s'opposer systématiquement à l'exploitation, éventuellement bénéfique, d'une nouvelle source d'énergie.

Une conduite raisonnable nous paraît avoir été tenue par l'énoncé récent (1) des « Renseignements à fournir, à l'appui d'une demande d'autorisation de détenir des substances radioactives en vue d'un traitement de matières alimentaires par les rayons ionisants ».

C'est, en effet, là, une précaution initiale, dans l'intérêt de la collectivité, tout autant que dans celui des industriels intéressés par le problème maintenant posé.

Ces renseignements se rapportent à toutes désignations et précisions utiles, relatives aux denrées traitées et au traitement appliqué, ainsi qu'à l'innocuité du procédé et même au bilan économique de l'opération, afin d'en apprécier l'opportunité.

Sans pouvoir nous étendre davantage, nous pensons avoir souligné sur le sujet capital, qu'est l'hygiène alimentaire, l'intérêt des « conditions préalables » auxquelles nous pourrions aisément opposer, quant à leur efficacité, des mesures présentement en vigueur, apparemment sévères et en vérité anodines, basées sur une répression toujours tardive et sans lendemain.

Si l'économie doit être développée, en profitant des données nouvelles, le consommateur a le droit de bénéficier de la part des Pouvoirs Publics, d'une sauvegarde appropriée, mais il convient, à cet effet, d'arrêter les mesures adéquates.

Ce n'est pas fatalement faire œuvre d'hygiéniste que de s'opposer au progrès, mais ce n'est pas non plus attenter à la liberté du commerce que de protéger efficacement la santé publique.

LACTODENSIMÈTRE DE PRÉCISION ÉTUDE ET RÉALISATION (2)

par

LUCETTE MARTELLI et P. NAVELLIER

Laboratoire Municipal de Paris

La densité est une caractéristique utilisée depuis longtemps pour l'appréciation sommaire de la qualité du lait : abaissée par le mouillage, sa valeur est en revanche augmentée si le lait est écrémé.

(1) Texte élaboré par une Commission d'étude présidée par M. le professeur Terroine. *Annales de la Nutrition et de l'Alimentation*, 1960, **14**, n° 5, 71.

(2) *Ann. Fals. et Expert. ch.* 1961, **629**, 239.

Il était donc logique de rechercher, en vue de l'analyse rapide du lait, les relations qui peuvent exister entre sa densité et ses teneurs en matière grasse et en matière sèche. Il n'entre pas dans notre projet de discuter ni même d'exposer ces relations numériques, qui ont fait l'objet de nombreuses études, notamment par J. PIEN et G. MAURICE [7], R. VUILLAUME [8], J. PIEN [6], etc...

Très récemment, B. L. HERRINGTON [3] d'une part, R. E. ERB, U. S. ASHWORTH et L. J. MANUS [2] d'autre part, ont mis en doute l'intérêt présenté par la détermination précise de la densité du lait en vue du calcul de la matière sèche, puisque, selon ces auteurs, des laits dont le taux de matière sèche est identique peuvent avoir des densités différentes si le rapport lactose/protéines est différent. Mais ces observations paraissent basées sur des considérations théoriques et sur des mesures de densités dont la précision ne dépasse pas la 3^e décimale : à notre avis, il semble intéressant de disposer d'un moyen de mesure plus précis, qui permette l'étude expérimentale de l'influence de ce rapport sur la densité, et par suite l'extension de notre connaissance des caractéristiques du lait.

Enfin, les méthodes de détermination de la matière sèche et de la matière grasse sont susceptibles d'être modifiées, et par suite de fournir des résultats quelque peu différents de ceux que l'on considère actuellement dans les calculs. La discussion de ces problèmes étant réservée, nous prendrons simplement comme exemple de formule de calcul celle proposée par FLEISHMAN, (d'après J. PIEN loc. cit.), destinée à calculer la matière sèche d'un lait, connaissant sa densité et sa matière grasse :

$$E = 2\,665,6 (D_{15} - 1) + 1,248 B$$

où :

E désigne la teneur en matière sèche totale d'un litre de lait.

D_{15} désigne la densité relative du lait à 15°C.

B désigne la teneur en matière grasse d'un litre de lait.

Les coefficients de cette formule devront subir de légères retouches si, comme il est probable, la température de la mesure est portée de 15° à 20°C, et si la détermination de la masse volumique (masse d'un litre de lait à t°) remplace celle de la densité relative (rapport des masses d'un même volume de lait et d'eau à t°). En attendant que les spécialistes aient quelque peu rectifié la formule de FLEISHMAN, nous pouvons observer que, en appliquant les coefficients ci-dessus, une incertitude de $\pm 0,001$ sur la densité entraîne, sur la matière sèche calculée, une incertitude de $\pm 2,6$ g au litre ; il faut connaître la densité à $\pm 0,0001$ près pour réduire cette

incertitude à $\pm 0,26$ g/l. Ces valeurs ne seront certainement pas sensiblement modifiées lorsque la nouvelle formule envisagée sera mise en pratique. Il importe donc, si l'on veut calculer la matière sèche avec une approximation suffisante, (incertitude ne dépassant pas 1 g au litre), de chercher à déterminer, soit la quatrième décimale de la densité relative, soit la première décimale de la masse volumique (1), c'est-à-dire cinq chiffres caractéristiques.

Or, sur la plupart des lactodensimètres, les graduations marquées n'indiquent que la troisième décimale (0,001), ou tout au plus 0,0005: l'unité de la quatrième décimale ne peut donc être évaluée que par une interpolation hasardeuse.

I — INFLUENCE DES PROPRIÉTÉS PARTICULIÈRES DU LAIT

Avant d'exposer nos recherches en vue de la détermination pratique de la densité à 0,0001 près, il ne faut pas perdre de vue que le lait n'est ni un corps pur, ni une solution, mais une émulsion de matière grasse dans une solution colloïdale de protéines, elles-mêmes dispersées au sein d'une solution vraie de lactose, d'acides organiques et de sels. Non seulement le lait est éminemment altérable sous l'effet de processus biochimiques (actions enzymatiques, réactions dues au métabolisme de microorganismes), mais il est le siège de mouvements internes résultant notamment de la remontée des globules de matière grasse, remontée que l'on peut entraver en homogénéisant le lait, c'est-à-dire en fractionnant ces globules en gouttelettes plus petites, dont la force ascensionnelle est moindre. En vue des manipulations analytiques, l'homogénéité de l'échantillon doit être améliorée. On peut par exemple utiliser la technique que nous avons proposée antérieurement [4]. La remontée de la matière grasse tend, dans le lait au repos, à modifier la composition et la densité des couches plus ou moins profondes du liquide, ainsi que sa tension superficielle.

(1) L'unité de masse volumique est le kilogramme par mètre cube, masse volumique d'un corps dont la masse est de 1 kg et le volume de 1 m³. (Définition du Système international S. I., d'après le décret n° 61-501 du 3 mai 1961, *J. O.* du 20 mai 1961).

Si la densité $\frac{20}{4}$ d'un lait est 1,0325, sa masse volumique est 1 032,5.

Toutefois cette définition n'a pas encore été adoptée par la Conférence générale des Poids et Mesures. Il se peut que l'unité finalement choisie soit le g/cm³ ou bien le g/ml, dont les valeurs diffèrent de 27×10^{-6} . Cette différence, sans influence pratique sur les mesures, doit cependant être prise en considération pour l'étalonnage des instruments de mesure.

En outre, la densité et la tension superficielles (1) sont influencées par l'état physique de la matière grasse. Si le lait a été amené directement de la température d'émission à celle de la mesure (15 ou 20°C), la matière grasse demeure liquide, en surfusion. Mais si, pour assurer sa conservation, le lait a été maintenu quelque temps à basse température (entre 0 et 10° C), une partie au moins de la matière grasse est à l'état solide, et ses propriétés physiques sont modifiées. Pour les rétablir, un tel lait doit être chauffé vers 40° C, et, après fusion de la matière grasse, homogénéisé, puis refroidi jusqu'à la température de la mesure.

Le lait ne peut donc pas être considéré comme un liquide homogène et stable, et les règles que l'on doit habituellement respecter lorsque l'on effectue des mesures physiques sur un liquide peuvent ne pas convenir à ce cas particulier : les recommandations du comité ISO/TC 48, concernant les aréomètres en général, ne lui sont donc pas applicables sans modifications.

II — RÉALISATION DE LA MESURE

A. — Méthodes de référence

En vue de la recherche d'une méthode pratique de mesure, il faut d'abord définir la grandeur à mesurer, et les méthodes de références qui serviront à étalonner et à contrôler la méthode pratique.

1° Définition de la grandeur à mesurer.

Les discussions relatives à cette définition sortent du cadre de notre exposé. Il est cependant nécessaire d'indiquer qu'au début de notre étude nous avons considéré, conformément aux dispositions de la méthode officielle alors en vigueur, la densité relative à 15°C. Au cours des travaux de la commission du C.N.E.R.N.A. il a été jugé préférable d'adopter la définition suivante, qui figure dans les nouvelles méthodes officielles françaises [1], ainsi que dans les méthodes normalisées [5] :

« La densité du lait ($D \frac{20}{20}$) est exprimée par le rapport des masses

(1) La tension superficielle influe notablement sur la lecture d'un aréomètre. Nous nous sommes efforcés de préparer les échantillons de manière à la maintenir sensiblement constante au cours de nos essais. Sa valeur moyenne pour le lait de vache serait d'environ 45 dynes/cm, mais des études complémentaires sont nécessaires pour déterminer ses variations sous l'influence des divers facteurs biologiques et technologiques.

d'un même volume de lait et d'eau à 20°C ». C'est cette densité que nous avons prise en considération pour établir le lactodensimètre décrit plus loin.

Actuellement, dans un souci d'unification internationale, on tend à choisir la mesure de la masse volumique.

Ces diverses expressions de la densité ne sont pas concordantes en ce qui concerne la quatrième décimale, que nous cherchons à déterminer : il faudra donc attendre qu'une décision soit prise à ce sujet avant que l'on puisse établir exactement les caractéristiques de l'échelle graduée de l'instrument. Mais ses caractéristiques générales de construction (dimensions, forme, masse) n'auront pas, pour autant, besoin d'être modifiées : les observations effectuées dans le passé en considérant les densités $D \frac{15}{15}$ ou $D \frac{20}{20}$ demeurent

valables, et nous décrirons nos essais tels qu'ils ont été réalisés (1).

Ces essais n'avaient pas pour objet de comparer la valeur intrinsèque des méthodes considérées, (répercussions, sur la dispersion des résultats, des causes d'erreurs habituelles portant sur les pesées, températures, mesures de volumes etc...), mais surtout d'étudier les causes d'erreur inhérentes aux propriétés particulières du lait. C'est donc avant tout un travail d'observation et d'expérimentation que nous présentons : nos conclusions diffèrent de celles qui résultent de l'étude théorique ou pratique des liquides homogènes, et parfois s'y opposent.

2° Méthode de référence à la balance hydrostatique.

Pour effectuer des mesures rigoureuses, il est recommandé d'utiliser des balances munies de plongeurs volumineux, immergés dans des bacs thermostatiques : nous ne disposons pas de tels appareils. En outre, pour les raisons exposées plus haut, on ne peut guère songer à maintenir longtemps un grand volume de lait en équilibre thermique, et convenablement homogène. Notre balance hydrostatique est sensible à 0,1 mg. Un plongeur cylindrique en verre, d'un volume de 10 cm³ environ, est suspendu au fléau au moyen d'un fin fil en platine. Celui-ci est immergé de 1 cm environ, au cours des mesures. L'éprouvette contenant le liquide est disposée dans un bain d'eau formant thermostat.

a) *Influence de la durée de la mesure.* Il est classique de dire que la rapide remontée de la matière grasse du lait provoque promptement

(1) Au cours de ce travail, nous avons bénéficié de la précieuse collaboration du Dr Alfonso Parlato Pajno, qui était alors en stage dans notre Laboratoire. Nous tenons à lui exprimer notre sincère reconnaissance.

ment un déplacement de la panse des densimètres. Nous avons examiné l'influence éventuelle de ce phénomène sur le plongeur hydrostatique.

Pour cela, nous avons d'abord déterminé la poussée exercée sur le plongeur par immersion dans l'eau distillée à 15°C. Puis, cette eau est remplacée par du lait soigneusement homogénéisé, maintenu à 15° C dans la cuve thermostatique. Les manipulations durent deux minutes environ depuis l'introduction du plongeur dans le lait jusqu'à la première pesée. Les pesées sont répétées à plusieurs reprises en remettant, après chacune d'elles, la balance à la position de repos, mais sans agiter sensiblement le lait en expérience.

Les densités ainsi calculées sont les densités relatives $D \frac{15}{15}$ sans correction de la poussée de l'air. (Tableau I).

TABLEAU I
DISPERSION DES RÉSULTATS DES MESURES DE DENSITÉ
DU LAIT A LA BALANCE HYDROSTATIQUE
INFLUENCE DE LA DURÉE DE LA MESURE

Temps écoulé depuis la 1 ^{re} mesure	Densité d $\frac{15}{15}$ calculée		
	Lait A	Lait B	Lait C
0	1,0315	1,0327	1,0308
1 mn	1,0314	1,0327	
2 mn	1,0315	1,0327	
3 mn	1,0315	1,0327	
5 mn	1,0315	1,0327	
10 mn	1,0315	1,0326	
15 mn	1,0314	1,0326	
30 mn	1,0314	1,0326	1,0308
1 h	1,0314	1,0326	1,0308
1 h 30	1,0314	1,0326	1,0305
2 h	1,0313	1,0325	1,0305
2 h 30	1,0313	1,0325	1,0304
5 h		1,0324	1,0303
8 h		1,0319	
24 h			1,0318

Il résulte de l'examen de ce tableau que les écarts de densité ainsi observés ne deviennent sensibles qu'après une heure au moins d'immersion du plongeur (2 à 3 unités de la quatrième décimale);

après 24 h, le résultat est devenu complètement aberrant : le plongeur est alors englué d'une épaisse couche de matière grasse.

b) *Influence de la manipulation de l'échantillon.* Pour cet essai, plusieurs déterminations sont effectuées à la balance hydrostatique sur un même échantillon. Mais, après chaque mesure, le lait est reversé dans son flacon, et le matériel est nettoyé et remis en service comme si la mesure suivante devait être faite sur un échantillon différent. Dans ces conditions, les pesées sont effectuées toutes les 15 mn. (Tableau II).

TABLEAU II
DISPERSION DES RÉSULTATS DES MESURES DE DENSITÉ DU LAIT
A LA BALANCE HYDROSTATIQUE
INFLUENCE DE LA MANIPULATION DE L'ÉCHANTILLON

	Temps	Résultat $\cdot D \frac{15}{15}$ (Lait D)
1 ^o détermination	0	1,0325
2 ^o détermination	15 mn	1,0325
3 ^o détermination	30 mn	1,0325
4 ^o détermination	45 mn	1,0319
5 ^o détermination	1 h	1,0324
6 ^o détermination	1 h 15 mn	1,0324
7 ^o détermination	1 h 30 mn	1,0323

Les chiffres concordent de manière satisfaisante, sauf celui de la 45^e minute, nettement aberrant pour des motifs non élucidés (présence d'une bulle d'air ?)

3^o *Méthode de référence par pycnométrie.* La différence entre la masse spécifique de l'eau et celle du lait est faible et, l'homogénéité de ce produit étant difficile à réaliser parfaitement, nous avons utilisé des pycnomètres de grande capacité (100 ml) munis d'un thermomètre rodé gradué en dixièmes de degré, et d'un ajutage capillaire latéral. Le nettoyage d'un tube capillaire mouillé de lait est délicat à réaliser correctement. Nous avons utilisé le remplissage par affleurement. L'ajutage latéral de notre pycnomètre comporte un petit rodage mâle coiffé d'un bouchon creux dont la tête sphérique est percée d'un petit orifice à sa partie supérieure ; si une faible élévation de température provoque la dilatation du liquide dans le pycnomètre entre le moment du remplissage et celui de la pesée, le trop-plein s'échappe à l'intérieur du bouchon sans le soulever, et n'est pas perdu pour la pesée.

Le mode opératoire est le suivant :

La tare est réalisée au moyen d'un récipient de mêmes dimensions que le pycnomètre, garni de grenaille de plomb.

Le pycnomètre est d'abord taré à sec, puis rempli du liquide à peser, plus froid que la température de mesure choisie ; il est alors plongé dans un thermostat maintenu à cette température (15° ou 20°C) La température choisie étant atteinte, le liquide qui s'échappe par l'ajutage est essuyé au moyen de papier filtre, et la dernière gouttelette qui sourd est délicatement arasée avec la pulpe du doigt. Le bouchon latéral est alors mis en place, et le pycnomètre est retiré du bain. Quelles que soient les précautions prises pour sécher l'appareil avant la pesée, il est très difficile de réaliser ainsi des mesures fidèles, soit que l'appareil ait été échauffé, soit qu'il ait été mal séché. De meilleurs résultats sont obtenus en enveloppant l'appareil dans un mince sac étanche en polyéthylène avant de le plonger dans le bain thermostatique : l'essuyage est inutile, mais on n'évite pas toujours la condensation à sa surface de vapeur d'eau atmosphérique, surtout lorsque la température de mesure de 15°C est choisie. Il est préférable d'opérer dans un local dont l'atmosphère est à la température désirée.

Cet argument a été pris en considération par la suite pour fixer à 20°C la température de détermination de la densité par la méthode officielle.

Nous avons supposé que la méthode hydrostatique serait préférable à la méthode pycnométrique, car nous pensions que le lait écoulé par le trop-plein serait enrichi en matière grasse. L'expérience suivante a montré, au contraire, que les résultats pycnométriques sont les plus fidèlement reproductibles. Au cours des essais ci-après, les échantillons de lait sont, après chaque détermination, reversés dans leur flacon, et le matériel est nettoyé comme lors des essais à la balance hydrostatique. (Tableau III).

La méthode pycnométrique, telle que nous l'avons utilisée, nous a paru indiquer avec une approximation suffisante de valeur de la quatrième décimale de la densité relative à t°. Pour obtenir la masse volumique il y aurait lieu de remplacer, au dénominateur, la masse de l'eau à t° par le volume occupé par cette eau à t° et de multiplier le résultat par 1 000.

Cette méthode pycnométrique convient mal, toutefois, pour l'examen rapide de nombreux échantillons de lait. Nous l'avons utilisée pour étudier un lactodensimètre prototype de précision, puis pour réaliser et contrôler les appareils plus pratiques dérivés de ce prototype.

TABLEAU III
DISPERSION DES RÉSULTATS DES MESURES DE DENSITÉ DU LAIT
AU MOYEN DU PYCNOMÈTRE

Résultats des pesées successives (en g)	Lait E	Lait F
Pycnomètre vide :	67,5813	67,5810
	67,5811	67,5810
	67,5811	67,5811
	67,5812	67,5811
Pycnomètre rempli d'eau à 20°C :	166,0293	166,1155
	166,0298	166,1164
	166,0295	166,1138
	166,0295	166,1158
Pycnomètre rempli de lait à 20°C :	169,2270	169,3717
	169,2343	169,3687
	169,2475	169,3706
	169,2508	169,3910
	169,2282	169,3888

Valeurs de la densité relative $D \frac{15}{15}$:

(le calcul a été poussé jusqu'à la 5^e décimale, à seule fin de préciser la valeur réelle de la 4^e décimale).

a) Calculée à partir des valeurs extrêmes des masses d'eau et de lait :

$$\begin{array}{ll} \text{minimum : } \frac{101,6458}{98,4481} = 1,03248 & \frac{101,7876}{98,5353} = 1,03300 \\ \text{maximum : } \frac{101,6696}{98,4486} = 1,03272 & \frac{101,8099}{98,5327} = 1,03326 \end{array}$$

b) Calculée d'après les valeurs moyennes des masses d'eau et de lait :

$$\frac{101,6564}{98,4483} = 1,03259 \quad \frac{101,7971}{98,5343} = 1,03311$$

B. — Etude d'un prototype de lactodensimètre de précision

Nous avons d'abord fait établir un densimètre dont l'échelle couvrait les densités habituelles du lait de vache, et portait, pour la quatrième décimale, des divisions espacées d'un millimètre environ. La mise en œuvre de cet instrument volumineux nécessitait une éprouvette renfermant plus d'un litre de lait, plongée elle-même

dans un thermostat de dimensions suffisantes. La graduation de cet étalon a été réalisée d'après la moyenne de nos mesures pycnométriques sur divers échantillons. Pour obtenir des laits de densité faible, nous avons dilué avec de l'eau un lait de grand mélange. Pour obtenir les densités élevées, nous avons ajouté à ce lait du lait concentré non sucré.

Mode opératoire.

L'éprouvette contenant le lait présente un orifice plan (sans bec) et horizontal. Elle est disposée dans le thermostat, ainsi qu'un flacon contenant du lait de même origine. Le densimètre, soigneusement nettoyé, est plongé dans l'eau du thermostat, ainsi qu'un thermomètre au 1/10 de degré (à moins que l'on ne dispose d'un thermolactodensimètre). Quand l'équilibre de température est réalisé, le lait est agité en retournant doucement l'éprouvette à plusieurs reprises, en évitant autant que possible la formation de mousse. Après quelques instants de repos, les bulles d'air sont remontées à la surface.

Le densimètre, soigneusement essuyé avec un linge fin ou du papier Joseph, est plongé doucement dans le lait, dans l'axe de l'éprouvette, et animé d'un mouvement de rotation peu rapide. Le lait déborde, ce qui évacue la mousse, et, après quelques lentes oscillations, le densimètre s'immobilise. On lit la division affleurant au sommet du ménisque ; le chiffre obtenu est entaché d'une légère erreur par défaut, car du lait adhère à la tige au-dessus de la graduation et apporte une surcharge à l'instrument. Le densimètre est alors soulevé, et sa tige est essuyée. Un peu de lait du flacon est ajouté dans l'éprouvette pour assurer de nouveau le débordement à la mesure suivante. Puis, le densimètre est replongé dans l'éprouvette, jusqu'à environ la troisième division située au-dessous du chiffre lu précédemment ; il est lâché doucement, en lui imprimant un léger mouvement de rotation. A ce moment l'instrument descend légèrement au-dessous de sa position d'équilibre, avant d'atteindre celle-ci ; quand il s'est nettement immobilisé, lire la division affleurant au sommet du ménisque : c'est le chiffre cherché.

En répétant ces opérations, on retrouve le même résultat à une division de la quatrième décimale près, pour autant que le lait soit toujours assez homogène et que la température ne varie pas de plus de 0,2° C au cours des mesures.

Si l'on introduit très lentement dans le lait le densimètre propre et parfaitement sec, jusqu'à ce qu'il ne s'enfonce plus, le chiffre lu est entaché d'une erreur par excès : la tige se mouille mal, et le

défaut d'immersion peut atteindre 3 ou 4 divisions de la quatrième décimale. Il n'y a pas lieu de se hâter de faire la lecture. D'après les essais effectués avec le plongeur de la balance hydrostatique, il nous semble que la légère augmentation de la densité lue, que l'on observe après quelques instants, ne soit pas due à une remontée de l'instrument sous l'effet ascendant des globules de matière grasse, mais plutôt à un affaissement du ménisque le long de la tige, par écoulement ou par modification locale de la tension superficielle. Il est parfois délicat d'apprécier la limite de ce ménisque sur une tige blanche : nous proposerons plus loin une tige colorée. La lecture est plus rigoureuse si l'on place, derrière l'éprouvette, un miroir dans lequel on observe l'image du ménisque en coïncidence avec la vision directe de celui-ci : le plan qui coupe la graduation à lire est ainsi mieux défini. Les mesures effectuées dans ces conditions sont fidèles. Elles ne sont toutefois exactes que si l'instrument a été correctement étalonné avec des laits dont la densité a été préalablement déterminée par la méthode hydrostatique ou, de préférence, par pycnométrie. L'étalonnage de l'instrument au moyen de liquides homogènes, de densités connues, mais dont les propriétés physiques (notamment la tension superficielle) diffèrent de celles du lait, ne nous semble pas recommandable.

Au cours de tous les essais précédents, nous avons tenté de nous mettre à l'abri de causes d'erreurs dues à des variations spontanées de la densité du lait : tous les échantillons utilisés étaient des laits standards du commerce, frais ou formolés, non sensiblement altérés, préalablement réchauffés à 40°C (au-dessus du point de fusion de la matière grasse), homogénéisés mécaniquement sans inclusion d'air et, depuis plusieurs heures, en équilibre thermique à la température de mesure (20°C).

← *Thermolactodensimètre Martelli-Navellier (figure ci-contre)*

Cet instrument permet la lecture directe de la quatrième décimale de la densité du lait.

La tige qui porte l'échelle densimétrique est graduée en chiffres jusqu'à la troisième décimale. La quatrième est définie par des anneaux alternativement blancs et colorés. Les couleurs conventionnelles choisies et l'ordre adopté facilitent la lecture, sans ambiguïté, du niveau d'affleurement du haut du ménisque sur l'échelle.

Pour la représentation graphique de ces couleurs, nous nous sommes conformés aux règles héraldiques concernant les « émaux et métaux » des blasons : hachures verticales pour le rouge (gueules), obliques pour le vert (sinople) et le violet (pourpre), pointillé pour le jaune (or), et hachures horizontales pour le bleu (azur).

Bien des doutes émis au sujet de la reproductibilité de la détermination de la densité précise du lait ont pour origine l'inobservation de ces conditions nécessaires.

C. — Réalisation d'un lactodensimètre de précision et de l'éprouvette correspondante

Les études exposées ci-dessus avaient abouti à la construction d'un lactodensimètre étalon, permettant la lecture directe de la quatrième décimale. A partir de cet instrument encombrant et inconfortable, nous avons cherché à concevoir et à réaliser un instrument pratique. Nous indiquerons maintenant les exigences auxquelles, selon nous, il y a lieu de satisfaire, et les solutions que nous proposons :

1° *Choix de la grandeur à mesurer.*

Au cours de notre étude, nous avons dû considérer successivement la densité relative à 15°C, la densité relative à 20°C (méthodes officielles françaises de 1954) et la masse volumique à 20°C. D'autres suggestions ont été faites : nous nous rallierons au choix qui sera fait par les assemblées compétentes, et nous souhaitons qu'il soit ratifié officiellement par les divers pays intéressés, de manière à ne pas faire entreprendre la construction d'instruments de mesure destinés à être rapidement périmés.

2° *Méthode pratique de référence pour l'étalonnage et le contrôle de l'instrument.*

Notre préférence va à la méthode pycnométrique décrite plus haut. La méthode hydrostatique peut également convenir. L'emploi de liquides d'étalonnage, de masse volumique connue, ne nous paraît acceptable que sous les conditions suivantes :

a) Ces liquides doivent présenter une tension superficielle voisine de celle du lait ;

b) Il faut disposer d'un choix suffisant de liquides pour vérifier au moins deux points de l'échelle de chaque instrument ;

c) Il serait souhaitable que ces liquides puissent se conserver sans s'altérer, soit par concentration ou dilution, soit sous l'action de micro-organismes. Si cette dernière condition n'est pas remplie, l'emploi de laits frais comme liquides de référence nous paraît préférable ;

Ces méthodes de référence, indispensables pour la construction des instruments, doivent aussi servir à leur contrôle périodique (l'exactitude d'un aéromètre peut évoluer par usure de l'instrument ou par modification spontanée du volume du flotteur) et aussi à établir des fiches de contrôle. En effet, des causes minimes peuvent influencer la lecture de la quatrième décimale, même si à l'origine l'échelle a été correctement établie et placée : la gravure d'indications sur l'instrument, si elle a eu lieu après l'étalonnage, ou l'expulsion d'air chaud au moment de la fermeture, peuvent modifier quelque peu la masse de l'instrument, donc les indications qu'il fournit. Pour ne pas mettre en service des lactodensimètres incorrects, ni en rejeter une proportion notable, il nous paraît nécessaire d'accompagner chacun d'eux d'une fiche de contrôle, mentionnant le numéro d'ordre de l'instrument, sa masse en milligrammes, et les corrections de lecture éventuellement nécessaires.

3° *Lecture de la température.*

Une variation de 1°C modifie la masse volumique du lait d'environ 0,0002 au moment de la mesure densimétrique ; la température doit être parfaitement stabilisée dans l'ensemble lait-éprouvette-densimètre et connue avec une approximation suffisante. L'emploi d'un bain thermostatique est recommandé si la température du laboratoire s'écarte sensiblement de celle choisie pour la mesure, car il y a intérêt à réduire les corrections, toujours aléatoires. Pour déterminer la température, un thermomètre, indépendant peut être introduit dans l'éprouvette : cette solution simple nous semble très critiquable dans le cas présent :

a) Si le thermomètre est retiré du liquide avant l'introduction du lactodensimètre, la température de la mesure peut être différente de celle qui a été lue, notamment si le lactodensimètre n'est pas rigoureusement lui-même en équilibre thermique avec le lait. Cette cause d'erreur peut passer inaperçue ;

b) Si le thermomètre plonge dans le lait en même temps que le lactodensimètre, il faut disposer d'un large espace annulaire dans l'éprouvette, donc d'un échantillon copieux : cette condition, réalisée lors de l'étude de notre appareil étalon, ne l'est généralement pas dans la pratique. Si l'espace annulaire est étroit, on risque de freiner, par frottement contre le thermomètre, le libre mouvement du densimètre, et si l'on emploie une éprouvette à rainure, difficile à nettoyer, l'équilibre thermique est parfois aléatoire.

Nous préférons donc inclure le thermomètre dans l'instrument

(thermolactodensimètre). La disposition de l'échelle thermométrique à l'intérieur du flotteur, acceptable dans le cas des liquides transparents, est ici à rejeter : il faudrait alors pour lire la température, retirer l'appareil du lait, et l'essuyer, au risque de lire une température incorrecte. Si on le replonge pour un contrôle, le lait ne déborde plus de l'éprouvette, et de la mousse peut se former et perturber la mesure. Afin de rendre l'échelle thermométrique lisible à tous moments, il faut la disposer au-dessus de l'échelle densimétrique : ce sera donc, compte tenu des difficultés de la construction, une échelle sur plaquette. La faible incertitude sur l'exactitude de la mesure de température qui résulte de cette disposition nous paraît beaucoup moins préjudiciable au résultat final que les autres solutions envisagées ci-dessus. L'étendue de cette échelle sera de $+ 15^{\circ}\text{C}$ à $+ 25^{\circ}\text{C}$ si la température de mesure adoptée est 20°C . Elle permettra d'apprécier $0,5^{\circ}$ ou mieux $0,2^{\circ}$. Il est utile de prévoir, au sommet du capillaire du thermomètre, une olive de dilatation, pour éviter l'éclatement au cas où l'instrument serait soumis à une température sensiblement plus élevée que celle d'utilisation.

4^o Dimensions de l'instrument.

Des nécessités contradictoires doivent être ici conciliées :

a) Pour que l'instrument soit très sensible, le rapport :

$$\frac{\text{volume d'une division}}{\text{volume immergé}}$$
 doit être très petit,

b) Pour obtenir une bonne lecture, les divisions doivent être assez espacées ;

c) Pour laisser, à l'intérieur de la tige du densimètre, assez de place pour faire passer la tige du thermomètre et introduire ensuite l'échelle densimétrique, ce diamètre doit être suffisant ;

d) Le volume des échantillons de lait adressés aux laboratoires administratifs ou aux experts est en général 250 ml (soit un litre divisé en quatre échantillons). Après les opérations de transvasement et d'homogénéisation il ne reste guère que 220 à 230 ml. Cette constatation oblige à limiter le volume du flotteur ; or, les conditions b) et c) tendent à faire augmenter le volume d'une division et, pour respecter néanmoins les exigences de a), nous sommes amenés, pour ne pas trop réduire le flotteur, à concevoir une éprouvette appropriée pour la détermination de la densité du lait.

Nous indiquerons plus loin les dimensions qui, compte tenu de ces exigences, nous ont paru les meilleures. Disons de suite que nous avons dû répartir sur trois instruments l'étendue de l'échelle qui correspond aux densités à déterminer (1,0210 à 1,0400). Cette disposition raccourcit l'instrument et réduit le volume de lait nécessaire.

5^o Lecture de l'échelle densimétrique.

Avec un liquide opaque, la lecture à la base du ménisque est irréalisable. On peut, certes, lire au sommet du ménisque, et corriger d'une valeur arbitraire, considérée comme équivalente à la hauteur du ménisque, le chiffre lu. Il nous semble bien préférable de renoncer à cette complication pleine d'incertitude, et d'effectuer simplement la lecture au sommet du ménisque.

Pour y parvenir correctement, il faut :

a) Apprécier la limite supérieure du ménisque avec une précision correctement reproductible ;

b) Apprécier avec netteté la division correspondante de l'échelle densimétrique ;

c) Repérer sans erreur la valeur numérique de cette graduation.

On se trompe facilement d'une division lorsqu'il faut compter plusieurs traits jusqu'au premier repère situé au-dessus du niveau d'affleurement, les traits situés au-dessous étant invisibles.

Nous pensons avoir résolu les problèmes posés par cette lecture, tout en ramenant à une faible valeur (0,8 mm environ) l'écartement de traits, ce qui réduit d'autant le volume d'une division. La solution que nous proposons consiste à faire figurer sur l'échelle des anneaux colorés selon la convention suivante :

Les points de repère servant à l'étalonnage étant indiqués sur l'échelle, celle-ci est divisée au moyen de traits très fins, dont chacun représente la quatrième décimale de la densité à lire.

L'unité et les trois premières décimales (par exemple 1,028) de la densité la plus faible indiquée sur l'échelle de l'instrument considéré sont inscrites juste au-dessous du trait correspondant, en haut de l'échelle. Sur le reste de l'échelle, la deuxième et la troisième décimale seulement sont inscrites, tous les dix traits ; ceux-ci figurant la quatrième décimale. Les intervalles entre ces traits sont alors alternativement colorés, (sur au moins la moitié de la circonférence) et laissés en blanc. Nous avons choisi la répartition conventionnelle suivante des anneaux colorés ainsi constitués :

Intervalle compris entre les valeurs 0 et 1 de la 4^e décimale : anneau rouge

»	»	»	»	»	1 et 2	»	»	»	»	:	»	blanc
»	»	»	»	»	2 et 3	»	»	»	»	:	»	vert
»	»	»	»	»	3 et 4	»	»	»	»	:	»	blanc
»	»	»	»	»	4 et 5	»	»	»	»	:	»	violet
»	»	»	»	»	5 et 6	»	»	»	»	:	»	blanc
»	»	»	»	»	6 et 7	»	»	»	»	:	»	jaune
»	»	»	»	»	7 et 8	»	»	»	»	:	»	blanc
»	»	»	»	»	8 et 9	»	»	»	»	:	»	bleu
»	»	»	»	»	9 et 0	»	»	»	»	:	»	blanc

Les couleurs proposées et leur répartition sur l'échelle ont été choisies après plusieurs essais, car elles se distinguent sans ambiguïté des couleurs voisines.

Pour effectuer la lecture, on repère le niveau d'affleurement du sommet du ménisque par rapport à l'anneau coloré situé au-dessus ou au-dessous de celui-ci. L'apparence des teintes de référence vues par transparence à travers le ménisque permet d'en apprécier facilement la limite : c'est le point où la couleur ne semble plus pâlir par la blancheur du lait. Par exemple, « base du bleu » signifie 9, et « sommet du vert » signifie 2.

On peut faire figurer, sur une carte aide-mémoire, des bandes de mêmes couleurs que celles de l'échelle, avec, en regard, les valeurs numériques correspondantes de la quatrième décimale. La lecture de ce thermolactodensimètre est particulière, mais le mode opératoire recommandé est analogue à celui indiqué à propos de l'appareil étalon. Il est décrit en détail dans les méthodes officielles françaises [1] et dans les méthodes normalisées [5].

6° *Eprouvette pour l'utilisation du thermolactodensimètre.*

Ainsi que nous l'avons indiqué, l'instrument peut être utilisé avec une éprouvette quelconque, pourvu qu'elle possède un bord supérieur plan (sans bec) et horizontal, et que ses dimensions soient suffisantes. Mais lorsqu'il y a lieu d'utiliser au mieux un échantillon dont le volume est limité à 220 ou 230 ml, il faut disposer d'une éprouvette de dimensions appropriées, pour assurer à la fois le libre mouvement du densimètre, l'immersion totale éventuelle de sa graduation et le débordement indispensable du lait. L'éprouvette porte à cet effet un trait de jauge indiquant le niveau de remplissage convenable pour éviter un gaspillage excessif de l'échantillon. Il est avantageux de la munir d'une cuvette annulaire pour récupérer le lait de débordement, et éviter d'en souiller le bain thermostatique. Le pied peut être lesté par un anneau en plomb, ou de la

grenaille enfermée dans un double fond. Le pied et l'orifice doivent être plans, parallèles, perpendiculaires au corps de l'éprouvette. Celle-ci est de préférence en verre mince pour faciliter la mise en équilibre de la température du lait avec celle du thermostat.

7° *Caractéristiques du densimètre, (prévues par le document ISO/TC 90 doc 13).*

Etendue des échelles : Appareil A ... 1,0210 à 1,0290

Appareil B ... 1,0280 à 1,0350

Appareil C ... 1,0330 à 1,0400

Subdivisions g/ml : 0,0001

Température d'étalonnage : 20°C

Tension superficielle d'étalonnage : celle du lait utilisé à cet effet.

Niveau de référence : sommet du ménisque.

Tolérances : chaque appareil doit comporter une fiche de correction.

Longueur hors tout : 310 mm $\pm$ 10.

Distance du fond du réservoir au trait de graduation le plus haut de l'échelle : 230 à 240 mm

Longueur de l'échelle graduée : 60 à 65 mm

Distance entre le trait le plus haut de la graduation et l'extrémité supérieure de la tige : 80 mm

Longueur de la section de tige uniforme au-dessous du trait le plus bas : 2-3 mm

Épaisseur des traits de graduation : pratiquement nulle (anneaux colorés).

Espacement des traits de graduation : 0,8 mm

Diamètre extérieur de la tige : 3,3 à 3,5 mm

Diamètre extérieur du réservoir : 26 à 27 mm

Longueur de la partie de tige à section constante : 65 à 70 mm

Volume au-dessous du trait de graduation le plus bas de l'échelle : 68 ml

Masse totale : 65 à 68 g

Lest : le lest est constitué, de préférence, par du mercure ou, à défaut, par une charge convenablement immobilisée.

8° *Caractéristiques de l'éprouvette :*

Diamètre intérieur : 37 à 39 mm

Longueur interne du cylindre : 235 mm

Capacité totale : 250 à 280 ml

Distance entre le trait de jauge et le bord supérieur : 55 mm

Capacité jusqu'au trait de jauge : 190 à 215 ml

SUMMARY

It is useful, for the determination of the total solids of a milk, to know the fourth decimal of its specific gravity. Now, usually, this decimal is not shown on the commercial lactohydrometers; its determination is the aim of this work. The application to milk of hydrostatic and pycnometric reference methods is made clear. So tested milks are used to grade a precision lactohydrometer. This instrument and the corresponding cylinder are circumstantially described. This thermolactohydrometer is particularly characterized by a new scale fitted with colour rings intended to make easy the direct reading of the fourth decimal of the specific gravity.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Analyse physique et chimique du lait (Méthodes officielles) Tiré à part du *Journal Officiel de la République Française* du 23 avril 1954.
- [2] R. E. ERB, U. S. ASHWORTH et L. J. MANUS. *J. Dairy Sci.*, **43**, 1534-1537, 1960.
- [3] B. L. HERRINGTON. *J. Dairy Sci.*, **43**, 1521-1526. 1960.
- [4] L. MARTELLI, P. NAVELLIER et J. MONVOISIN. *Ann. Fals. Fraudes*, **45**, 101-108, 1952.
- [5] Méthodes d'essai du lait, *Documents AFNOR*, NF V 04-204.
- [6] J. PIEN. *Le lait*, **33**, 129-138 et 241-252, 1953.
- [7] J. PIEN et G. MAURICE. **18**, 582-610, 1938.
- [8] R. VUILLAUME. *Le lait*, **22**, 113-122, 1942.

LES VARIATIONS DE LA COMPOSITION MINÉRALE DU LAIT DE VACHE (1)

par

L. GUEGUEN et M. JOURNET

Avec la collaboration technique de Michelle LANGLOIS.

Service de Biochimie et de Nutrition et Station de Recherches
sur l'Elevage, Centre national de Recherches zootechniques,
Jouy-en-Josas (S.-et-O.)

La composition minérale du lait de vache a déjà fait l'objet de multiples travaux et ses variations sont assez bien connues. Toutefois, plusieurs facteurs de variation pouvant interférer, il a souvent été difficile de réunir des conditions expérimentales permettant de faire agir un seul facteur.

(1) *Ann. Biol. anim. Bioch. Biophys.*, 1961, **1** (3) 305-310.