

B. Laits de petit mélange (Bidons de 20 à 10 litres).

Bidons N ^{os}	Densité à + 15°	Extrait sec à + 100° par litre	Cendres par litre	Matière grasse par litre	Caséine par litre	Lactose anhydre par litre	Chlorures par litre	Extrait dégr. par litre
1 (19 litres)	1.032,2	113 gr. 60	6 gr. 81	24 gr.	28 gr.	52 gr. 45	1 gr. 55	89,6
2 (20 litres)	1.031	119 gr. 35	7 gr.	31 gr.	30 gr.	49 gr. 95	1 gr. 78	88,35
3 (19 litres)	1.031,2	114 gr. 65	7 gr. 27	23 gr.	30 gr. 75	50 gr. 60	1 gr. 65	91,65
4 (20 litres)	1.031,6	122 gr. 85	7 gr.	28 gr.	33 gr.	51 gr. 75	1 gr. 70	94,85
5 (20 litres)	1.031,7	122 gr. 80	7 gr. 19	25 gr.	33 gr. 50	53 gr. 95	1 gr. 67	97,8
6 (10 litres)	1.031	119 gr. 48	7 gr. 12	28 gr.	31 gr.	51 gr. 30	1 gr. 80	91,5
7 (20 litres)	1.031,1	123 gr.	7 gr. 05	31 gr.	32 gr.	51 gr. 55	1 gr. 72	92,0
8 (20 litres)	1.030,2	107 gr. 50	7 gr. 70	21 gr.	29 gr. 25	47 gr. 20	2 gr. 09	86,5
9 (19 litres)	1.032	114 gr. 45	6 gr. 90	23 gr.	31 gr.	50 gr. 40	1 gr. 70	91,45
10 (20 litres)	1.031,2	122 gr. 70	6 gr. 60	30 gr.	33 gr.	49 gr. 75	1 gr. 72	92,7
11 (20 litres)	1.030,4	117 gr. 82	7 gr. 06	27 gr.	30 gr. 75	50 gr. 85	2 gr. 05	90,80
12 (20 litres)	1.031,1	115 gr. 60	7 gr. 20	26 gr.	30 gr. 75	49 gr. 50	1 gr. 90	89,6
13 (20 litres)	1.032,3	120 gr.	7 gr. 20	25 gr. 50	33 gr. 50	49 gr. 75	1 gr. 82	94,5
14 (19 litres)	1.030,2	118 gr. 80	7 gr. 65	28 gr.	31 gr.	49 gr. 30	2 gr. 10	90,8
15 (15 litres)	1.031,3	145 gr. 10	7 gr. 55	43 gr.	39 gr.	51 gr.	1 gr. 58	102,1

C. Ensemble de la production totale de la traite.

Densité à + 15°	
Extrait sec à + 100°	118 gr. 25 par litre
Cendres	7 gr. 40 » »
Matière grasse	27 gr. » »
Caséine	30 gr. 75 » »
Lactose anhydre	49 gr. 30 » »
Chlorures	1 gr. 90 » »
Extrait dégraissé	91 gr. 25

*(A suivre).***DOSAGE COLORIMÉTRIQUE DES PHOSPHATES
DANS LE LAIT**

par M. le Professeur Dr ANTOLIN PEÑA,

Chef de laboratoire de l'Institut de Puériculture de GIJON

Les méthodes décrites jusqu'à ces derniers temps pour déterminer les phosphates dans le lait, sont en général assez peu pratiques ; leur technique longue et compliquée rend leur usage très peu répandu actuellement dans la pratique courante. Le dosage des phosphates dans le lait serait cependant d'une utilité incontestable pour déceler le mouillage et dépister les mammites tuberculeuses.

L'adaptation de la méthode de COPAUX, faite par KLING et

LASSIEUR, pour le dosage de l'acide phosphorique dans le lait (1), nous semble assez accessible à la pratique quotidienne, mais l'appréciation de ses résultats nous paraît sujette à d'assez graves erreurs. Nous avons préféré faire une application de la méthode de BELL et DOISY (2) pour déterminer le phosphore dans le sang, car nous croyons que cette méthode colorimétrique réunit de grands avantages : la sensibilité, la faible quantité de réactifs à utiliser et la facile préparation de ceux-ci. Avec la technique que nous allons décrire, le dosage peut se faire en un temps très court, et, de plus, la détermination peut se faire en série sur plusieurs échantillons de lait.

Le principe de la méthode repose sur la coloration bleue qui se produit, dans un milieu alcalin, par réduction de l'acide phosphorique en présence d'une solution sulfurique de molybdate d'ammoniaque. Dans le phosphate de molybdène formé, la base est réduite partiellement, déterminant la formation de deux états d'oxygénation différents, qui produisent un bleu intense.

* * *

Nous utilisons les réactifs suivants :

1° Solution d'acide trichloracétique à	20 %
2° Solution d'acide molybdique (3) :	
Molybdate d'ammoniaque	1 gr.
Acide sulfurique normal	20 cm ³
Eau distillée Q. S. pour	100 cm ³ (3)

On dissout à chaleur douce le molybdate pulvérisé d'avance dans l'acide sulfurique, puis on compète à 100 cm³.

3° Solution d'hydroquinone :

Hydroquinone	5 gr.
Acide sulfurique concentré	0 cm ³ l
Eau distillée Q. S. pour	500 cm ³

4° Solution de carbonate de sodium :

Solution A :

Carbonate de sodium	40 gr.
Eau distillée Q. S. pour	200 cm ³

(1) *Annales des Falsifications et des Fraudes*, avril 1923, n° 174, p. 141.

(2) BELL et DOISY. *Journ. of Biol. Chem.* n° 174, p. 141, 1910, 44, 55.

(3) Pour vérifier la pureté de la solution, mélanger 5 cm³ de ce réactif avec 5 cm³ de la solution d'hydroquinone et après 5 minutes de repos, ajouter 25 cm³ de la solution carbonate-sulfite récemment préparée. Le tout doit rester parfaitement incolore. Cette vérification de la pureté des réactifs ne doit pas être négligée.

Solution B :

Sulfite de sodium	15 gr.
Eau distillée Q. S. pour	100 cm ³

Au moment de l'emploi, faire le mélange de 20 cm³ de la solution A avec 5 cm³ de la solution B.

5^o Solution-type (concentrée) :

Phosphate monopotassique pur et anhydre	4 gr. 394
Eau distillée	1.000 gr.

6^o Solution-type (diluée) :

On fait une dilution de la solution précédente de façon à la ramener à 5 % et, pour faciliter sa conservation, on ajoute quelques gouttes de toluol. On ajoute de même du toluol pour conserver la solution concentrée.

Technique de l'opération. — Dans un matras gradué et contrôlé de 20 cm³, dans lequel on a versé 5 cm³ d'eau, on ajoute 2 cm³ de lait en mesurant très exactement. Après lavage de la pipette par trois fois dans de l'eau distillée, on ajoute 2 cm³ de la solution d'acide trichloracétique à 20 % en agitant pendant le mélange. On laisse reposer pendant 5 minutes, et on complète avec de l'eau jusqu'aux 20 cm³. Agiter et attendre encore pendant 10 minutes, après lesquelles on filtre sur un papier à filtrer préalablement lavé avec de l'acide nitrique et desséché à l'étuve pour éviter les traces de phosphore qu'il pourrait contenir. Ce liquide, parfaitement transparent, servira pour les déterminations.

Dans ce but, on prend des tubes parfaitement lavés à l'acide nitrique et à l'eau et desséchés à l'étuve, gradués à 10 cm³ (ce qui est très commode) ou non gradués. On utilise autant de tubes que l'on a d'échantillons de lait à étudier, avec un tube supplémentaire qui servira de témoin.

Dans le tube-témoin, on verse 0 cm³ 1 de la solution d'acide trichloracétique et 1 cm³ de la solution-type diluée. Dans les tubes de recherches, on verse 1 cm³ du lait dilué au dixième, préparé comme il a été dit précédemment.

On verse alors dans tous les tubes 1 cm³ du réactif N^o 3 (solution d'hydroquinone) en agitant le mélange. Après 5 minutes, on ajoute 1 cm³ du mélange carbonate-sulfite en agitant de nouveau les tubes. Après 10 minutes, on verse dans le tube-témoin 6 cm³ 9 d'eau distillée, et dans les autres tubes 7 cm³ (si les tubes sont gradués, il suffit de compléter jusqu'au trait supérieur).

Après avoir agité de nouveau, on procède à la lecture colorimétrique.

La solution de phosphate monopotassique concentrée contient

0 gr. 001 de phosphore par cm^3 ; la solution diluée qui est utilisée en contient 0 gr. 00005. D'après ces données, et en se basant sur la formule générale colorimétrique, on emploie le facteur 2,29 pour obtenir le résultat en anhydride phosphorique. En ramenant au litre, on a :

$$Q = 0,05 \times \frac{180}{a} \times 2,29 = \frac{11,45}{a}$$

Le quotient de 11,45 par la hauteur que le lait donne au colorimètre indique la quantité d'anhydride phosphorique par litre.

* * *

Nous avons utilisé pour nos recherches le lait fourni à l'*Institut de Puériculture* par deux fermes qui en assurent la fourniture journalière, et nous donnons ci-dessous les chiffres obtenus dans les cinquante déterminations faites.

Ferme A		Ferme B	
1,01	1,02	1,17	1,01
0,98	0,983	1,12	1,16
1,02	1,102	1,14	1,23
0,92	1,03	1,03	0,964
0,88	1,05	1,26	0,988
0,95	1,04	0,993	1,14
1,01	1,02	1,04	1,02
1,12	0,963	1,05	1,06
0,96	0,971	1,15	1,09
1,17	1,01	0,983	1,12
1,05	1,03	1,06	1,19
1,11	1,05	1,11	1,04
1,02		1,16	

* * *

Nous nous sommes préoccupé de savoir si l'acide citrique et les citrates du lait provoquaient une modification de la réaction en milieu alcalin, et nous avons pour cela, en quelques cas, pratiqué, parallèlement avec nos recherches, la technique de BRIGGS en milieu acide (1) avec seulement l'emploi du sulfite de soude. En aucun cas nous n'avons trouvé des résultats différents.

(1) *Journ. of Biol. Chem.*, 1910, 53, 13.