

LE LAIT

REVUE GÉNÉRALE DES QUESTIONS LAITIÈRES



SOMMAIRE

Mémoires originaux :		Bibliographie analytique :	
G. FONTÈS et L. THIVOLLE. — Méthode de microdosage manganométrique du Lactose. Application au lait.....	81	1 ^o Les Livres.....	103
O.-F. HUNZIKER. — L'overrun...	91	2 ^o Journaux, Revues, Sociétés savantes.....	109
F. DRUGÉ — Deux petites recherches sur le lait.....	101	Bulletin Bibliographique...	140
		Documents et Informations	147
		O. LAXA. — Sur la production actuelle du fromage persillé...	147

MEMOIRES ORIGINAUX ⁽¹⁾

MÉTHODE DE MICRODOSAGE MANGANIMÉTRIQUE DU LACTOSE. APPLICATION AU LAIT.

par G. FONTÈS et L. THIVOLLE.

A la demande de M. le Professeur PORCHER, nous avons appliqué au dosage du lactose la microméthode manganométrique que nous avons récemment décrite pour le dosage du glucose (2).

A priori, ce travail n'était pas inutile. On se trouve fréquemment, en effet, en présence de quantités de lait trop faibles pour pouvoir être soumises à l'analyse selon les méthodes classiques. Or, nous avons pu abaisser à 1 cm³ et même à 1/10 et à 1/20 de cm³ la prise d'essai initiale et faire commodément des dosages sur le lait de petits animaux.

Le principe du microdosage manganométrique du lactose est identique à celui du glucose et repose, nous le rappelons, sur les faits suivants :

(1) Reproduction interdite sans indication de source.

(2) G. FONTÈS et L. THIVOLLE. — Méthode de microdosage manganométrique du glucose. Application au sang et au liquide céphalorachidien (*Bulletin de la Société de Chimie biologique*, 1921, T. III, n^o 5, pp. 226-237).

1° Le sous-oxyde de cuivre, formé par réduction d'une liqueur alcaline d'hydrate de cuivre (en particulier sous l'influence d'un sucre réducteur), est soluble dans une solution phosphorique, incolore, d'anhydride molybdique MoO_3 .

En même temps que s'opère la dissolution, se développe une couleur bleue intense due à des sous-oxydes de molybdène.

2° Cette couleur, d'intensité proportionnelle à la quantité de sous-oxyde de cuivre fournie par la réduction, disparaît progressivement et régulièrement, lorsqu'on lui ajoute, goutte à goutte, une solution étendue de permanganate de potassium, jusqu'à ce que l'adjonction d'une dernière goutte amène une décoloration complète toujours très facile à observer.

Il s'ensuit que la quantité de permanganate employée est à son tour exactement proportionnelle à la quantité de sous-oxyde formée.

3° Cette quantité de sous-oxyde de cuivre (donc de permanganate), dans certaines conditions précises, est enfin proportionnelle à la quantité de sucre réducteur mise en œuvre.

Pour doser une quantité inconnue de lactose, il suffira donc de déterminer le nombre de cm^3 de permanganate correspondant à cette quantité et de le rapporter au nombre de cm^3 de la même solution permanganique représentant une quantité connue de lactose (en l'espèce 1 mgr.), prise comme témoin et traitée simultanément dans des conditions rigoureusement identiques.

Ces conditions, décrites plus loin, et que nous avons essayé de rendre aussi pratiques que possible, devront toujours être très rigoureusement observées.

Après avoir donné la liste des réactifs nécessaires au dosage, nous envisagerons successivement le microdosage du lactose pur en solution aqueuse, puis le dosage du lactose dans le lait (cas de 1 cm^3 de lait, ou de 0 cm^3 , 1) et nous terminerons par quelques exemples de dosages sur le lait de lapine et de cobaye.

I. — Réactifs généraux.

En voici la liste (ces réactifs sont inaltérables) :

1. Liqueur cupro-tartrique alcaline.

A. Sulfate de cuivre cristallisé.	47 gr.,5
Acide sulfurique.....	2 cm^3 ,5
Eau, q. s. p.....	1000 cm^3

- B. Carbonate de soude anhydre 80 gr.
Ajouter: eau environ..... 200 cm³
Puis: acide tartrique..... 15 gr.

Après dissolution, compléter à 1000 cm³ avec de l'eau.

Pour l'usage, mélanger un volume de A et un volume de B. Porter le mélange à l'ébullition et l'y maintenir une minute. (Cette opération a pour effet une sorte de sensibilisation du réactif. Il se produit assez régulièrement une petite réduction absolument négligeable) (1).

On peut aussi utiliser un réactif préparé de la veille.

2. *Solution saturée de sulfate de magnésie* (dans un flacon compte-gouttes).

3. *Solution saturée de carbonate de soude* (dans un flacon compte-gouttes).

4. *Réactif molybdique phosphorique.*

- Molybdate d'ammoniaque..... 40 gr.
Lessive de soude (d=1,36)..... 60 cm³

Ajouter environ 100 cm³ d'eau et laisser à l'ébullition jusqu'à disparition complète de l'ammoniaque. Refroidir. Ajouter environ 200 cm³ d'eau puis :

- Acide phosphorique (d=1,36)... 200 cm³

Faire bouillir soigneusement environ 15 minutes. Refroidir. Compléter à 1000 cm³ avec de l'eau.

5. *Solution de permanganate de potassium à 0 g.,08 p. 1000* (2).

6. *Solution de lactose pur et anhydre à 1 p. 1000* (conservée sous toluène).

II. — Microdosage du lactose pur en solution aqueuse, quantités comprises entre 0 mgr.,1 et 2 mgr.,5.

1° *Description de la Technique.* — Voici la série des manipulations successives :

1° Choisir une grande broche en bon liège, la creuser aux extrémités de 2 diamètres perpendiculaires, de 4 demi-cylindres et l'entourer de 2 ou 3 tours de bande de caoutchouc. Disposer au centre de la broche un fil de fer assez long terminé par un petit anneau.

Choisir 4 tubes de centrifugeuse d'environ 12 cm. de hauteur et de 2 cm.,5 de diamètre. Ces tubes devront être incolores, d'épaisseur aussi semblable que possible et supporter sans transition la température de 120° (des tubes en Pyrex seront préférables).

(1) Les liqueurs fraîchement préparées sont de réduction plus difficile et on n'observe pas aussi régulièrement la proportionnalité.

(2) Correspond environ à une solution 1/400 N.

Enfoncer les 4 tubes dans les trous de la broche à des hauteurs égales. On a ainsi un appareil porte-tubes qui permet de les manipuler simultanément.

3 des tubes reçoivent des quantités différentes (mesurées à la micro-burette) de la solution de lactose à 1 p. 1000 (0 cm³, 1 ; 0 cm³, 2, etc.) et le 4^e tube 1 cm³ de la même solution (tube témoin).

Le contenu des 4 tubes est étendu à 2 cm³.

2° Ajouter à chaque tube 2 cm³ de liqueur cupro-tartrique. Mélanger.

3° Porter l'appareil des 4 tubes dans un bain de chlorure de calcium dont la température devra être comprise entre 120 et 125° et l'y laisser 6 minutes.

4° Sortir l'appareil du bain et ajouter à chaque tube, sans refroidir, 5 gouttes de la solution saturée de sulfate de magnésie, puis 4 gouttes de la solution saturée de carbonate de soude. Il se produit un abondant précipité de carbonate de magnésie. *Cette opération doit être aussi rapide que possible et ne pas durer plus d'une demi-minute.* Elle a pour avantage d'arrêter instantanément toute réduction progressive ultérieure et de maintenir en état de suspension aussi fine qu'au moment de sa production le précipité de sous-oxyde de cuivre apparu. Elle permet ensuite un lavage par centrifugation facile et sans perte de ce précipité, et enfin ultérieurement, sa dissolution complète et instantanée.

5° Replonger les tubes dans l'eau bouillante une minute.

Le précipité précédent est ainsi rendu plus lourd et plus compact et les tubes sont débarrassés du CaCl² qui les souillait extérieurement.

6° Remplir presque jusqu'au bord les 4 tubes avec de l'eau *bouillante* par l'intermédiaire d'un fort jet de pissette.

7° Centrifuger. En quelques instants le précipité est séparé de son eau de lavage.

8° Décanter un premier tube au moyen d'une pissette (procédé AMBARD) (1) et verser aussitôt dans ce tube 5 cm³ du réactif molybdique phosphorique mesurés à l'avance dans une petite éprouvette ou dans un tube à essai. Agiter.

Traiter ensuite identiquement et séparément chacun des autres tubes.

(1) L. AMBARD. — Modifications à la méthode de Bertrand pour rendre cette méthode applicable au dosage de petites quantités de glucose (*Bulletin de la Société de Chimie biologique*, 1920, t. II, p. 203).

Le précipité se dissout instantanément. La teinte bleue intense apparaît. Attendre au moins 5 minutes pour qu'elle ait atteint son maximum.

9° Dans chaque tube faire tomber goutte à goutte, d'une bonne burette graduée, la solution de permanganate de potasse. Aller seulement jusqu'à décoloration complète *sans atteindre la teinte rosée persistante*.

10° Faire le rapport entre le nombre de cm^3 versés dans chaque tube et dans le tube témoin. Ce rapport reproduit exactement celui des quantités de lactose réagissantes, comme le démontrent les chiffres suivants :

Lactose employé (en mgr.)	$\text{MnO}^4 \text{ K}$ versé (en cm^3)	Lactose calculé (en mgr.)
0,1	0,60	0,11
0,2	1,15	0,21
0,3	1,50	0,28
1,0 (témoin)	5,40	
0,4	2,30	0,38
0,5	3,10	0,49
0,6	3,75	0,60
1,0 (témoin)	6,25	
0,7	5,00	0,70
0,8	5,65	0,79
0,9	6,70	0,94
1,0 (témoin)	7,10	
1,1	7,40	1,06
1,2	8,65	1,24
1,3	9,15	1,33
1,0 (témoin)	6,85	
1,4	11,40	1,46
1,5	12,00	1,54
1,6	12,90	1,65
1,0 (témoin)	7,80	
1,7	13,70	1,76
1,8	14,20	1,82
1,9	15,20	1,95
1,0 (témoin)	8,80	
2,0	15,50	1,97
2,1	16,50	2,09
2,2	17,40	2,20
1,0 (témoin)	7,90	
2,3	17,95	2,33
2,4	18,95	2,46
2,5	20,60	2,68
1,0 (témoin)	7,70	

2° *Discussion de la Technique.* — Nous nous permettons d'attirer l'attention sur les points suivants :

A) *Alcalinité de la solution cupro-tartrique.* — Celle-ci doit, nécessairement, être produite par du carbonate de soude (1).

L'emploi de la liqueur de FEHLING classique, à la soude, permet, à la vérité, dans un temps moins long et à température plus basse, l'obtention d'une quantité plus abondante de sous-oxyde de cuivre (comparativement à la quantité fournie, pour les mêmes valeurs de lactose, par la liqueur cuprique carbonatée), comme en témoigne le tableau suivant, page 87.

Mais, comme on le voit, dans le cas de la liqueur de FEHLING à la soude, la proportionnalité n'existe plus. Au surplus, la réduction de l'hydrate de cuivre par le lactose est extrêmement sensible à une très faible altération de la nature de l'alcalinité. Il suffit de VI gouttes de lessive de soude ($d=1,36$) ajoutées à 100 cm³ de liqueur cuprique carbonatée (dont on n'emploie que 2 cm³) pour faire apparaître le même phénomène que ci-dessus.

Tout se passe donc comme si l'alcalinité fournie par le carbonate permettait une réduction plus régulière de la part du lactose. On devra l'utiliser exclusivement.

B) *Température du bain de réduction.* — Au cours de nos recherches précédentes sur le dosage du glucose, nous avons vu que le temps optimum de séjour des tubes dans l'eau bouillante était de 6 minutes.

(1) La nature de cette alcalinité était indispensable dans le cas du dosage du glucose dans le sang après défécation par l'acide tungstique.

Cet acide, en effet, n'élimine ni l'acide urique ni la créatinine ; mais ces substances, susceptibles d'amener une cause d'erreur avec l'emploi de la liqueur de FEHLING ordinaire, sont sans action sur la solution cuprique carbonatée. Nous avons soigneusement vérifié ce point déjà signalé par FOLIN et WU (1).

Dans le cas du lait, les corps réducteurs, autres que le sucre, sont en quantités pratiquement négligeables. De plus, comme nous l'indiquons plus loin, nous n'avons pu conserver l'acide tungstique comme agent de défécation et nous avons dû nous adresser au réactif de PATEIN qui élimine les corps en question.

Il était donc logique, *à priori*, d'essayer l'emploi du FEHLING classique à la soude.

(1) O. FOLIN et H. WU.— A system of blood analysis (*Journal of biological Chemistry*, 1919, t. XXXVIII, pp. 81-110).

Nous avons donc, malgré le pouvoir réducteur plus faible du lactose, commencé par employer le même procédé.

Lactose employé (en milligr.)	Nature de l'alcalinité	Tempéra- ture de réduction (degrés)	Temps de réduction (minutes)	MnO ⁴ K versé (cm ³)		Lactose calculé (mgr.)
				dans le témoin (1 mgr.)	dans le tube en expérience	
0,5	Soude	100°	4	11,4	7,7	0,675
0,5	Carbonate	120°	6	6,25	3,1	0,49
1,2	Soude	100°	4	11,0	11,9	1,08
1,2	Carbonate	120°	6	6,85	8,65	1,24
1,4	Soude	100°	4	11,0	14,6	1,33
1,4	Carbonate	122°	6	7,8	11,4	1,46
1,6	Soude	100°	4	11,0	14,8	1,35
1,6	Carbonate	122°	6	7,8	12,9	1,65

Dans ces conditions, les résultats étaient très bons du point de vue de la proportionnalité, comme le démontrent les chiffres suivants :

Lactose employé (mgr.)	MnO ⁴ K versé (cm ³)	Lactose calculé (mgr.)
0,5	1,45	0,52
1,5	4,20	1,50
2,0	5,60	2,00
1,0 (témoin)	2,80	

Mais le nombre de cm³ de permanganate employé nous a paru trop faible. Le dosage de quantités de lactose inférieures au mgr. aurait, en effet, nécessité l'emploi de la microburette, tandis que le dosage de quantités supérieures aurait exigé une burette ordinaire. Il aurait donc fallu faire, avant le dosage, une appréciation visuelle toujours très délicate, de l'intensité de la couleur bleue, pour savoir à laquelle des deux burettes s'adresser.

Nous avons alors essayé de prolonger jusqu'à 15 minutes le temps de séjour dans l'eau bouillante. Mais, dans ce cas, le gain en cm^3 de permanganate s'est montré minime (4 cm^3 pour 1 mgr. de lactose, au lieu de 2,8) et, de plus, la proportionnalité était considérablement altérée (jusqu'à 12 % d'erreur en plus).

C'est alors que nous avons eu l'idée d'employer une température de réduction plus élevée et que nous avons utilisé le *bain de chlorure de calcium en solution saturée qui permet d'obtenir une température égale ou supérieure à 120°*.

Nous insistons sur la nécessité de vérifier la température du bain avant d'y plonger les tubes en analyse.

Cette température de 120° est rigoureusement indispensable. Elle représente un minimum au-dessous duquel on ne peut descendre, tandis qu'il n'y a aucun inconvénient à employer des températures un peu plus élevées.

Le bain de chlorure de calcium, permettant une réduction régulière du lactose et partant, une bonne proportionnalité entre les quantités de permanganate versées, n'offre donc que des avantages.

C'est grâce à lui que nous avons pu établir le premier tableau dans lequel, sauf pour le chiffre le plus faible, l'erreur commise est constamment inférieure à 4 %.

De plus le dosage, nécessitant des quantités notables de permanganate, peut être effectué, pour toutes les valeurs de lactose comprises entre les limites prévues, par l'intermédiaire d'une seule bonne burette de 25 cm^3 .

On peut remarquer, dans le tableau de proportionnalité, que les nombres de cm^3 de permanganate afférant aux témoins, varient de $5 \text{ cm}^3,4$ à $7 \text{ cm}^3,9$. Cette variation tient à ce fait que les chiffres les plus bas ont été obtenus à 120°, les autres à une température légèrement supérieure.

C) *Choix de 2 mgr.,5 comme limite supérieure.* — Cette limite pouvait nous être imposée, *à priori*, par la quantité de cuivre présente dans les 2 cm^3 de liqueur cuprique initialement ajoutés au lactose.

La liqueur cuprique employée contient 17 gr.,5 de So^4Cu , $5 \text{ H}^2\text{O}$ pour 2 litres. 2 cm^3 de cette liqueur renferment donc 4 mgr.,4 de Cu, ce qui, en extrapolant les chiffres de G. BERTRAND, correspondrait sensiblement à 3 mgr. de lactose.

Ici, d'une part, les conditions d'alcalinité et de température ne

sont plus les mêmes et, d'autre part, au-delà de 2 mgr.,5 la proportionnalité s'altère considérablement.

Lactose employé (mgr.)	MnO ⁴ K versé (cm ³)	Lactose calculé (mgr.)
—	—	—
2,6	16,8	2,71
2,7	19,4	3,14
2,8	19,1	3,06
1,0 (témoin)	6,2	

En pratique, les limites adoptées (0 mgr.,1 et 2 mgr.,5) permettent le dosage du lactose dans tous les laits connus.

Il était donc inutile de modifier les conditions de l'expérience (par adjonction d'un supplément de cuivre, par exemple) pour essayer de dépasser la limite supérieure.

D) *Dilution*. — Tous les résultats du tableau de proportionnalité ont été obtenus avec 4 cm³ de liquide total (2 cm³ de liquide sucré et 2 cm³ de liqueur cuprique). C'est là une dilution optima analogue à celle que nous avons précédemment notée pour le glucose et qui est une des conditions nécessaires à l'obtention d'une bonne proportionnalité.

III. — Micro-dosage du lactose dans le lait.

§ 1. DOSAGE SUR 1 CM³ DE LAIT.

1^o) *Description de la technique*. — On devra procéder rigoureusement comme suit: mesurer très exactement 1 cm³ de lait. Employer pour cela une très bonne pipette à un trait et à écoulement intégral (nécessité de souffler dans la pipette pour en chasser la dernière goutte). Aspirer au minimum au-dessus du trait de jauge. Boucher l'extrémité supérieure de la pipette avec le doigt et l'incliner la pointe en l'air de façon à faire descendre de quelques millimètres la colonne mesurée. Essuyer très soigneusement cette pointe pour en éliminer le lait adhérent.

Introduire le cm³ ainsi mesuré dans un matras jaugé de 50 cm³. Rincer plusieurs fois la pipette à l'eau distillée jusqu'à disparition des dernières traces de lait adhérentes.

Réunir les eaux de lavage (5 à 10 cm³) au lait dans le matras jaugé.

Ajouter ensuite successivement : 1 cm³ de réactif de PATEIN et

DUFAU (modifié par DENIGÈS) (1) dilué au 1/50 (2), 1 goutte de lessive de soude de $d = 1,36$ diluée au 1/10, et 6 gouttes d'acide acétique glacial dilué au 1/10. Agiter. Compléter à 50 cm³. Homogénéiser le liquide.

Filtrer dans un récipient à fond large. Ajouter 15 à 20 fragments de tournure de cuivre non oxydée de 4 ou 5 cm. de long. Laisser en contact au moins une heure, en agitant de temps en temps, filtrer à nouveau.

Mettre dans un tube à centrifugeuse, suivant la teneur présumée en lactose du lait analysé, soit 1 cm³ exactement mesuré de filtrat additionné d'un cm³ d'eau distillée, soit 2 cm³ de ce filtrat.

Ajouter 2 cm³ de liqueur cuprique et poursuivre la série d'opérations décrites au sujet du dosage du lactose en solution aqueuse (toujours par comparaison avec 1 mgr. de lactose, soit 1 cm³ de la solution de lactose à 1 ‰ additionné de 1 cm³ d'eau distillée).

Si la prise d'essai est inférieure à 1 cm³ (0 cm³,6 ; 0 cm³,4 ; etc.), la suite des opérations est la même que ci-dessus sauf qu'il suffira pour obtenir la défécation de faire agir une quantité de réactif de PATEIN égale à la quantité de lait mise en œuvre.

2^o) *Discussion de la technique.* — A) *Mensuration.* — Le lait étant toujours visqueux, il en reste une partie très notable adhérente aux parois du verre.

Il est donc nécessaire de laver soigneusement la pipette et de ne pas souiller de lait, sur une grande étendue, l'intérieur du tube au-dessus du trait de jauge.

Quant au lait mesuré, il devra être aussi homogène que possible et ne pas renfermer de globules gras agglomérés en beurre.

(1) Formule du réactif : Dans une capsule de porcelaine introduire 160 cm³ d'acide azotique à 40°Be ($d = 1,39$) et y ajouter, peu à peu, 220 gr. d'oxyde rouge de mercure en poudre fine. Agiter jusqu'à disparition complète de tout grumeau, ajouter 160 cm³ d'eau et porter à l'ébullition.

Après dissolution complète de l'oxyde mercurique, faire refroidir en mettant la capsule à flotter sur de l'eau froide, puis ajouter, par mince filet, 40 cm³ de lessive de soude ($d = 1,33$) dilué au 1/4 en agitant constamment. Mettre le tout dans un matras jaugé d'un litre, y ajouter les eaux de lavage de la capsule. Agiter. Compléter au litre. Filtrer. Conserver le réactif en flacons rouges (G. DENIGÈS : *Précis de chimie analytique*, 5^e édition ; 1 vol., 1.155 p., Maloine, Edit., Paris. Voir p. 1.048).

(2) Dissoudre la louche mercuriel apparu par dilution, par adjonction d'une ou deux gouttes d'acide nitrique.

Il y a là une cause d'erreur évidente et qu'on ne peut se permettre en micro-analyse.

Il y aura toujours intérêt à s'adresser à un lait recueilli très récemment d'autant qu'une défécation rapprochée de la prise met obstacle à toute lactolyse.

L'OVERRUN,

par M. O.-F. HUNZIKER.

Ex-Professeur d'Industrie laitière à l'Université Purdue,
Ex-Chef du Département de la Laiterie à la Station expérimentale de l'Indiana,
Directeur de la fabrication et du Laboratoire de recherches
de la Blue Valley Creamery Co, à Chicago.

La question des rendements en beurrerie, dont l'importance est considérable, est assez complexe. C'est pourquoi, il nous a semblé qu'il pourrait être intéressant et utile de donner la traduction de ce chapitre; l'auteur, en effet, y envisage successivement, les différents facteurs qui influent sur la quantité de beurre qu'on peut faire, avec un lait de richesse en matière grasse connue.

Pour que la question soit complètement traitée, nous avons intercalé dans le texte quelques extraits d'autres chapitres, auxquels HUNZIKER se borne à renvoyer son lecteur.

Enfin, nous avons cru devoir indiquer les travaux qui, à notre connaissance, ont été publiés sur ce sujet. Très heureux d'aider les œuvres américaines à traverser l'Atlantique, nous pensons combler une lacune, en signalant des articles ou des ouvrages, qui, pour la plupart, n'ont, vraisemblablement pas eu la chance de faire cette traversée en sens inverse.

A. CHOLLET.

*
**

Définition. — Par « overrun », on entend la différence entre le poids de matière grasse baratté et le poids de beurre fabriqué. L'overrun est rendu possible parce que, en plus de la matière grasse, le beurre renferme des éléments non gras, comme l'eau, le sel, la caséine, et un peu de lactose, d'acide et de cendres,