que l'on mesure dans d'autres pays des valeurs moyennes absolues beaucoup plus élevées (Pays-Bas: $531 \cdot 10^{-3} ^\circ C$ (27), Finlande: $543 \cdot 10^{-3} ^\circ C$ (34)).

Il vaudrait la peine d'étudier plus en détail cette population de laits à $|pC| \geq L_{sup} = 544 \cdot 10^{-3} ^\circ C$ pour en déterminer l'origine.

Remerciements

Les auteurs tiennent à exprimer ici leur gratitude à Mme I. Knecht, dessinatrice technique, pour la mise au net des figures ainsi qu'à MM. G. J. Steiger et M. Rüegg pour leur excellente critique du manuscrit.

* La répartition des races recensées en avril 1978 est la suivante: race du Simmental (74,3%); race brune (16,2%); race tachetée noire (7,9%); croisements et autres (1,6%).

Tableau 3. Comparaison des valeurs de quelques paramètres mesurés avec des laits à point de congélation (en valeur absolue) $|pC|$ «trop bas», «normaux» et «trop élevés»¹

Paramètres considérés		Laits à $ pC $ «trop bas» : $ pC < 508 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}$	Laits à $ pC $ «normaux» : $508 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C} \leq pC \leq 544 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}$	Laits à $ pC $ «trop élevés» : $544 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C} < pC $
Analytique	Statistique			
I) Logarithme (base 10) de la teneur en germes bactériens	Nbr. échantillons	429	22 424	163
	Moyenne	4,494	4,374	4,366
	Ecart-type	0,488	0,504	0,499
	Diff. moyennes ($\bar{\Delta}$)		-0,120	-0,009
	Student-T-test sur $\bar{\Delta}$		4,889**	0,219 (non significatif)
	Seuil de confiance /99%		2,576	2,576
II) Teneur (‰) en matière grasse	Nbr. échantillons	429	22 424	163
	Moyenne	3,748	3,912	4,050
	Ecart-type	0,478	0,433	0,450
	Diff. moyennes ($\bar{\Delta}$)		0,164	0,139
	Student-T-test sur $\bar{\Delta}$		7,040**	3,918**
	Seuil de confiance /99%		2,587	2,606
III) Test à la soude (leucocytes)	Nbr. tests total	429 (= n_0)	22 495 (= N_0)	167 (= n_0)
	Nbr. tests négatifs	331	18 336	125
	Nbr. tests positifs	98 (= n)	4 159 (= N)	42 (= n)
	‰ de tests positifs	22,84	18,49	25,15
	Diff. de ‰ abs.		-4,35	6,66
	σ -Test ²		2,324*	2,217*
	Seuils de confiance /95% et 99%		1,645	1,645
			2,327	2,327

¹ Selon appellation adoptée dans le texte (cf. § Distribution des fréquences)

² $\sigma = (n - n_0p) / \sqrt{n_0p(1-p)}$, $p = N/N_0$. Abscisse de la distribution normale, approximation de la distribution binominale

* Significatif à 95%

** Significatif à 99%

Résumé

Le présent travail est consacré à une étude statistique des mesures cryoscopiques des points de congélation (pC) de plus de 23 000 échantillons provenant de laits de producteurs livrés de juin 1975 à juillet 1977 dans le nord-ouest de la Suisse. Afin de minimiser l'erreur due à la présence des laits mouillés lors de l'estimation des paramètres statistiques envisagés (valeur moyenne = \overline{pC} ; écart-type = s), l'influence des pC supérieurs à $-0,500^{\circ}\text{C}$, respectivement à $-0,510^{\circ}\text{C}$, a été prise en considération. Pour l'ensemble des pC et pour les 25 mois considérés, on obtient: $\overline{pC} = -0,5256^{\circ}\text{C}$; $s = 0,00793 \pm 0,000037^{\circ}\text{C}$. La valeur (algébrique) moyenne du pC, relativement constante tout au long de l'année, présente néanmoins un maximum sensible vers mai-juin. L'écart-type, dont les fluctuations mensuelles semblent provenir plus de l'étalonnage que de l'échantillonnage, présente en outre une décroissance marquée au cours de ladite période. L'étude de la distribution des fréquences des pC révèle en outre l'existence de 3 populations distinctes: la première à $pC > -0,508^{\circ}\text{C}$ (valeur proposée comme limite supérieure) contiendrait les laits mouillés et suspects; la deuxième à pC situés entre $-0,508^{\circ}\text{C}$ et $-0,544^{\circ}\text{C}$ (domaine correspondant à $\overline{pC} \pm 3s = -0,5259 \pm 3 \cdot 0,0059^{\circ}\text{C}$) est pratiquement gaussienne; la troisième à $pC < -0,544^{\circ}\text{C}$ (valeur proposée comme limite inférieure) contiendrait les laits «anormalement riches». Les valeurs obtenues dans la présente étude sont en désaccord avec celles indiquées dans le Manuel suisse des denrées alimentaires (1) (à savoir $-0,55 \pm 0,02^{\circ}\text{C}$) mais concordent en revanche parfaitement avec celles obtenues pour d'autres régions de Suisse.

Zusammenfassung

Die Gefrierpunkte (G) von über 23 000 zwischen Juni 1975 und Juli 1977 in der Nordwestschweiz abgelieferten Bestandesmilchen wurden statistisch ausgewertet. Um bei der Schätzung von Mittelwert \overline{G} und Standardabweichungen s den durch gewässerte Milchen verursachten Fehler möglichst gering zu halten, wurde der Einfluß der Meßwerte von über $-0,500^{\circ}\text{C}$ bzw. über $-0,510^{\circ}\text{C}$ berücksichtigt. Für die Gesamtheit aller G und die gesamte Periode der 25 betrachteten Monate erhielt man: $\overline{G} = -0,5256^{\circ}\text{C}$; $s = 0,00793 \pm 0,000037^{\circ}\text{C}$. Der Mittelwert blieb im Laufe des Jahres ziemlich konstant, abgesehen von einer deutlichen Erhöhung (Erniedrigung des Absolutwertes) etwa im Mai-Juni; die Standardabweichung nahm unter leichten, durch Eichfehler bedingten Schwankungen im Laufe der betrachteten Periode systematisch ab. Die Häufigkeitsverteilung der G weist 3 unterschiedliche Populationen auf: 1) $G > -0,508^{\circ}\text{C}$ (vorgeschlagener oberer Schwellenwert für normale Milch), enthaltend die gewässerten und wässerungsverdächtigen Milchen; 2) G zwischen $-0,508$ und $-0,544^{\circ}\text{C}$ (entsprechend $\overline{G} \pm 3s = -0,5259 \pm 3 \cdot 0,0059^{\circ}\text{C}$), praktisch normalverteilt; 3) $G < -0,544^{\circ}\text{C}$ (vorgeschlagener unterer Schwellenwert für normale Milch), umfassend die «abnormal gehaltreichen» Milchen. Die in dieser Arbeit gefundenen Werte stimmen mit denjenigen des Schweizerischen Lebensmittelbuches ($-0,55 \pm 0,02^{\circ}\text{C}$) nicht überein, sind jedoch praktisch identisch mit andernorts in der Schweiz gemessenen Gefrierpunkten.

Summary

The freezing points (fp) of over 23 000 batches of bulk milk obtained from individual farmers of the north-western region of Switzerland during the period of June 1975 to July 1977 were evaluated statistically. All fp values have been measured to $\pm 0.002^{\circ}\text{C}$

by means of an automatic thermistor cryoscope. In order to minimize the errors in the mean value \overline{fp} and the standard deviation s , introduced through watered milks, the influence of the fp values higher than -0.500°C , or -0.510°C , was taken into consideration. For all values of the whole period under consideration, we obtained: $\overline{fp} = -0.5256^{\circ}\text{C}$; $s = 0.00793 \pm 0.000037^{\circ}\text{C}$. The mean fp remained approximately constant, apart from showing a definite increase around May/June; the standard deviation, which varied slightly due to calibration errors, decreased gradually over the period considered. The frequency distribution of the fp values showed 3 distinct populations: 1) $fp > -0.508^{\circ}\text{C}$ (value proposed as an upper limit for normal milk), containing watered milks and those suspected of being watered; 2) fp between -0.508 and -0.544°C (corresponding to $\overline{fp} \pm 3s = -0.5259 \pm 3 \text{ times } 0.0059^{\circ}\text{C}$), distribution virtually normal; 3) $fp < -0.544^{\circ}\text{C}$ (value proposed as a lower limit for normal milk), «abnormally rich» milks. The values found in this work disagree with those given in the Swiss manual of food analysis methods ($-0.55 \pm 0.02^{\circ}\text{C}$), but agree well with those measured in milks of other regions of Switzerland.

Bibliographie

1. In: Schweiz. Lebensmittelbuch Bd. 2, Methode 1/32, 5. Auflage, pp. 33—35, Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1969.
2. Dillier-Zulauf, A. et Doyotte, J. P.: Elévation du point de congélation du lait de vache. Mesures sur le lait cru, pasteurisé et upérisé ®. Trav. chim. aliment. hyg. **62**, 32—41 (1971).
3. Dillier-Zulauf, A.: Zum Nachweis der Verwässerung von roher, pasteurisierter und uperisierter Kuhmilch mit Hilfe der Thermistor-Kryoskopie. Deut. Molkerei-Ztg. **92**, 1704—1710 (1971).
4. International Dairy Federation (FIL-IDF) group E, document 101 (1978).
5. Janzen, J. J.: Freezing point of milk as affected by udder abnormality. J. Dairy Sci. **53**, 374 (1970).
6. King, J. O. L.: The effect of mastitis on the freezing point of cow's milk. Brit. Vet. J. **125**, 25—29 (1969).
7. Vasić, Y.: Changes in some physical and chemical characteristics of milk during lactation. Radovi Poljoprivrednog Fakulteta Univerziteta u Sarajevu **21/22** (24/25), 89—103 (1973—1974). Cité d'après: Dairy Sci. Abstr. **37**, 488, no 5087 (1975).
8. Weese, S. J., Butscher, D. F. and Thomas, R. O.: Effects of breed, season and stage of lactation on certain constituents and properties of milk. Bull. W. Va Univ. agric. Exp. St. **544**, 5—7 + 15 (1967). Cité d'après: Dairy Sci. Abstr. **29**, 520, no 3640 (1967).
9. Demott, B. J., Hinton, S. A. and Montgomery, M. J.: Influence of some management practices and season upon freezing point of milk J. Dairy Sci. **50**, 151—154 (1967).
10. Potter, F. E. and Shunrokuro, A.: The freezing point of milk from individual cows. J. Dairy Sci. **43**, 1888 (1960).
11. Freeman, T. R., Kratzer, D. D. and Bucy, J. L.: Relationship of freezing point of herd milk to production conditions. J. Milk Food Technol. **35**, 189—190 (1972). Cité d'après: Dairy Sci. Abstr. **34**, 711, no 4296 (1972).
12. Custer, E. W. and Green, J. E.: Low energy rations can produce milk with poor freezing point values. Miss. Fm. Res. **34** (3), 4—5 (1971). Cité d'après: Dairy Sci. Abstr. **34**, 84, no 470 (1972).

13. *Tucker, V. C.*: Effect of nutrition on the freezing point of milk. *Aust. J. Dairy Technol.* **25**, 137—139 (1970).
14. *Gikonyo, G. M.* and *Kleyn, D. H.*: Influence of nitrogen source and fibre levels in the ration on the freezing point and chloride content of cow's milk. *J. Dairy Sci.* **52**, 1379—1383 (1969).
15. *Demott, B. J.*, *Montgomery, M. J.* and *Hinton, S. A.*: Influence of changing from dry-lot feeding to pasture on the freezing point of milk. *J. Milk Food. Technol.* **32**, 210—212 (1969).
16. *Green, J. E.*, *Custer, E. W.*, *Cummings, K. R.* et *McGee, W. H.*: Effect of a low — energy ration on the freezing point of cow's milk and mammary venous blood serum. *J. Dairy Sci.* **52**, 561 (1969).
17. *Peterson, R. W.* and *Freeman, T. R.*: Effect of ration on freezing point of milk and blood serum of the dairy cow. *J. Dairy Sci.* **49**, 806—810 (1966).
18. *Demott, B. J.*, *Hinton, S. A.*, *Swanson, E. W.* and *Miles, J. T.*: Influence of added sodium chloride in grain ration on the freezing point of milk. *J. Dairy Sci.* **51**, 1363—1365 (1968).
19. *Freeman, T. R.* and *Bucy, J. L.*: Freezing point of milk as related to atmospheric temperature. *J. Dairy Sci.* **52**, 552 (1969).
20. *Lück, H.* and *Dresner, S.*: Freezing point of market milk. *S. African J. Dairy Technol.* **7**, 221—227 (1975).
21. *Bouchez, D.* and *Waes, G.*: Detection of dilution of milk by determination of the freezing point. *Revue de l'Agriculture* **26**, 799—812 (1973). Cité d'après: *Dairy Sci. Abstr.* **36**, 429, no 3688 (1974).
22. *Demott, B. J.*: The freezing point of milk produced in four markets in Tennessee. *J. Milk Food Technol.* **29**, 319—322 (1966). Cité d'après: *Dairy Sci. Abstr.* **29**, 227, no 1614 (1967).
23. *Aschaffenburg, R.* und *Temple, P. L.*: The freezing-point of milk. I. The freezing-point and solids-not-fat content of the milk of individual cows throughout a period of lactation. *J. Dairy Res.* **12**, 315—321 (1941).
24. Schweiz. Lebensmittelbuch: Bestimmung des Gefrierpunktes, 3. Auflage, S. 9—10 und 16. Druck und Verlag von Neukomm und Zimmermann, Bern 1917.
25. Schweiz. Lebensmittelbuch: Gefrierpunktserniedrigung, 4. Auflage, S. 28—30. Druck und Verlag von Zimmermann AG, Bern 1937.
26. *Winter, J.*: Compt. rend. Acad. des Sciences, nov. 1895. Cité d'après: *Barthel, Chr.*: «Bestimmung des Gefrierpunktes der Milch» (Kryoskopie). In: *Die Methoden zur Untersuchung von Milch und Molkereiprodukten*, S. 115—118. Verlag von M. Heinsius Nachfolger, Leipzig 1907.
27. *Zee, B.*: Wasserzusatz bei Milch. *Zuivelzucht* **69**, 522—524 (1977), Cité d'après: *Milchwissenschaft* **33**, 268 (1978).
28. *Alais, Ch.*: Point de congélation, dans: «Science du lait. Principes des techniques laitières», 3ème édition, pp. 243—244, SEP, Paris 1975.
29. *Toepel, A.*: Gefrierpunkt der Milch. In: *Chemie und Physik der Milch*, S. 352—356. VEB Fachbuchverlag, Leipzig 1976.
30. *Schulz, M. E.* und *Voss, E.*: Gefrierpunkt der Milch. In: *Das Große Molkerei-Lexikon*, Band II, 4. Auflage, S. 380. Volkswirtschaftlicher Verlag GmbH, Kempten/Allgäu 1965.
31. *Webb, B. H.*, *Johnson, A. H.* et *Alford, J. A.*: Freezing point. In: *Fundamentals of dairy chemistry*, 2nd Edition, pp. 423—426. The AVI Publishing Company, Inc., Westport, Conn. 1974.

32. *Kiermeier, F. und Lechner, E.*: Bestimmung des Gefrierpunktes von Milch (DIN 10319). In: *Milch und Milcherzeugnisse*, S. 262—265. Verlag Paul Parey, Berlin und Hamburg 1973.
33. *Kynast, S. und Gussek, K. W.*: Gefrierpunktbestimmung von Milch. In: *Handbuch der landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik (Methodenbuch)*, Band VI, 3. Auflage, S. 29—31 und 58. Neumann-Verlag, Radebeul/DDR 1970.
34. *Kyla-Siurola, A.-L. et Antila, V.*: Détermination du point de congélation du lait. XX. Congr. Intern. Laiterie, Brèves Communications, pp. 215—216. Paris 1978.

P. Widmer
Service régional d'inspection et de
consultation en matière
d'économie laitière du
Nord-Ouest de la Suisse
St. Jakobstraße 191
CH-4002 Bâle

Dr J. O. Bosset
Dr P. Rüst
Station fédérale de recherches laitières
CH-3097 Liebefeld-Berne