de sa charge microbienne pour juger la réussite de la pasteurisation et pour comparer les procédés et les appareils de pasteurisation.

Conclusions. — La pasteurisation rationnelle du lait, soit pour les usages alimentaires soit pour la laiterie, est celle qui arrive à garantir en même temps une salubrité parfaite et une conservation satisfaisante du lait, tout en sauvegardant le plus possible ses propriétés organoleptiques, nutritives et fromagères. A cet effet elle doit détruire tous les germes pathogènes et la plus grande partie des germes saprophytes, jusqu'à la limite des lactocoques les plus thermorésistants type *Mammacoccus*.

Le contrôle du lait pasteurisé doit se fonder moins sur sa charge microbienne totale que sur la qualité de ses germes et sur la durée de sa conservation.

Un lait rationnellement pasteurisé doit se conserver au moins 48-72 heures à 20-25° C., en donnant ensuite un caillot ferme et acide se solubilisant lentement avec prévalence de lactocoques ; aujourd'hui, que la production hygiénique du lait va se répandant, un tel lait devrait être exigé par tous les procédés de pasteurisation.

RÉFÉRENCES

- [1] *Rend. R. Acc. Lineci*, 1930, 12, 591. — *Le Lait*, 1931, XI, 225.
- [2] *Rend. R. Ist. Lomb. Sc. Lett.* 1904, 37, 939.
- [3] *Giorn. R. Soc. It. Igiene*, 1894, 16, 5.
- [4] *Rend. R. Acc. Lineci*, 1928, 8, 598.
- [5] *Ann. Ist. Agr. Ponti R. Scuola Sup. Agricult.*, Milano, 1907 et suiv. Vol. 7-11.
- [6] *Burri u. Staub, Landw. Jahrb. Schweiz.*, 1915, 626.
- [7] *Rend. R. Ist. Lomb. Sc. Lett.*, 1915, 48, 956.
- [8] *Rend. R. Ist. Lomb. Sc. Lett.*, 1901, 34, 1279 ; *Rend. R. Acc. Lineci*, 1902, , 159 ; 1925, 1, 99.
- [9] *V. Rend. X Congresso Intern. Latteria, Roma-Milano* 1934.

LE CONTRÔLE CHIMIQUE DE LA PASTEURISATION BASSE

par

JEAN PIEN

et

JACQUES BAISSÉ

Ingénieur-chimiste (I. C. R.),
Docteur ès Sciences, Directeur
des Laboratoires des « Fermiers Réunis ».

Ingénieur Chimiste (I. C. R.)
du Laboratoire de Bactériologie
des « Fermiers Réunis »

La pasteurisation du lait devant avoir pour but la destruction des microbes pathogènes, la technique la plus sûre du contrôle de cette pasteurisation devrait être fondée sur l'analyse bactériologique qualitative du lait mis en œuvre.

Cet examen est toujours long et délicat. Il ne peut être effectué que par des bactériologistes compétents. Et, de toute façon, le résultat n'en peut pas être connu avec une rapidité suffisante pour empêcher, non seulement la vente du lait correspondant au jour du prélèvement (ce qui est évident), mais aussi la vente des laits de même origine mis en vente dans les jours suivants.

Bien que cet examen bactériologique reste nécessaire dans certains cas, il serait néanmoins très utile de pouvoir disposer de méthodes permettant d'établir très rapidement, en quelques heures, si l'on se trouve en présence d'un lait cru, d'un lait pasteurisé, ou d'un lait insuffisamment pasteurisé.

Notons en particulier qu'une méthode permettant cette distinction serait des plus utiles comme moyen de contrôle, si la pasteurisation était rendue obligatoire.

* * *

On dispose depuis longtemps déjà de méthodes qui permettent de distinguer avec certitude les laits chauffés à des températures supérieures à 75-80°, des laits chauffés à des températures plus basses, ou des laits crus. Ces méthodes, basées sur la mise en évidence de la destruction de certaines diastases du lait, peuvent rendre les plus grands services dans le contrôle de la pasteurisation haute et sont d'ailleurs très connues et très utilisées.

Pour ce qui est du contrôle de la pasteurisation basse, c'est-à-dire du contrôle des laits chauffés à des températures inférieures à 75°, la question est beaucoup plus complexe. Les méthodes précédentes ne s'appliquent plus et donnent la réaction du lait cru (d'autant mieux que la température choisie pour la pasteurisation est plus basse). Pour des températures voisines de 75°, les réactions sont peu nettes et les résultats obtenus sont intermédiaires entre ceux fournis par le lait cru et ceux fournis par le lait chauffé à haute température.

Il y aurait donc le plus grand intérêt à disposer d'un autre procédé de contrôle, et la chose nous paraît maintenant résolue par l'application, sous certaines conditions, de la réaction dite de « l'anneau de Schern-Gorli ».

* * *

Le principe de la méthode de Schern-Gorli est le suivant : A l'état normal, dans le lait cru, les globules gras présentent un pouvoir d'attraction pour certains corpuscules (globules rouges, poudres colorées, etc.). Au repos les globules gras, en se rassemblant à la surface du lait, déterminent la formation d'un anneau coloré par suite de l'accumulation des particules entraînées vers la surface.

L'action de la chaleur a pour résultat de faire perdre aux globules

gras ce pouvoir d'attraction (par suite d'une altération de leur surface), et par conséquent de déterminer, même en présence d'une poudre colorée dans le lait, la formation d'un anneau superficiel de crème exempt de toute coloration.

SCHERN et GORLI utilisent comme particules solides colorées, les globules rouges du sang de cobaye. Leur technique est la suivante : A 1 cm³ de lait on ajoute une goutte d'une suspension à 1,5% dans l'eau physiologique de globules rouges lavés. On agite. On porte à 38° pendant 2 heures. Dans le cas du lait cru, il se forme à la surface du lait, un anneau de crème coloré sans sédiment dans le fond du tube. Dans le cas du lait chauffé à une *température supérieure* à 58° (pendant 30 minutes), il se forme un sédiment rouge et fin dans le fond du tube avec une coloration rose faible dans la couche de crème superficielle. Dans le cas du lait chauffé à haute température ou bouilli, il se forme un fort sédiment dans le fond du tube et l'anneau superficiel de crème est exempt de toute coloration.

L'utilisation de globules rouges limiterait l'emploi de cette méthode. SCHERN et GORLI ont donc pensé à substituer d'autres particules aux globules rouges. Ils ont expérimenté avec une suspension de charbon animal à 0,5-1% dans l'eau physiologique, mais les résultats qu'ils obtinrent furent moins bons que dans le cas des globules rouges.

Cette question de l'utilisation de particules autres que les globules sanguins, fut reprise avec succès par KOHN et KLEMM.

Ces auteurs utilisèrent du noir animal, du carmin ou de l'indigo en suspension à 0,5-1% dans l'eau physiologique ou l'eau ordinaire.

Leur technique est la suivante : A 5 cm³ de lait (dans un tube de 1 cm. de diamètre) on ajoute 5 gouttes de la suspension. On porte à 30-36°, la réaction est terminée en 1 à 2 heures. On peut d'ailleurs également opérer à froid : la réaction est identique mais seulement plus longue à se former. Dans tous les cas (contrairement à ce qui se passe avec les globules sanguins) une partie de la poudre se sédimente au fond du tube. Mais pour KOHN et KLEMM ce fait est sans importance, attendu que le seul caractère auquel l'on doit prêter attention est la formation d'un anneau de crème, coloré ou non.

Les résultats obtenus par KOHN et KLEMM sont du même ordre de grandeur que ceux de SCHERN et GORLI. La coloration de l'anneau de crème n'apparaît plus dès que le lait a été chauffé 30 minutes à 60° et au-dessus.

Cette question a été reprise l'année dernière par A. TAPERNOUX.

Cet auteur utilise une suspension de carmin à 1% dans l'eau distillée, dont il ajoute 5 gouttes à 5 cm³ de lait.

Les limites thermiques obtenues par cet auteur sont très supérieures à celles des auteurs précédents. En particulier, le lait main-

tenu à une température de 63° pendant 30 minutes donne la réaction du lait cru (anneau coloré). Il faut atteindre 65° pendant 10 minutes pour avoir une réaction négative.

* * *

Telle qu'elle se présentait à la suite des travaux de SCHERN, GORLI, KOHN et KLEMM, la méthode présentait un inconvénient très grave : sa limite thermique se situait aux environs de 60°.

De sorte que, si on l'utilisait pour classer les laits en deux catégories (pasteurisés et crus), on pourrait désigner comme pasteurisés des laits qui auraient été chauffés seulement à 60° pendant 30 minutes, c'est-à-dire chauffés d'une façon nettement insuffisante, pouvant encore contenir des germes pathogènes.

Entre les mains de TAPERNOUX, la méthode montre une limite thermique différente et beaucoup plus intéressante.

On sait, en effet, que les idées concernant la limite inférieure de température à adopter en pasteurisation basse, ont quelque peu évolué ces dernières années.

Il n'y a pas très longtemps on définissait encore la pasteurisation basse : un chauffage à 63° maintenu 30 minutes. Un mouvement se dessine actuellement en faveur de l'adoption d'une température nettement plus élevée. Nous avons nous-mêmes montré que la température inférieure limite devrait être au moins égale à 65° si l'on prend comme test bactériologique d'une bonne pasteurisation la destruction du *bacterium coli*. Plusieurs travaux américains ont soutenu la même thèse et nous connaissons des exploitations laitières sérieuses où la pasteurisation à 63° a été remplacée par la pasteurisation basse à 65°. Cette température donne une garantie certaine de la destruction des germes pathogènes et permet des contrôles bactériologiques faciles et rapides en s'adressant au colibacille.

La technique de Tapernoux permet de classer parmi les laits non pasteurisés, ceux qui n'ont été chauffés qu'à 63° pendant 30 minutes, et c'est heureux.

Malheureusement elle classe comme pasteurisés, des laits qui auront été chauffés seulement 10 minutes à 65°, ce qui est encore insuffisant. On sait en effet que si la température de 63° est trop basse, celle de 65,5-66° est *nécessaire*. Mais la durée de pasteurisation basse, même à cette température, doit être maintenue au moins égale à 20 minutes.

Nous avons rencontré des races de *coli* qui résistent 10 minutes à 65° et pour lesquelles il faut atteindre 65°5 pendant 20-30 minutes. Plusieurs auteurs américains ont exposé des faits analogues et, pour AYERS et JOHNSON en particulier, la pasteurisation basse devrait

être un chauffage de 30 minutes à une température d'au moins 65°5.

Nos recherches dans ce domaine nous ont fait entièrement épouser la manière de voir de la nouvelle école américaine.

Si on adopte ce point de vue, le contrôle de la pasteurisation basse par la technique Tapernoux sera un peu en dehors de la limite thermique exigée. On peut évidemment affirmer que tous les microbes pathogènes courants sont détruits à 65° (la preuve en a été donnée depuis longtemps), mais si on désire conserver une marge de sécurité suffisante et si, d'autre part, on veut garder comme test de la pasteurisation à la sortie des appareils, la recherche du colibacille, il faut accepter de monter *au moins* à 65°5 pendant *au moins* 20 minutes.

D'ailleurs, le fait que SCHEER et GORLI, ou plutôt KOHN et KLEMM fixent des limites thermiques de la réaction différentes de celles de TAPERNOUX, nous montre que ces limites tiennent peut-être à assez peu de chose et qu'il y a lieu de fixer avec une grande précision la composition du réactif ou la manière de la préparer.

Pour toutes ces raisons nous avons estimé nécessaire :

1° D'essayer de fixer un réactif et une technique qui donnent à coup sûr des résultats constants.

2° D'essayer de relever encore un peu la limite thermique de la réaction de Tapernoux en la fixant au voisinage de 66° pour une durée de maintien d'au moins 20 minutes.

3° D'étudier l'influence, sur la réaction, de diverses circonstances pouvant intéresser le lait (présence d'antiseptiques, fraudes par mouillage, écrémage, acidification du lait, etc.).

* * *

Une étude attentive de la réaction de Schern-Gorli nous a donc amenés à penser que les résultats peuvent être différents suivant la nature chimique et l'état physique des poudres utilisées. Si, comme il est de plus en plus probable, à la suite des travaux de KOHN, KLEMM et TAPERNOUX, ce sont les globules gras qui sont les agents de la réaction et s'il s'agit d'une adsorption des particules solides par ces globules, il est possible de prévoir que cette propriété, pour une même température, doit être modifiée de façon différente pour des suspensions de nature différente.

L'expérience a confirmé cette prévision.

À la suite d'une série d'essais systématiques, nous sommes parvenus à préparer une suspension qui donne, pour la formation de l'anneau coloré dans le lait, une limite thermique de 66-67°, c'est-à-dire très légèrement supérieure à celle qui tend à être adoptée de plus en plus pour la pasteurisation basse. Cette suspension est à base

d'indigo synthétique. Elle doit être préparée dans certaines conditions bien définies. Nous avons également diminué la quantité de suspension à employer dans la pratique de la réaction elle-même.

Voici la technique que nous avons fixée :

1. Préparation de la suspension d'indigo.

Indigo synthétique	1 gr.
Caséine.....	1 gr.
Eau	100 cm ³

Dissoudre la caséine (finement pulvérisée) dans quelques centimètres cubes de soude N/10 (de manière que cette solution devienne alcaline à la phtaléine) ; compléter à 100 cm³ avec de l'eau. Broyer l'indigo avec une partie de cette solution pour réaliser une pâte homogène que l'on étend peu à peu avec le reste du caséinate sodique. Filtrer sur coton. Un examen microscopique ne doit révéler dans le filtrat que des particules de l'ordre de quelques μ .

Finalement, ajouter 5 cm³ de phénol à 5%.

Remarque. — On peut se dispenser de préparer cette suspension en utilisant de l'indigo Lefranc broyé pour la gouache. On pèsera 4 gr. de cette pâte que l'on étendra à 100 cm³ avec de l'eau. Cette préparation contient déjà un colloïde protecteur et dispense de faire appel au caséinate de soude.

2. Technique de la réaction.

Dans un tube à essai (de petit diamètre de préférence) introduire 5 cm³ du lait à examiner et 2 gouttes de la suspension précédente. Agiter puis abandonner au repos. L'anneau apparaît au cours des deux heures suivantes. L'anneau formé est stable. On accélère fortement sa formation en portant les tubes à 30°. L'anneau est alors déjà nettement visible en une demi-heure.

* * *

APPLICATION DE LA MÉTHODE

1. Limite thermique de la réaction.

125 essais de pasteurisation ont été effectués sur des laits d'origines différentes à des températures comprises entre 60 et 70° maintenues 30 minutes.

Dans tous les cas, *sans aucune exception*, les laits chauffés à 60°, 61°, 62°, 63°, 64°, 65°, ont donné la même réaction que le lait cru, c'est-à-dire formation d'un anneau de crème nettement bleu.

Les laits chauffés à 67° pendant 30 minutes ont tous donné une réaction nettement négative : anneau blanc (à la surface du lait bleu).

Avec des laits chauffés à 66° on obtient très souvent une réaction négative (comme à 67°), mais parfois douteuse.

La limite thermique de la réaction est donc 66-67°.

2. Influence de la durée de pasteurisation.

Des laits ont été chauffés à 67° pendant 5, 10, 15, 20, 30 minutes. Pour 20 et 30 minutes la réaction est toujours nettement négative. Pour des temps inférieurs à 20 minutes, il se forme deux anneaux : un anneau bleu juxtaposé à l'anneau blanc.

Cette remarque pourrait peut-être trouver son application dans la pratique du contrôle.

Remarque. — Nous avons également expérimenté la méthode pendant des temps très courts. Jusqu'à 75° (avec une minute de chauffage) les laits donnent la réaction du lait cru, et d'autant moins nette qu'on se rapproche de 75°. Au-dessus de cette température, la réaction est négative. Donc, les pasteurisations hautes et de courte durée peuvent être contrôlées de la même manière par cette méthode.

3. Influence des mélanges de lait cru et de lait pasteurisé.

Ces mélanges donnent la réaction du lait cru, même lorsque le lait cru est nettement moins abondant que le lait pasteurisé.

Dans le cas de mélanges où le lait cru serait en très faible proportion la réaction permet encore de déceler la présence du lait cru. Ainsi dans un lait pasteurisé contenant 5% de lait cru, il se forme un anneau double : l'anneau blanc caractéristique du lait pasteurisé se forme d'abord à la partie supérieure, puis il apparaît, sous cette couche de crème, un second anneau, bleu, très fin, mais très net, qui correspond à la présence du lait cru.

Une mauvaise pasteurisation (température trop basse ou durée de maintien trop courte) conduit à des résultats identiques.

4. Influence du mouillage.

De légers mouillages, non susceptibles d'être décelés par un examen chimique rapide, n'influencent pas la réaction.

Des mouillages plus importants (de l'ordre de 10% et plus) font prendre au lait cru la réaction négative des laits pasteurisés. C'est là un inconvénient grave qui rend la méthode inapplicable dans le cas des laits nettement mouillés. Mais comme, d'autre part, des laits mouillés ne sont pas marchands et sont justiciables, entre autres choses, d'une surveillance particulière, la portée de cet inconvénient est relativement limitée. Il faut néanmoins en retenir que le contrôle de la pasteurisation devra toujours s'accompagner d'une détermination approximative du mouillage éventuel.

5. Influence de l'écémage.

La diminution du taux butyreux du lait n'influence pas la réaction au point de vue qualitatif. Elle retarde simplement l'apparition de l'anneau.

C'est ainsi que des laits amenés à 25 gr. de matière grasse, ne donnent un anneau nettement visible qu'après une heure à 30° (au lieu d'une demi-heure pour un lait normal).

Sur du lait totalement écrémé, la réaction ne se produit plus.

6. Influence des antiseptiques.

L'eau oxygénée n'influence pas les résultats même à raison de 2 pour mille.

Le bichromate ne modifie pas non plus la réaction. Au contraire, l'anneau est encore plus nettement visible avec les laits bichromatés. Cette remarque est fort intéressante pour l'étude des laits dont l'examen doit être différé, et qui, pour cette raison, doivent être nécessairement bichromatés.

Le formol, le trioxyméthylène n'apportent pas davantage de perturbations à la réaction.

7. Influence de l'acidification du lait.

Le contrôle de la pasteurisation s'applique exclusivement aux laits de vente consommables, c'est-à-dire non susceptibles de cailler à l'ébullition. Il est donc sans intérêt de se demander si la réaction fonctionne normalement sur des laits hyperacides ou, à plus forte raison, caillés.

Les laits courants perdent leur aptitude à bouillir sans coaguler, aux environs de 23, 24° Dornic.

Nous avons donc expérimenté surtout le cas des laits compris entre 17 et 24° Dornic et même jusqu'à 30° Dornic.

Aucune perturbation n'a été constatée dans le fonctionnement normal de la réaction, qui conserve son sens et son intensité quelle que soit l'acidité du lait cru ou pasteurisé essayé (jusqu'à 30° Dornic).

* * *

En résumé :

La réaction dite de l'anneau de Schern-Gorli, effectuée dans les conditions qui ont été décrites ci-dessus, permet de distinguer nettement les laits crus des laits pasteurisés pendant 20 minutes à 66-67° ou au-dessus.

Les laits pasteurisés donnent un anneau de crème blanc (au-dessus du lait bleu clair) alors que les laits crus donnent un anneau de crème bleu foncé (au-dessus du lait bleu clair).

La réaction obtenue est la même avec des pasteurisations supé-

rieures à 75° avec une minute de chauffage et encore la même avec des pasteurisations hautes instantanées.

Si on admet comme limite inférieure de pasteurisation basse, la température de 66-67° avec une durée de maintien de 20 minutes, on peut dire que cette réaction permet d'identifier tous les laits pasteurisés par les méthodes classiques de pasteurisation haute ou basse. Les pasteurisations insuffisantes (températures inférieures à 66°, ou durées de maintien inférieures à 20 minutes à cette température), les mélanges de laits crus et de laits pasteurisés, sont décelés par la formation de deux anneaux superposés (bleu et blanc).

L'acidité du lait, la présence d'antiseptiques, de forts écrémages (jusqu'à 30%) n'influencent pas les résultats de la réaction. Il en est de même de faibles mouillages (5% et au-dessous).

Mais pour des mouillages importants (10% et plus) la réaction est inapplicable. Il conviendra donc, dans tous les cas, de s'assurer que le lait n'est pas nettement fraudé par mouillage pour pouvoir appliquer cette réaction. L'extrait dégraissé, calculé à l'aide de la densité et de la matière grasse, suffira à déterminer si le mouillage éventuel est supérieur à 5% et si le contrôle chimique de la pasteurisation peut être effectué.

BIBLIOGRAPHIE

- SCHERN et GORLI. *Archivos de la Sociedad de Biologia de Montevideo*, vol. V, n° 3, p. 246-49, 1930.
 SCHERN et GORLI. *Berliner Tierärztliche Wochenschrift*, 1930, n° 47, p. 893.
 SCHERN et GORLI. *Le Lait*, 1932, p. 17.
 KOHN et KLEMM. *Zeitschrift für Hygiene und Infektions-Krankheiten der Haustiere*, tome 39, cahier 1/2.
 KOHN et KLEMM. *Le Lait*, 1932, p. 19.
 TAPERNOUX (A.). *C. R. Soc. Biol.*, t. CXIV, n° 32, 16 octobre 1933, p. 649.

APPLICATION DES RAYONS X AUX RECHERCHES DE TECHNOLOGIE LAITIÈRE (1)

S. L. TUCKEY

H. A. RUEHE

Division de Laiterie de l'Université de l'Illinois, Urbana (E.-U.)

et

G. L. CLARK

Division de Chimie de ladite Université.

INTRODUCTION CONCERNANT LES PROPRIÉTÉS DES RAYONS X

Les rayons X ont été découverts par ROENTGEN en 1895 pendant ses expériences avec les rayons cathodiques ou courants d'électrons

(1) Communiqué par l'auteur le 26 mai 1934.