

que la maladie, lorsqu'elle se présente sur le fromage d'Emmental, ne l'atteigne dans la règle qu'en talon, la région du fromage qui se refroidit le plus vite sous presse.

LE CONTROLE INDUSTRIEL DE LA RICHESSE EN MATIÈRE GRASSE DES FROMAGES

par

JEAN PIEN

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

Le décret du 20 octobre 1936, qui précise la composition des fromages définis et rend obligatoire l'indication du taux de matière grasse, a créé la nécessité pour les fabricants de bien connaître à tout moment la composition exacte de leurs produits.

De ce fait, le dosage de la matière grasse des fromages a repris de l'intérêt, non pas sur le plan du laboratoire d'analyses ou de recherches où la question est tranchée depuis longtemps, mais sur le plan des laboratoires industriels qui se voient maintenant dans l'obligation d'exécuter en série des dosages de matière grasse relativement précis à l'aide de méthodes simples et rapides.

La question qui se pose pour eux est la suivante : *quelle méthode doit-on employer pour satisfaire à la fois aux exigences du décret du 20 octobre 1936 et aux conditions du travail et du contrôle industriels ?*

Cette courte note a pour but d'essayer de répondre à cette question.

* * *

I. LES MÉTHODES SUSCEPTIBLES D'UNE APPLICATION INDUSTRIELLE.

Il existe de nombreuses méthodes pour le dosage de la matière grasse des fromages. Nous les classerons en trois catégories :

1^o Méthodes où le fromage est mis en solution (acide ou alcaline) et où la matière grasse est extraite par l'éther (éther sulfurique et éther de pétrole) à partir de cette solution.

2^o Méthodes où le fromage est broyé en présence d'une matière minérale inerte et soumis à l'épuisement direct par l'éther sulfurique.

3^o Méthodes du type Gerber.

Il a déjà été prouvé que l'on peut parvenir à des chiffres pratiquement concordants en utilisant avec soin une méthode bien choisie dans chacun de ces trois groupes. Nous n'avons pas l'intention d'apporter une nouvelle démonstration de cette donnée. Il s'agit simplement ici de choisir *une méthode industrielle* de contrôle.

A. Méthodes du premier groupe.

Éliminons tout de suite les méthodes du premier groupe, auquel appartient, notons-le en passant, la méthode Schmidt-Bondzynski-Ratzlaff, retenue comme méthode d'expertise internationale par la convention de Rome du 26 avril 1934.

Ces méthodes, en effet, exigent l'emploi d'appareils fragiles, onéreux et d'un maniement délicat. Entre les mains d'un chimiste exercé elles donnent de très bons résultats ; mais elles nécessitent beaucoup d'attention et de soin et ne paraissent pas pouvoir être confiées à un personnel non entraîné. Elles s'opposent en tout cas à l'exécution de grandes séries d'analyses.

B. Méthodes du deuxième groupe.

Les méthodes du deuxième groupe se ramènent en principe à broyer le fromage avec un grand excès de sable (ou de sulfate de soude anhydre), puis à extraire la masse pulvérulente avec de l'éther.

Ces méthodes ont l'avantage de ne mettre en jeu aucune mensuration précise de liquide, aucune manipulation délicate. Toutefois elles ont été critiquées ; il est en effet avéré qu'elles peuvent fournir des résultats déficients si certaines précautions élémentaires et faciles à appliquer ne sont pas observées.

Une pratique quotidienne de plusieurs années nous a conduit à mettre au point d'une manière précise le mode opératoire qui nous paraît être le meilleur.

Voici comment nous appliquons la « **méthode au sable** » :

1° *L'échantillon, entièrement privé de sa croûte, est transformé en une masse homogène par pilonnage dans un mortier.*

2° *On pèse 5 grammes de fromage ainsi préparé. On introduit ces 5 grammes dans un mortier installé sur une grande feuille de papier.*

3° *On ajoute une quantité quelconque de sable lavé (100 grammes par exemple) et on broie avec le pilon jusqu'à obtention d'une masse complètement homogène. S'il est nécessaire on ajoute encore du sable.*

La masse ne doit plus présenter le moindre fragment visible de fromage. Ce broyage, qui doit être parfait, peut demander 10 minutes.

4° *On installe sur son support une allonge cylindrique à robinet munie d'un tampon d'ouate tassé dans le fond. Sur ce tampon on dépose 20 à 30 grammes de sable.*

A l'aide d'un entonnoir à large douille on introduit dans l'allonge ainsi préparée, la masse de fromage broyé avec le sable. On s'aide d'un agitateur pour faire tout descendre et on ne tasse pas.

Finalement on remet un peu de sable au-dessus du mélange contenu dans l'allonge.

5° *Une capsule de terre tarée est installée sous l'allonge. Le robinet de celle-ci étant ouvert, on verse l'éther provenant du rinçage de la*

première capsule qui a servi à peser les 5 grammes de fromage, puis l'éther de rinçage du mortier, du pilon et de l'agitateur.

Dès que l'éther commence à sortir par l'ajutage inférieur (l'air étant ainsi chassé) on ferme le robinet. On remet de l'éther pour que toute la masse baigne copieusement. On maintient dans cet état 20 minutes. Puis on ouvre légèrement le robinet. Quand l'éther a fini de s'écouler, on peut exercer une légère pression d'air dans l'allonge pour chasser l'éther retenu par capillarité.

6° On procède alors à une nouvelle extraction en emplissant l'allonge d'éther. On laisse encore 15 à 20 minutes en contact, puis on laisse couler l'éther et on essore légèrement comme précédemment par une compression d'air modérée au-dessus de l'allonge.

7° La troisième extraction ne nécessite pas un séjour prolongé. On emplit l'allonge d'éther et aussitôt on entr'ouvre très légèrement le robinet. L'éther s'échappe goutte à goutte et on essore encore légèrement.

8° Enfin, le quatrième passage d'éther est un rinçage général copieux et instantané. On emplit l'allonge d'éther et on ouvre immédiatement et en grand le robinet. On essore une dernière fois.

(Si ces volumes d'éther risquent de correspondre à une capacité supérieure à celle de la capsule tarée, on commence, pendant la macération de la deuxième extraction, à évaporer l'éther déjà écoulé en poursuivant ces évaporations pendant les repos des extractions.)

9° Enfin, on évapore complètement l'éther de la capsule. On sèche une demi-heure à 100°. On laisse refroidir à l'exsiccateur et on pèse.

C. Méthodes du troisième groupe.

La Maison Gerber a créé un butyromètre spécial pour fromage (modèle du D^r ROEDER, N° 651) et recommande un mode opératoire légèrement différent de l'ancienne méthode Gerber classique pour les fromages. Cette nouvelle méthode nous a donné satisfaction.

En voici la technique :

PRÉPARATION DE LA LIQUEUR :

43 grammes de chlorure d'étain cristallisé sont dissous dans 700 cm³ d'acide chlorhydrique de poids spécifique 1,19. On complète à 1.000 cm³ avec de l'eau distillée.

MODE OPÉRATOIRE :

1° L'échantillon entièrement dépourvu de sa croûte est rendu homogène par broyage au mortier.

2° Peser exactement 2 gr. 266 de fromage (à l'aide du poids spécial vendu par Gerber avec les butyromètres) dans le godet perforé attelé au bouchon.

3° Introduire cet équipage bouchon-godet dans le butyromètre.

4° Introduire dans l'appareil, par l'orifice supérieur, 15 cm³ d'acide chlorhydrique au chlorure d'étain.

5° Mettre le butyromètre, coiffé légèrement de son petit bouchon, au bain-marie bouillant.

6° La dissolution du fromage commence immédiatement. En 15 minutes on obtient une solution parfaitement limpide brun-rougeâtre avec séparation nette et claire de la matière grasse. (On aura eu soin d'agiter fréquemment pendant cette dissolution).

7° Enlever le petit bouchon et ajouter de l'acide chlorhydrique au chlorure d'étain jusqu'à ce que le niveau supérieur de la matière grasse affleure à la moitié ou un peu plus de l'échelle du butyromètre.

8° Bien fermer l'orifice supérieur ; agiter vivement à plusieurs reprises en retournant complètement le butyromètre deux ou trois fois ; centrifuger pendant 5 minutes à 1.200 tours et lire le résultat après 5 minutes de séjour au bain-marie à 65°.

Le chiffre lu indique, en grammes, la quantité de matière grasse contenue dans 100 grammes de fromage frais.

Remarque :

Nous ne parlerons pas du dosage de l'humidité qui s'effectue, à la manière classique, en broyant l'échantillon (5 grammes) avec un poids connu de sable (30 grammes pour les pâtes molles).

Ce dosage, en apparence facile, exige un soin extrême et a autant d'importance que celui de la matière grasse, puisque c'est lui qui permet de ramener ce taux de matière grasse à la matière sèche.

La plupart des désaccords entre laboratoires différents au sujet de l'analyse des fromages, proviennent d'erreurs dans la détermination de l'humidité. Mais le choix d'un procédé de dosage de la matière grasse n'est évidemment pas influencé par ces considérations.

* * *

II. CHOIX DES MÉTHODES D'USAGE INDUSTRIEL.

Ayant éliminé les méthodes du premier groupe qui ne se prêtent pas au contrôle en série et qui doivent être réservées aux laboratoires d'études ou de recherches, nous ne retenons dans les deuxième et troisième groupes que les deux méthodes décrites ci-dessus : méthode au sable et méthode Gerber-Roeder.

Nous avons appliqué ces méthodes à de nombreux contrôles en série. Elles nous ont, l'une et l'autre, toujours donné satisfaction sous la réserve de les employer avec discernement.

Elles présentent, en effet, des caractéristiques très distinctes. Elles ne doivent pas être utilisées indifféremment, car elles ne répondent pas aux mêmes besoins.

Indiquons donc, pour chacune d'elles, les avantages qu'on peut en attendre et éventuellement leurs inconvénients :

1^o Méthode au sable.

Cette méthode est très suffisamment précise pour le contrôle si on a soin de suivre scrupuleusement les indications données plus haut.

Les points essentiels à observer sont : la perfection du broyage et le soin à apporter aux extractions.

En dépit des apparences, cette méthode est rapide et se prête fort bien aux dosages en grande série.

Sous la forme où nous l'avons présentée (et qui est celle sous laquelle nous l'appliquons depuis plusieurs années) elle ne nécessite aucun appareillage spécial. Elle conduit d'ailleurs à d'aussi bons résultats qu'une extraction continue au Soxhlet inutilisable dans le contrôle en grande série.

On pourrait, certes, discuter sur les possibilités d'entraînement de lactose ou même de matière protéique par l'éther sulfurique employé seul. En fait, nous n'avons jamais été gêné par cette éventualité ; et si quelquefois nous avons effectivement constaté la présence de matières étrangères dans la matière grasse extraite (cas d'ailleurs fort rare) l'erreur qui en résultait était négligeable pour la pratique du contrôle industriel. Il serait d'ailleurs possible, si ce cas se présentait, de reprendre la matière grasse après dessiccation par l'éther et de filtrer sur papier la solution éthérée. Mais l'expérience nous a montré que cette précaution est inutile pour le but poursuivi ici.

2^o Méthode Gerber-Roeder.

Cette méthode présente des avantages et des inconvénients :

a) *Avantages* : Elle est très rapide, d'un emploi facile et permet à coup sûr d'effectuer de nombreux contrôles en grande série.

b) *Inconvénients* : En revanche, cette méthode ne permet pas d'aboutir à des résultats d'une extrême précision. Elle comporte une légère incertitude inévitable de l'ordre d'un demi-gramme de matière grasse % de fromage frais qui, lorsqu'on ramène le résultat à la matière sèche, devient une possibilité d'erreur de $\pm 1\%$.

Cette remarque n'est pas une critique de la méthode Gerber à laquelle l'industrie laitière doit tant. La circonstance que nous rappelons tient aux conditions de réalisation de la méthode et n'est pas gênante dans la pratique du contrôle en grand.

Il faut néanmoins noter que lorsqu'on se trouve en présence d'un fromage titrant le chiffre inférieur limite du décret, la méthode Gerber entoure ce résultat d'une petite zone d'incertitude et ne permet pas de dire si l'on est un peu en dessous ou un peu au-dessus du taux légal.

Si l'on songe que, dans l'analyse de certains fromages même privés de leur croûte, il peut se former un petit « bouchon » insoluble à la base de la colonne de matière grasse et que cette impureté souvent difficile à éviter peut, dans quelques cas, majorer l'incertitude d'un nouveau demi-gramme, on comprendra qu'il faut être très prudent dans les cas limites ou dans les contestations.

Selon nous, la méthode Gerber-Roeder peut servir à un contrôle de surveillance en grande série pour constater qu'une fabrication déjà au point possède régulièrement la marge de sécurité nécessaire et suffisante.

Mais il convient absolument de la compléter par une méthode plus sensible et plus précise (telle que la méthode précédente dite « au sable ») dans les cas douteux ou limites, ou dans les mises au point de fabrication.

* * *

III. COMPARAISON DES RÉSULTATS OBTENUS PAR CES DEUX MÉTHODES INDUSTRIELLES.

Pour l'usage industriel nous conseillons donc d'employer concurremment ces deux méthodes.

Il est intéressant de savoir à quels résultats elles conduisent quand on les applique aux mêmes échantillons.

Le tableau ci-dessous montre les chiffres obtenus sur 40 fromages d'espèces variées en utilisant les deux méthodes simultanément.

Les résultats sont donnés en matière grasse % de fromage frais.

Les écarts maxima entre les deux méthodes atteignent environ 1 gramme en plus ou en moins.

Nombre d'écarts inférieurs à 0 gr. 5 : 26 (65% des résultats).

Nombre d'écarts compris entre 0 gr. 5 et 1 gr. : 14 (35% des résultats).

On ne peut pas dire que l'une des méthodes soit régulièrement déficiente par rapport à l'autre, car nous avons 16 écarts positifs contre 18 écarts négatifs et 6 concordances. Les résultats du Gerber qui n'admettent pas de précision inférieure à 0 gr. 5, *entourent* donc pratiquement les résultats de la « méthode au sable » d'une marge jamais supérieure à 1 gramme en plus ou en moins, et inférieure à 0 gr. 5 dans les deux tiers des cas. Ces écarts sont uniquement dus à la différence de sensibilité de ces deux méthodes.

Étant donné que ces techniques n'ont absolument rien de commun dans leurs principes et dans leur processus d'exécution, nous interprétons cette allure des résultats comme un argument en faveur

Nature du fromage	Méthode au sable	Méthode Roeder	Ecart
	23,5	23,5	0
	23,5	24,0	+ 0,5
	24,0	24,0	0
	24,7	25,5	+ 0,8
	23,1	24,0	+ 0,9
	23,5	24,0	+ 0,5
	27,4	26,5	- 0,9
	27,8	28,0	+ 0,2
	20,0	20,5	+ 0,5
Gruyère	25,7	26,0	+ 0,3
	23,7	23,0	- 0,7
	23,8	24,0	+ 0,2
	23,6	23,5	- 0,1
	23,2	24,0	+ 0,8
	23,3	23,5	+ 0,2
	23,6	24,0	+ 0,4
	27,6	28,0	+ 0,4
	28,7	28,5	- 0,2
	28,0	28,5	+ 0,5
	27,2	27,0	- 0,2
	22,8	22,0	- 0,8
	24,5	23,5	- 1,0
	23,7	23,0	- 0,7
	21,3	20,5	- 0,8
Camembert	21,4	21,5	+ 0,1
	20,4	19,5	- 0,9
	21,6	21,0	- 0,6
	24,5	24,5	0
	21,7	21,5	- 0,2
	21,5	21,5	0
Coulommiers	17,0	16,5	- 0,5
Pont-l'Evêque	18,6	18,0	- 0,6
	19,0	19,5	+ 0,5
Crème de gruyère	19,1	19,5	+ 0,4
	18,5	18,5	0
	18,5	18,5	0
	37,9	37,0	- 0,9
Petits-suisse	9,8	9,5	- 0,3
	15,4	15,0	- 0,4
	41,1	40,5	- 0,6

de l'exactitude de la plus sensible. Les résultats de la « méthode au sable » sont donc pratiquement tous exacts et compris à l'intérieur de la « fourchette » de la méthode Gerber.

Néanmoins il convient d'insister sur ce fait que, dans quelques cas, la méthode Gerber-Roeder peut fournir un chiffre différant de celui de la méthode au sable par 1 gramme en plus ou en moins % de fromage frais, c'est-à-dire approximativement 2% sur sec.

La prudence conseille donc, dans l'utilisation de la méthode Roeder seule, de ne considérer le fromage comme légal que si cette technique le classe comme titrant 2% sur sec de plus que le chiffre limite. C'est là, à notre avis, une marge de sécurité nécessaire et suffisante.

Si la méthode Gerber donne un chiffre compris à l'intérieur de cette marge (par exemple : 41 ou a fortiori 40 pour un fromage devant titrer 40%), il convient de refaire l'analyse par la méthode au sable afin de connaître la teneur exacte en matière grasse.

* * *

IV. CONCLUSIONS.

1. Dans les mises au point de fabrication, dans les cas douteux ou limites, dans les contrôles irréguliers ou rares, il faut appliquer, comme procédé industriel de dosage de la matière grasse des fromages, la méthode dite « au sable » en suivant scrupuleusement les recommandations que nous avons exposées plus haut.

2. Dans le contrôle quotidien d'une fabrication déjà bien au point (contrôle de surveillance en grande série) on peut appliquer la méthode Gerber-Roeder en tenant compte de ce fait que, sur le produit frais elle peut laisser subsister, dans quelques cas, une erreur maxima de ± 1 gramme (c'est-à-dire pratiquement $\pm 2\%$ sur sec dans la majorité des fromages).

Dès que cette méthode indique que le fromage contient moins de 2% de matière grasse sur sec au-dessus du chiffre légal, il faut revenir à la méthode au sable pour savoir si cette marge atténuée existe encore réellement.

Un laboratoire industriel de fromagerie, qui exécute des contrôles quotidiens, doit être équipé pour appliquer concurremment ces deux méthodes simples et d'emploi facile.

ACTINISATION DU LAIT

par

JEAN VIEILLY

et

JEAN HARDER

Docteur-Vétérinaire, Industriel laitier,
Grenoble.

Ingénieur Agronome E. P. Z.,
Chef d'exploitation de la Laiterie Moderne,
Grenoble.

Dans la gamme des radiations dont les longueurs d'ondes vont du millionième de μ à 30 km., les rayons ultra-violet occupent une place moyenne avec 100-4.000 Angstroms, c'est-à-dire 1/100^e