

RÉACTIONS THERMODYNAMIQUES CHEZ LES POUDRES DE LAIT. LEUR EMPLOI POUR LE DOSAGE RAPIDE DE LEUR TENEUR EN EAU,

par MM. E.-A. HAUSER et H. HERING.

(1^{er} Mémoire).

Introduction.

Lors du *Congrès International de Laiterie*, à Syracuse, l'un de nous fit une très brève communication sur ce travail. Le présent Mémoire est la publication intégrale de nos résultats; les considérations théoriques ont été réduites au minimum indispensable pour la compréhension du sujet.

Ce Mémoire est le premier d'une série de travaux destinés à projeter un peu de lumière sur la nature colloïdale de la poudre de lait. Les essais ont été effectués au *Laboratoire de Recherches de la Société pour la dessiccation des matières brutes*, à Francfort-sur-le-Main.

CZERNY, dans un travail non encore publié, attire l'attention sur le fait que si l'on ajoute un peu d'eau à la poudre de lait (obtenue par dessiccation du lait en poudre obtenu par pulvérisation sous la forme de brouillard : Procédé KRAUSE), la température du mélange s'élève plus ou moins. Le but du présent travail est d'élucider les causes de ce phénomène et de rechercher ses relations avec la stabilité de la poudre de lait. Les expériences ont été effectuées avec l'appareil représenté par la figure 1.

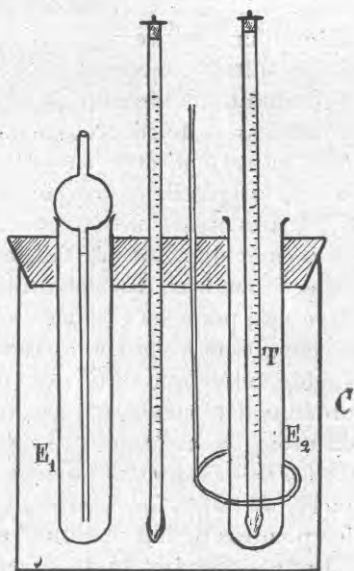


Fig. 1

Description de l'appareil.

Il se compose d'une cuve de verre C (capacité de 500 cm³ environ) fermée par un bouchon percé de 4 trous. Par les deux plus gros trous

passent deux éprouvettes d'une contenance approximative de 40 cm³, l'une, F₁, dans laquelle plonge une pipette avec un trait de jauge à 2 cm³, contient de l'eau distillée ; l'autre, F₂, dont le diamètre intérieur est de 2 cm. environ, est munie d'un thermomètre sensible T de 0° à 40° et recevra la poudre à examiner. Par les deux autres trous passent un thermomètre et un agitateur qui plongent dans la cuve remplie aux 3/4 avec une solution de carbonate de sodium.

Mode opératoire.

On verse dans l'éprouvette 5 gr. de poudre de lait, on introduit le thermomètre, puis on plonge l'éprouvette dans le bain. Lorsque les deux thermomètres marquent la même température, on verse dans l'éprouvette au moyen de la pipette 2 cm³ d'eau distillée, on brasse rapidement le mélange avec le thermomètre, jusqu'à ce que la poudre soit bien également humectée. Le maximum d'élévation de température est atteint en 20-30 secondes, il se maintient très peu de temps ; il faut donc suivre l'opération avec beaucoup d'attention. Afin d'avoir des résultats concordants, il est nécessaire de travailler toujours dans des conditions identiques.

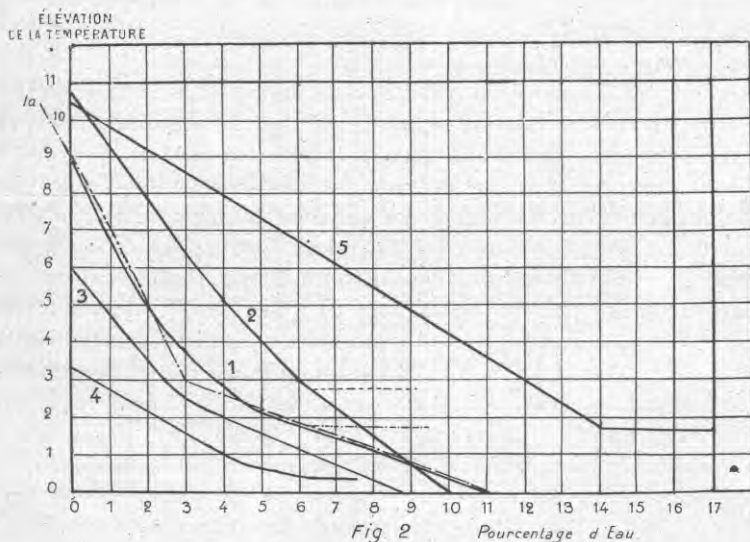
Des essais de contrôle nous ont montré que la chaleur de frottement (qui entre peut-être en jeu) est un facteur négligeable tant que la teneur originelle en eau de la poudre de lait n'est pas supérieure à 7 0/0. Les essais ont été effectués sur des poudres de lait de provenances et de modes de fabrication différents. Afin d'obtenir, à partir de ces poudres, des échantillons ayant les teneurs en eau les plus diverses, pour les essais en série, les poudres ont été desséchées dans l'exsiccateur à vide ou abandonnées dans l'exsiccateur à vide sur de l'acide sulfurique dilué dont on faisait varier la concentration, jusqu'à obtenir des poudres accusant une humidité correspondant à ces dilutions. Nous avons ainsi obtenu des poudres contenant de 0 à 13 0/0 d'eau. Les essais ont porté sur des poudres de lait, des poudres de sucre, de lait et de caséine obtenues selon le procédé KRAUSE et sur des poudres de lait obtenues par le procédé des cylindres.

Les courbes 1 et 1a montrent l'élévation de température observée avec une poudre de lait entier KRAUSE, pour des teneurs en eau comprises entre 0 à 11 0/0. La courbe 2 se rapporte à une poudre de lait écrémé KRAUSE, la courbe 3 représente une série d'essais avec une poudre de lait entier (procédé des cylindres), la courbe 4 correspond à une poudre de lait de cylindres défectueuse.

La courbe 5 représente les résultats obtenus avec une poudre de caséine KRAUSE (on a pris 2 gr., 5 de caséine pour 2 cm³ d'eau).

La courbe 5 représente (dans les limites d'erreur de la méthode)

approximativement une ligne droite. Il en résulte qu'avec ce produit, l'élévation de température doit correspondre à une réaction exothermique d'allure régulière. La seule réaction intervenant dans l'élévation de température doit donc être celle de la chaleur de gonflement de la caséine sèche. Des considérations purement théoriques prouveraient que cette courbe correspond à une caséine dont le pouvoir de gonflement n'a pas été modifié d'une façon appréciable. Lorsque la teneur en eau atteint 14 %, la droite fait un crochet brusque et l'élévation de température reste constante, alors même que la teneur en eau augmente.



On ne peut attribuer ce fait qu'à l'influence de la chaleur de frottement, sans accepter toutefois cette hypothèse d'une façon définitive. Ce phénomène fera du reste l'objet de recherches qui seront publiées ultérieurement.

La courbe 1 représente les résultats obtenus avec une poudre de lait entier KRAUSE; elle peut être divisée en 2 parties, la 1^{re} correspondant à des teneurs de 0 à 3 % d'eau, la 2^e de 3 à 11 % d'eau.

Si l'on choisit pour tracer la courbe des points éloignés, on obtient la courbe 1a formée approximativement de 2 droites dont l'intersection correspond à 3 % d'eau. Si l'on rapproche les intervalles, on obtient, en définitive, la courbe 1. Cette compensation de la courbe dans la région de 3 % repose sur la superposition de 3 réactions qui donnent à la courbe son allure générale. La 1^{re} partie de la courbe résulte de la somme des chaleurs de gonflement des colloïdes et

d'hydratation du sucre de lait contenus dans le lait (dans la poudre de lait KRAUSE fraîche, le sucre de lait est à l'état amorphe, comme anhydride ; il ne rétablit pas la lumière sous le microscope polarisant). La 2^e partie de la courbe représente la différence entre la chaleur de gonflement restante et celle de la réaction endothermique de dissolution des composants minéraux du lait. Si l'on compare cette courbe dans sa totalité, avec la courbe théorique (au sujet de laquelle nous reviendrons dans un prochain travail), il résulte que, dans la poudre de lait KRAUSE fraîche, l'état colloïdal est à peine modifié. Si on amène la poudre dans l'exsiccateur, à contenir plus de 6 % d'eau, il est nécessaire, pour l'étude irréprochable de la réaction, d'effectuer les essais 48 heures au moins après que la poudre a atteint la teneur en eau désirée (ce que la partie ponctuée de la courbe 1 montre). La cause de ce phénomène est vraisemblablement due au fait qu'il doit s'écouler un certain laps de temps pour que l'humidité prise par la poudre fortement absorbante puisse entrer en réaction.

Une bonne poudre de lait (obtenue par dessiccation du lait pulvérisé en brouillard), dont la teneur en eau est comprise entre 0 à 6 %, donne dans chaque cas, un effet thermique correspondant à sa teneur en eau ; il est indifférent que l'essai soit fait immédiatement ou après un laps de temps plus ou moins long. Si, par exemple, on amène dans l'exsiccateur une poudre de lait contenant 5 % d'eau, à n'en contenir plus que 3 %, on observe une élévation de température de 6°,5, c'est-à-dire l'effet thermique correspondant à l'humidité réelle. Mais, si on amène la poudre à contenir plus de 6 % d'eau, et qu'on effectue immédiatement la réaction, l'effet thermique observé correspond à la partie ponctuée de la courbe ; ce n'est que 48 heures après qu'on observera l'effet thermique correspondant à l'humidité réelle de la poudre. Si l'on enlève une partie de son eau à une pareille poudre, on n'observe plus l'élévation de température correspondant à l'humidité effectivement atteinte, mais une valeur intermédiaire entre l'humidité maximum atteinte et celle à laquelle la poudre avait été ramenée ; on peut ainsi chez une poudre de lait (obtenue par pulvérisation du lait en brouillard) qui a atteint une teneur en eau supérieure à 6 %, depuis 48 heures, déceler déjà des modifications de la faculté de gonflement des albuminoïdes.

La courbe 2 représente les résultats d'une série d'essais effectués sur une poudre de lait écrémé KRAUSE. On voit avec la plus grande netteté que la courbe est composée de deux lignes approximativement droites. Cette constatation, de même que l'élévation de température plus grande, reposent sur le fait que dans la poudre de lait écrémé, il y a une proportion de substances susceptibles d'influer sur la réaction, plus élevée que dans la poudre de lait entier, dans laquelle

la matière grasse joue un rôle d'une matière inerte diluante; de ce fait, l'intersection des deux droites se trouve à $5\frac{1}{2}\%$ d'eau. Si on amène la poudre à contenir plus de 6% d'eau, on observe les mêmes phénomènes décrits à propos de la courbe.

La courbe 3 montre le cours de la réaction avec une poudre de lait obtenue par dessiccation du lait, sur cylindres. L'élévation de température est notablement moins grande, ce qu'il faut attribuer au fait qu'il y a eu surchauffe partielle, qui a modifié le pouvoir de gonflement des colloïdes; le sucre de lait n'est du reste pas intégralement transformé en anhydride, ce que montre l'examen au microscope polarisant.

La courbe 4 est obtenue avec une poudre de lait (sur cylindres) dont tout le lactose est à l'état hydraté; les colloïdes ont subi des modifications profondes, leur chaleur de gonflement est beaucoup plus faible que dans la courbe 3. Il s'agissait d'une poudre obtenue par les procédés les plus anciens sur cylindres.

EMPLOI. — La méthode que nous venons de décrire et sur la théorie de laquelle nous reviendrons, rend possible, actuellement déjà, une détermination simple et rapide de l'état des composants colloïdaux dans la poudre de lait et permet de même un dosage rapide et élégant de l'humidité originelle de la poudre de lait. On a montré, il fallait s'y attendre, que l'allure générale de la courbe n'est pas modifiée par l'emploi des poudres de lait de même provenance et de même fabrication; il est donc possible en observant l'élévation de température, selon le mode opératoire décrit ci-dessus, de déduire l'humidité originelle de la poudre, par l'examen de la courbe et cela avec une erreur de $\pm 0,2\%$.

La courbe obtenue avec une poudre de lait quelconque, comparée avec la courbe théorique idéale, dont l'allure générale est celle de la courbe 1 peut servir à étudier l'état des particules colloïdales par l'examen préliminaire.

Le dosage de l'humidité ne peut être exact qui si la poudre à examiner n'est pas trop vieille et n'a pas subi avant l'expérience, des influences nuisibles pendant un trop long laps de temps. On pourrait se trouver en présence du cas suivant: La poudre ne contient que 3% d'eau d'après l'expérience préliminaire, et donne une élévation de température correspondant à une teneur en eau de 7% , par exemple. Cela pourrait être dû à un phénomène de vieillissement des colloïdes dans la poudre (préparée depuis plus de six mois), ou aussi à ce que la poudre ayant absorbé de l'eau antérieurement l'a perdue ultérieurement. L'état colloïdal du produit est modifié par la première absorption d'eau, et le phénomène n'est pas de nature réversible.

Les essais seront continués avec des appareils perfectionnés, avec un matériel de recherches plus étendu.

C'est pour nous un agréable devoir de remercier ici M. le Professeur Ch. PORCHER pour l'intérêt qu'il a voué à ce travail et qu'il apporte à nos recherches futures.

NOTE SUR UN PROCÉDE DE STÉRILISATION DU LAIT EN VASE CLOS SANS AUTOCLAVE,

Stérilisation en mouvement dans le vide,

par M. J. GORGERAT.

Les conditions actuelles de production et de ramassage de lait en France sont généralement si primitives et si défectueuses que la conservation, même de très courte durée, de ce produit par la pasteurisation ou par le froid est extrêmement aléatoire.

L'éducation du producteur est évidemment très souhaitable, et tout ce qui sera entrepris dans ce but doit être encouragé ; toutefois, tant que la demande dépassera la production, il ne faut pas espérer obtenir de bien sensibles progrès.

Il ne reste donc, pour le moment, qu'à tirer le meilleur parti possible du lait dont dispose l'industrie laitière, et la *stérilisation* semble être le seul moyen pratique de conserver le lait en vue d'une consommation ne suivant pas immédiatement la traite.

On reproche avec raison à la stérilisation thermique en vases clos, la seule praticable industriellement, de modifier dans de telles proportions la qualité du lait, qu'elle devient presque impossible à appliquer.

Le lait chauffé à 115° pendant 15 minutes, minimum nécessaire pour l'obtention d'une stérilisation certaine, se teinte fortement (caramélisation), et prend un goût de cuit très désagréable (on admet généralement que ces modifications sont dues, bien plus à la coagulation de l'albumine et d'une partie de la caséine qu'à la caramélisation effective du lactose).

La matière grasse, chauffée en présence de l'air, s'oxyde, communiquant au lait un goût de suif.

Il se dégage enfin du lait chauffé au-dessus de 80° une odeur désagréable d'hydrogène sulfuré.

Le problème de la stérilisation thermique du lait consiste donc à éliminer dans la mesure du possible ces causes d'altération. C'est sa solution que nous avons cherchée.