DOSAGE DES MATIÈRES GRASSES DU LAIT

ÉTUDE COMPARATIVE DE L'EXTRACTION PAR L'ÉTHÉR ALCOOLISÉ
DANS L'APPAREIL DE SOXHLET (MÉTHODE OFFICIELLE) ET DE
L'EXTRACTION PAR L'ALCOOL DANS L'APPAREIL DE KUMAGAWA ET
DANS L'APPAREIL DE SOXHLET (1)

par
J. E. LOBSTEIN et M. FLATTER
Professeur Assistant
à la Faculté de Pharmacie de Strasbourg.

(Fin.)

DISCUSSION DES RÉSULTATS.

I. LE SOLVANT EMPLOYÉ N'ÉPUISE-T-IL QUE LES MATIÈRES GRASSES ?

Quelle que soit la méthode d'extraction employée, si l'on multiplie le poids des acides gras par le facteur de KUMAGAWA corrigé, c'est-à-dire 1,054, pour avoir le poids des glycérides correspondants et si l'on ajoute au résultat le poids de l'insaponifiable, on obtient une somme inférieure au poids de l'extrait total. Cette différence peut être due :

1° soit à une erreur par excès dans la détermination de l'extrait total : substances non lipidiques entraînées ;

2° soit à une erreur par défaut dans la détermination des acides gras et de l'insaponifiable.

Pour voir si l'extrait total renferme des substances autres que les graisses, nous avons traité par de l'éther un extrait provenant de l'épuisement par l'alcool au Soxhlet. Dans le résidu insoluble dans l'éther, nous avons pu caractériser l'azote (caséine) et un sucre réducteur (lactose). Comment expliquer, dans l'extrait alcoolique, la présence de ces substances insolubles dans l'alcool pur ?

Le lactose provient sans doute d'un lavage défectueux imputable à la méthode. En effet, l'on conçoit que le précipité de caséine englobant la matière grasse puisse retenir des traces de lactose que l'on ne peut enlever par des lavages à l'alcool à 35° à la température ordinaire. Ce lactose sera entraîné facilement par l'alcool faible imprégnant le coagulum (simplement essoré entre des doubles de papier buvard, comme l'indique la méthode officielle) au moment de l'extraction à chaud, voire par l'alcool à 95°, dans lequel il n'est pas rigoureusement insoluble à température élevée. La caséine est entraînée par l'alcool faible : elle passe à travers le filtre, donnant un liquide

(1) Paru dans le *Volume jubilaire du Professeur Ch. Porcher*.

opalescent, qui précipite par l'alcool fort en flocons adhérents aux parois des ballons extracteurs.

Nous avons vérifié ces faits sur des coagulums dégraissés (provenant de 10 cm³ de lait) de la façon suivante : Un coagulum, desséché dans le vide sulfurique, a été humecté avec 2 cm³ d'alcool à 35°, puis épuisé au Soxhlet avec de l'alcool à 95° pendant une heure : il a donné 12 mgr. d'extract renfermant de l'azote et réduisant la liqueur cupro-alcaline. Un deuxième coagulum sec a été épuisé directement avec de l'alcool à 95° : il a donné 8 mgr. de résidu également réducteur, mais dans lequel nous n'avons pu caractériser l'azote.

Pour éviter, au moins partiellement, ces causes d'erreur, il convient donc de dessécher les coagulums dans le vide sulfurique, ce qui fut réalisé dans les essais ultérieurs (tableau II).

Ces considérations s'appliquent également, quoique à un degré moindre, à la méthode officielle, où l'extraction est éthéro-alcoolique : nous avons constaté en effet, qu'au moment du premier siphonnage, le liquide extractif est toujours plus ou moins opalescent et que l'extract desséché à 100° présentait des points bruns. VILLIERS [22] avait d'ailleurs déjà noté un tel brunissement dans des essais sur la dessiccation du beurre : « A 110°, la caséine, dit-il, a bruni très sensiblement. » Cette altération commence même à 100°, comme nous avons pu le vérifier.

L'erreur par excès dans la détermination de l'extract total n'exclut pas une erreur par défaut relative aux acides gras et à l'insaponifiable. La matière grasse du lait renferme en effet des acides gras solubles dans l'eau et des acides gras volatils. Comment ces acides vont-ils se comporter au moment de l'extraction par l'éther de pétrole d'une part, et pendant la dessiccation d'autre part ?

II. PERTE DUE A LA SOLUBILITÉ DE CERTAINS ACIDES GRAS DANS L'EAU.

Pour voir si, lors de l'épuisement à l'éther de pétrole, il y a perte d'acides gras solubles, nous les avons recherchés dans les liquides résiduels hydroalcooliques. Les liquides résiduels correspondant à 30 cm³ de lait ont été neutralisés, puis concentrés à pression réduite jusqu'à un très faible volume (30 cm³ environ). La masse trouble ainsi obtenue, acidifiée par de l'acide tartrique, a été soumise à une distillation au bain de sable : le distillat, dont nous avons recueilli 20 cm³, avait une odeur de beurre rance ; il était acide au rouge de méthyle et donnait, après neutralisation par l'ammoniaque diluée, un précipité amorphe avec l'azotate d'argent (caproate d'argent). Son acidité correspondait à 2 gr. 37 ‰ en acide butyrique, soit, pour 20 cm³ de distillat (correspondant à 30 cm³ de lait), 47 mgr. d'acides gras solubles (en acide butyrique). En supposant que la totalité des acides vola-

tils ait distillé, la perte pour 10 cm³ de lait atteint donc 15 mgr. environ, ce qui, sur un total de 350 mgr. d'acides gras (en considérant 35 gr. comme le poids moyen des matières grasses dans un litre de lait), équivaut à une erreur de 4,28 %. Mais cette proportion pêche certainement par défaut, d'autant que les acides gras classés comme fixes ne sont pas non plus rigoureusement insolubles. Du reste, il convient de signaler que de faibles quantités d'acides gras solides se sont condensés dans le réfrigérant ayant servi à la distillation. Evidemment, la solubilité dans l'alcool faible des acides gras inférieurs a été reconnue depuis fort longtemps : DONS (1908) [5] signale qu'à la température de 15°, l'alcool à 25° dissout les acides butyrique, caproïque, caprylique (0,2 %) et caprique (0,02 %). Mais l'on pouvait croire que l'éther de pétrole était capable de les extraire totalement de leur solution hydroalcoolique.

Nous avons donc étudié la *répartition de l'acide butyrique entre l'eau et l'éther de pétrole*. Pour ce faire, 20 cm³ d'une solution aqueuse d'acide butyrique furent agités avec 20 cm³ d'éther de pétrole. L'acidité a été dosée dans la phase aqueuse avant et après agitation. Voici les résultats obtenus :

Concentration de la solution aqueuse d'acide butyrique	Acide butyrique	
	resté dans l'eau	passé dans l'éther de pétrole
6,6 ‰	80 %	20 %
3,9 ‰	85,6 %	14,4 %
2,8 ‰	87 %	13 %
0,3 ‰	95 %	5 %

En réalité, il ne s'agit pas ici d'un véritable coefficient de partage, puisque les solutions ne sont agitées que pendant un temps très court ; d'autre part, les deux phases liquides sont constituées par des solutions très complexes : d'un côté, nous avons 200 cm³ d'alcool à 25° environ, 9 gr. 2 de KCe, HCl en léger excès ; et de l'autre, primitivement 70 cm³ d'éther de pétrole pur, puis, après une première agitation, une solution pétrolique d'acides gras supérieurs.

Pour nous placer dans des conditions analogues, nous avons agité 100 cm³ d'une solution hydroalcoolique d'acide butyrique à 0,56 ‰ avec 70 cm³ d'éther de pétrole renfermant 277 mgr. d'acides gras insolubles et fixes du beurre : 2,5 % de l'acide butyrique en essai ont passé dans l'éther de pétrole.

On peut donc conclure que 90 % de l'acide butyrique au moins sont perdus pour le dosage, en suivant la technique de KUMAGAWA et LEMELAND. La perte relative aux homologues supérieurs est bien plus faible, puisque leur solubilité dans l'alcool à 25° est très petite par rapport à celle dans l'éther de pétrole.

III. PERTE DUE A LA VOLATILITÉ DES ACIDES GRAS ET DE L'INSAPONIFIABLE.

En desséchant pendant 3 heures à 50° dans le vide sulfurique les acides gras obtenus dans nos essais, nous n'avons jamais abouti à des poids rigoureusement constants, et cela à cause des acides gras volatils que le lait renferme. Au surplus, il n'existe pas une séparation stricte entre acides gras volatils et ceux qui ne le sont pas [21], et l'on ne saurait prétendre, dans un but d'étude, éliminer la totalité des acides volatils pour doser seulement les acides fixes : en effet, dans les conditions de dessiccation qui permettraient le départ total de ceux-là, une partie de certains de ceux-ci (acides laurique, myristique) se volatilise également [1]. Le totum d'acides gras, ayant été pesé après 3 heures, puis après 6 heures, accuse entre les deux pesées une diminution de poids pouvant être de 3 à 5,5 %. Si l'on prolonge le séjour dans le vide de 6 heures à 8 et 12 heures à la température de 50°, la diminution se poursuit encore, quoique moins sensible et parfois pratiquement négligeable. Et si, après un séjour de 8 heures dans le vide sulfurique à 50°, on abandonne le totum d'acides gras pendant 24 heures dans le vide simplement à la température du laboratoire, son poids accuse encore une diminution ayant dans un cas atteint 1,5 %. Que les acides gras du lait se volatilisent ainsi peu à peu à la température de 50°, il fallait s'y attendre. Du reste, VILLIERS a montré que même les acides gras insolubles sont volatils à la température ordinaire dans le vide sulfurique.

En réalité, le phénomène est plus complexe, car les pertes de poids varient d'un échantillon à l'autre d'une façon tout à fait imprévue ; cette différence semble être due à la superposition de deux volatilités : celle des acides gras inférieurs en solution dans leurs homologues supérieurs, et celle de l'eau ; ces deux volatilités sont sensiblement égales, comme nous l'avons vérifié expérimentalement ; mais le facteur variable est la quantité d'eau initiale, puisque les échantillons, tout en ayant été traités d'une façon analogue, n'aboutissent pas nécessairement à un produit de même degré d'humidité. On ne possède donc aucun critérium pour se rendre compte si la dessiccation est totale. VILLIERS croyait pouvoir dessécher convenablement des acides gras en les plaçant pendant 2 jours dans le vide sulfurique à la température ordinaire : ce procédé nous semble quelque peu illusoire, car la volatilisation de traces d'eau au sein même d'une masse solide, aussi compacte qu'un gâteau d'acides gras, demeure incertaine.

Avec l'insaponifiable, dont le poids est d'ailleurs très faible et représente 2 à 5 % du poids des acides gras, même incertitude pour le critérium de dessiccation : si l'on prolonge son séjour dans le vide, à 50°, de 3 à 6 heures, on constate que son poids diminue dans des proportions allant de 16 à 44 %.

Au total, pour le dosage des acides gras et de l'insaponifiable du lait, le principe de la technique de LEMELAND, à savoir « évaporation à sec dans le vide jusqu'à poids constant, sans jamais dépasser la température de 50° », ne peut donc être rigoureusement suivi et une détermination ayant une valeur absolue est impossible. Mais pratiquement, un séjour de 3 heures à 50° dans le vide paraît convenable.

Mettant à profit les résultats de ces premiers essais et les renseignements qu'ils nous ont fournis, nous avons effectué sur un même échantillon de lait une nouvelle série d'extractions, avec les mêmes déterminations, en employant les trois méthodes précédemment indiquées.

La méthode officielle et l'extraction alcoolique au Soxhlet comportèrent comme précédemment deux séries de recherches : les unes portant sur des extraits totaux desséchés à 100° ; les autres sur des extraits totaux dont la température de dessiccation ne dépassa jamais 50°. Pour chaque détermination, il fut fait deux essais.

Les coagulums ont été desséchés dans le vide sulfurique pendant 24 heures à la température ordinaire : ils sont alors très hygroscopiques et l'on n'arrive pratiquement pas à les dessécher à poids constant.

Les acides gras et les insaponifiables ont été desséchés dans le vide sulfurique à 50° pendant 3 heures exactement, à compter du moment où les acides gras se liquéfient et non pas à partir du moment où l'étuve atteint 50°, car l'équilibre est lent à s'établir.

Enfin, puisque nous avons cherché à réduire au minimum les causes d'erreur ou d'imprécision, signalons-en une, d'ordre expérimental, et du reste légère : à l'origine, il y a une mesure volumétrique de 10 cm³ de lait ; on peut facilement faire ainsi des erreurs atteignant 1/10 de cm³ du fait de la viscosité du lait, ce qui correspond à une erreur relative de 1 %. Pour obvier à cet inconvénient, nous avons pensé à remplacer la mesure par une pesée, soit du lait directement dans une pipette à robinet, soit du vase renfermant l'alcool acétique avant et après l'addition du lait. Le premier procédé a l'inconvénient de nécessiter un nettoyage de la pointe de la pipette, ce qui peut occasionner des pertes par capillarité. Quant au second, il est peu avantageux, étant donné la volatilité de l'alcool acétique : en 10 minutes, 25 cm³ du réactif perdent 50 mgr. Nous nous sommes donc bornés à mesurer les 10 cm³ à la pipette et nous avons pris 4 minutes comme temps d'écoulement.

Les résultats obtenus dans cette nouvelle série d'extractions sont rassemblés dans le tableau II.

TABLEAU II.

POIDS COMPARÉS DES EXTRAITS TOTAUX, ACIDES GRAS ET INSAPONIFIABLES
OBTENUS PAR L'ÉTHÉR ALCOOLISÉ DANS L'APPAREIL SOXHLET
(MÉTHODE OFFICIELLE) ET PAR L'ALCOOL DANS LES APPAREILS SOXHLET
ET KUMAGAWA.

Matières dosées	Extraction éthéro-alcoolique (méthode officielle)		Extraction alcoolique		
	Extrait desséché 3 h. à 100°	Extrait desséché dans le vide 15 h. à 50°	au Soxhlet		au Kumagawa
			Extrait desséché 3 h. à 100°	Extrait desséché dans le vide 15 h. à 50°	Extrait desséché dans le vide 15 h. à 50°
Extrait total	36,4	36,5	40,5	40,2	38,0
	36,1	36,3	39,7	39,2	(40,8)
Moyenne	36,25	36,4	40,1	39,7	38
Acides gras	30,2	31,6	33,2	32,8	33,1
	31,0	31,7	32,3	32,9	32,8
Moyenne	30,6	31,65	32,75	32,85	32,95
Insaponifiable	0,45	0,54	0,95	0,9	0,5
	0,3	0,6	1,2	0,7	0,6
Moyenne	0,37	0,57	1,07	0,8	5,5

Les acides gras et l'insaponifiable ont été uniformément desséchés 3 heures dans le vide sulfurique à 50°.

Les résultats sont exprimés en grammes pour 1 litre de lait.

Ces résultats permettent les remarques suivantes :

Si l'on considère les poids d'Extraits totaux, la température de dessiccation (100° pendant 3 heures, ou 50° pendant 15 heures dans le vide sulfurique) ne paraît pas avoir grande influence, les écarts de poids constatés, pour une même méthode d'extraction, étant de l'ordre des erreurs expérimentales. Une constatation analogue avait pu être faite déjà dans la première série d'expériences (tableau I), en particulier pour les extraits de la méthode officielle. Mais, à température de dessiccation égale (50°), c'est l'extraction alcoolique qui donne le poids d'extrait le plus élevé, dépassant de 9 % celui de l'extrait obtenu par l'éther alcoolisé (méthode officielle) ; cela aussi avait été constaté, et même parfois d'une façon beaucoup plus accentuée, dans la précédente série d'expériences.

Sans présenter entre eux un tel écart, les poids des extraits alcoo-

liques au Soxhlet se montrent en général plus élevés que ceux des extraits alcooliques au Kumagawa, l'alcool à la température de 58° enlevant vraisemblablement plus de caséine qu'à la température de 79°. (Le nombre 40,8 obtenu dans un essai au Kumagawa semble dû à ce que l'extraction a été interrompue et réalisée en deux périodes de 4 heures : le coagulum macéra donc pendant un long temps dans l'alcool, ce qui augmenta la dissolution du lactose qui le souillait.)

En ce qui concerne les *acides gras*, leur poids apparaît un peu plus élevé, d'une façon générale, dans les extraits totaux dont la température de dessiccation n'a pas dépassé 50°, les autres conditions d'obtention des extraits étant les mêmes. Le fait était constant dans le tableau I ; il est évident aussi dans le tableau II pour la méthode officielle, mais l'écart demeure malgré tout de l'ordre des erreurs expérimentales. C'est la méthode de KUMAGAWA qui donne, dans tous les cas, le taux le plus élevé d'acides gras. Leur poids dépasse (dans le tableau II) de 7,6 % celui obtenu par la méthode officielle (cet écart se réduit à 4 % si l'extrait total, au lieu d'être desséché à 100°, comme il est prescrit, l'a été à une température ne dépassant pas 50°). L'extraction alcoolique au Soxhlet donne à 1 % près le même taux d'acides gras que le Kumagawa.

Quant à l'*insaponifiable*, son taux demeure très faible : 1,2 à 3 pour 100 d'acides gras. Les résultats du tableau II paraîtraient indiquer que c'est l'alcool au Soxhlet qui en extrait le plus : si, pour que la comparaison soit plus significative, on considère seulement l'insaponifiable des extraits desséchés à 50°, le poids de celui provenant de l'extraction alcoolique au Soxhlet est de 42 % supérieur aux poids des insaponifiables obtenus par la méthode officielle ou le Kumagawa. Mais cette supériorité ne s'était pas montrée constante dans la première série d'expériences (tableau I). D'autre part, dans la méthode officielle, l'extrait desséché à 50° donne un poids d'insaponifiable de beaucoup plus élevé que celui donné par l'extrait desséché à 100°, mais c'est l'inverse dans la méthode au Soxhlet-alcool ; semblable discordance apparaît aussi dans les résultats du tableau I.

La détermination de l'insaponifiable aboutit donc à des chiffres dont les variations ne permettent aucune déduction sûre.

Dans un échantillon d'insaponifiable, nous avons dosé la cholestérine par la méthode de WINDAUS (précipitation à l'état de stérol-digitonine) : nous en avons trouvé la proportion de 27 pour 100 d'insaponifiable.

Si l'on transforme en graisses neutres les acides gras (en les multipliant par le coefficient 1,054) et si l'on ajoute à la valeur ainsi obtenue le chiffre de l'insaponifiable, puis si l'on soustrait cette somme du

poids de l'extrait total correspondant, on obtient les différences suivantes :

Modes d'extraction	Extrait total	Graisses		Somme Graisses + Insaponifiable	Extrait total moins Graisses + Insaponifiable
		(acides gras × 1,054)	Insaponifiable		
Méthode officielle	36,25	32,25	0,37	32,62	3,63
Méthode de KUMAGAWA	38	34,73	0,55	35,27	2,73

Ainsi, avec la méthode officielle stricte (dessiccation à 100°), il manque 3 gr. 63 pour fermer l'analyse. Or, comme la somme des acides gras solubles et volatils perdus dans le dosage n'atteint pas 10 %, on a une preuve de plus que l'extrait total est impur.

Avec la méthode de KUMAGAWA, la différence atteint 2 gr. 73. Contrairement à ce que nous avons *a priori* espéré, on ne peut donc pas considérer l'extrait total de KUMAGAWA comme représentant le poids des glycérides purs.

Pour voir si la supériorité du Kumagawa ne s'explique pas, au moins partiellement, par une oxydation de la matière grasse, due à la température plus élevée du solvant, nous avons déterminé l'indice d'iode (méthode de WIJS) des acides gras obtenus dans les divers modes d'extraction ; voici les résultats :

Modes d'extraction	Température de dessiccation de l'extrait	Indice d'iode des acides gras
Extraction éthéro-alcoolique {	100°	39,4
(méthode officielle) }	50°	39,8
Extraction alcoolique {	100°	39,6
au Soxhlet }	50°	39,7
Extraction alcoolique au Kumagawa	50°	38,5

Ce sont les acides gras obtenus par la méthode de KUMAGAWA qui ont l'indice le plus bas ; mais la différence avec la méthode officielle dépasse à peine une unité, de sorte que l'erreur due à l'oxydation éventuelle est négligeable.

Enfin, si l'on compare maintenant le poids de l'extrait total obtenu par la méthode officielle (et qui est donné comme représentant le poids du beurre) avec la somme graisses neutres + insaponifiable obtenue après extraction alcoolique au Kumagawa (tableau III), on voit que par compensation d'erreurs, — d'une part présence de substances étrangères dans l'extrait, d'autre part perte d'acides gras solubles et volatils en appliquant la technique de KUMAGAWA et LEMELAND, — l'écart est faible et n'atteint jamais 1 gramme pour 1 litre de lait.

TABLEAU III.

**DIFFÉRENCE ENTRE L'EXTRAIT TOTAL DE LA MÉTHODE OFFICIELLE
ET LA SOMME GRAISSES + INSAPONIFIABLE DONNÉE PAR LA MÉTHODE
DE KUMAGAWA.**

Méthode officielle Extrait total	Méthode de Kumagawa			Différence entre l'Extrait de la méthode officielle et la somme Graisses + Insaponifiable
	Graisses (acides gras × 1,054)	Insaponi- fiable	Somme Graisses + Insapo- nifiable	
1 ^{re} série d'expériences.				
I. 41,1	39,73	0,5	40,23	— 0,87
II. 37,7	36,67	1,65	38,32	+ 0,62
III. 35,0	34,67	0,35	35,02	0
2 ^e série d'expériences.				
36,25	34,73	0,55	35,27	— 0,98

Les résultats sont exprimés en grammes pour 1 litre de lait.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES.

I. MÉTHODE OFFICIELLE.

1^o L'essorage du coagulum, procédé peu scientifique et mal défini, est à rejeter : nous l'avons remplacé par une dessiccation de 24 heures dans le vide sulfurique à la température ordinaire.

2^o Le temps d'extraction, qui n'est pas indiqué, a été fixé dans nos expériences à 8 heures, mais peut être limité à 4 heures, comme nous l'avons vérifié.

3^o La durée de la dessiccation à 100° doit être de 3 heures.

4^o L'extrait total n'est pas constitué par des glycérides purs : i renferme du lactose et de petites quantités de caséine, d'autant plus importantes que le coagulum est moins sec, d'où erreur en plus.

II. MÉTHODE DE KUMAGAWA.

1^o La supériorité de l'alcool chaud comme solvant extracteur des graisses se vérifie également pour le lait, la différence entre le poids des acides gras obtenus au Kamagawa et celui des acides gras extraits par l'éther alcoolisé dans la méthode officielle étant de 7 à 8 %.

2^o Si le principe conserve toute sa valeur, il n'en est pas de même de l'application de la méthode. Seuls, les acides gras solides à partir de l'acide laurique sont dosés avec certitude. Pour le lait, il y a donc une perte de 5 % au moins, et pouvant aller jusqu'à près de 10 % s les conditions de dessiccation sont mal définies.

III. MÉTHODE D'EXTRACTION ALCOOLIQUE AU SOXHLET.

Elle donne des résultats très voisins de ceux de la méthode de KUMAGAWA, preuve que, dans cette dernière, c'est moins la différence de température qui entre en ligne de compte que le solvant employé.

Pratiquement, par compensation d'erreurs, la méthode officielle de dosage du beurre dans le lait est satisfaisante, et, en tout cas, la méthode de KUMAGAWA et LEMELAND, en défaut dans ce dosage, aboutit à des résultats semblables.

BIBLIOGRAPHIE.

- [1] W. ARNOLD. Zur Bestimmung von Fettsäuren auf Grund ihrer Flüchtigkeit mit Wasserdämpfen. *Zeitschr. f. Untersuch. d. Nahrungs- u. Genussmittel*, 1921, **42**, 345.
- [2] P. BELIN. Généralité de la distinction entre deux catégories de matières grasses : élément constant et élément variable. *Bull. de la Soc. de Chim. biol.*, 1926, **8**, 1081.
- [3] F. BORDAS et F. TOUPLAIN. *Laiterie*, Paris & Liège, Ch. Béranger, éd., 1913.
- [4] A. BRUNO. *Beurres et Graisses animales*, Paris & Liège, Ch. Béranger, éd., 1912.
- [5] R. K. DONS. Studien über einige Butterfettsäuren. *Zeitschr. f. Untersuch. d. Nahrungs- u. Genussmittel*, 1908, **16**, 705.
- [6] W. HALDEN et A. GRÜN. *Analyse der Fette und Wachse*. II. Band, Berlin, J. Springer, éd., 1929.
- [7] M. HOYBERG. Influence de la vitesse de rotation des centrifuges dans le procédé Gerber. Analysé dans *Le Lait*, 1925, **5**, 440.
- [8] M. HOYBERG (Méthode de). *Le Lait*, 1926, **6**, 517, 639 ; 1928, **8**, 678.
- [9] A. KLING. *Expertises chimiques*, t. 1 & 2, Paris, Dunod, éd., 1921.
- [10] M. KUMAGAWA et K. SUTO. Ein neues Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Fettes und der unverseifbaren Substanzen in tierischem Material nebst der Kritik einiger gebräuchlichen Methoden. *Bioch. Zeitschr.*, 1908, **8**, 212.
- [11] F. LABARRE. *Manuel du Chimiste de Laiterie*, Paris, Gauthier-Villars, éd., 1926.
- [12] P. LEMELAND. a) Recherches chimiques et physiologiques sur les matières grasses et les lipoides du sang. *Bull. de la Soc. de Chim. biol.*, 1921, **3**, 134.
b) Recherches chimiques et physiologiques sur le dosage des lipoides. Etude critique de la méthode de Kumagawa-Suto. *Bull. de la Soc. de Chim. biol.*, 1922, **4**, 300.
- [13] J. LEWKOWITCH. *Chemical Technology and Analysis of oils, fats and waxes*, Londres, Macmillan & Co., éd., 1904 ; traduit par Bontoux, Paris, Dunod & Pinat, éd., 1918.
- [14] M. PAGET. Etude de la teneur en matière grasse des laits de vaches de race flamande dans la région des Flandres. *Le Lait*, 1928, **8**, 288.
- [15] Ch. PORCHER et L. MAYNARD. La graisse du sang et la graisse du lait pendant la lactation. *Le Lait*, 1930, X, 601 et 765.

- [16] E. POZZI-ESCOT. Le dosage rapide de la matière grasse du lait. Gerber ou Babcock ? *Le Lait*, 1926, **6**, 601.
- [17] F. RICHARD. Analyse de la poudre de lait. *Le Lait*, 1926, **6**, 86.
- [18] G. ROEDER. Gerber ou Babcock ? *Le Lait*, 1927, **7**, 354.
- [19] RÖSE-GOTTLIEB (Méthode de). Les méthodes officielles américaines d'analyse du lait. *Le Lait*, 1926, **6**, 54.
- [20] A. SCHOONJANS. Note sur le dosage de la matière grasse dans les poudres de lait. *Le Lait*, 1925, **5**, 782.
- [21] M. SIEGFELD. Untersuchungen über die Zusammensetzung des Butterfettes. *Zeitschr. f. Untersuch. d. Nahrungs- u. Genussmittel*, 1912, **24**, 453.
- [22] A. VILLIERS, E. COLLIN et M. FAYOLLE. *Aliments lactés et aliments gras*, Paris, Doin, éd., 1911.
- [23] R. VLADESCO. La solubilisation de la matière organique du lait. Ses applications. *Le Lait*, 1925, **5**, 479.

VARIATIONS SAISONNIÈRES ET CYCLE ANNUEL DES INDICES DES BEURRES DU NORD DE LA FRANCE

par

le Docteur MICHEL POLONOVSKI et M^{lle} MARCELLE THOMAS,

Professeur de Chimie Biologique

Docteur en Pharmacie

Assistante de Chimie Biologique

à la Faculté de Médecine et de Pharmacie de Lille.

(Suite).

3. DISCUSSION DES RÉSULTATS.

De toute cette analyse descriptive, il ressort que chaque série de beurres présente des variations individuelles, mais que *dans toutes ces irrégularités, il va être possible de trouver une régularité.*

Schématisons : nous aboutissons à une courbe passant par un minimum situé entre deux maxima. Le minimum correspond à la bonne saison ; les deux maxima à la mauvaise saison.

Si le début de ce travail avait coïncidé avec le début d'une saison, les trois stades que la courbe comportent en apparence n'auraient plus été que deux : le stade d'hiver, le stade d'été.

1. VARIATIONS SAISONNIÈRES. — *Les réactions sont si brusques qu'aucun doute n'est possible.* Du 8 au 17 Octobre, les beurres de Phalempin ont passé d'un indice de saponification de 225 à un indice de 239, l'indice d'iode tombant dans le même temps de 32 à 23.

A. Winnezele, le beurre du 22 Octobre donne un indice de saponification de 214,2, celui du 4 Novembre a monté à 222, celui du 18 Novembre est à 237. L'indice d'iode descend corrélativement de 47,6 à 24,7.

Dans tous les graphiques, même phénomène typique. A ce changement brutal fait suite une longue période à caractères