

3° Enfin, une troisième fraction des substances lipoïdiques, peu abondante d'ailleurs, représentée surtout par des phosphatides (la moitié environ des phosphatides totaux) ne peut pas être extraite par l'éther, même en présence de savons ; elle ne peut être extraite par l'éther qu'après coagulation des protéides à l'aide d'alcool bouillant. Les liaisons qui unissent ces lipides à d'autres substances sont extrêmement stables.

(Travail du laboratoire de Chimie médicale de la Faculté de Médecine et de Pharmacie de Bordeaux.)

#### BIBLIOGRAPHIE

- [1] MACHEBŒUF et SANDOR. *Bull. Soc. Chim. Biol.*, t. XIV, 1932, p. 1168.
- [2] MACHEBŒUF et TAYEAU. *C. R. Ac. Sc.*, t. CCVI, 1938, p. 860 et *C. R. Soc. Biol.*, t. CXXIX, 1938, p. 1181.
- [3] TAYEAU. Thèse Doctorat ès Sciences, Bordeaux, 1939.
- [4] MACHEBŒUF et TAYEAU. *C. R. Soc. Biol.*, 1939 (sous presses).
- [5] MACHEBŒUF. *Bull. Soc. Chim. Biol.*, t. VII, 1926, p. 464.
- [6] LIEBERMANN. *Pflügers Arch.*, t. L, 1891, p. 55 et t. LIV, 1893, p. 573.
- [7] MACHEBŒUF. Etat des lipides dans la matière vivante. Les Cénapses et leur importance biologique. 1 vol., Paris 1937. Hermann éditeur.

### AU SUJET DES ANALYSES DE FROMAGES

par

Jean BOURGEOIS,  
Ingénieur-Docteur

Depuis la nouvelle réglementation sur les fromages (1), de nombreux articles ont témoigné du souci des techniciens de rechercher la méthode « unique » la plus sûre qu'il conviendrait d'employer pour réaliser une analyse indiscutable. Les opinions divergent. Par une libre discussion, et sans nous éloigner du point de vue scientifique et technique, nous désirons simplement apporter notre contribution à cette étude qui intéresse au plus haut point de nombreux industriels laitiers. Nous nous excusons des répétitions que notre texte peut comporter par rapport aux textes parus au cours des mois précédents, mais ceci ne peut que contribuer à mieux servir la vérité.

\* \* \*

En envoyant des fromages à l'analyse, l'industriel désire connaître si, analytiquement, ils sont en accord avec les spécifications du décret du 20 octobre 1936. Pour répondre à son désir, le chimiste

dispose de diverses méthodes d'analyse qui peuvent être, *grosso modo*, divisées en trois groupes.

Dans le premier groupe, le dosage de la matière grasse est fait par des méthodes du type de la méthode Gerber.

Dans le deuxième groupe, le fromage est mis en solution acide ou alcaline et la matière grasse est extraite par solvant volatil.

Dans le troisième groupe, le fromage est broyé avec du sable ou avec un sulfate anhydre et la matière grasse est extraite, comme dans le deuxième groupe, par solvant volatil.

Les méthodes du premier groupe (méthodes du type Gerber) sont indiscutablement des *méthodes industrielles* ayant les avantages des analyses industrielles : elles sont, pour le laboratoire, d'un prix de revient relativement peu élevé ; elles se prêtent au contrôle en très grande série, elles ne nécessitent pas la main du chimiste car celle d'un manipulateur suffit, etc... Mais, par contre, ces méthodes industrielles ont de très graves défauts à nos yeux. Nous ne voulons pas soulever ici la question de la marge d'approximation de ces analyses. Qu'il nous suffise de rappeler que le docteur ès sciences PIEN indique (2), ce que tout chimiste spécialisé a pu contrôler, que la méthode Gerber-Røeder (méthode la plus souvent employée parmi les méthodes du premier groupe) donne couramment 0,5% en plus ou en moins, pour la matière grasse du fromage frais, et donc environ 1% en plus ou en moins pour la matière grasse de l'extrait sec. Ce chimiste ajoute fort judicieusement que, dans quelques cas, cette méthode donne pratiquement un écart, en plus ou en moins, de 2% sur la matière grasse de l'extrait sec des fromages. Notre pratique nous a appris que ces cas ne sont pas si rares qu'on le croit généralement, ce qui prouve bien que ces méthodes devraient rester des méthodes à but industriel, sans plus. Parfois, certains industriels-fromagers adressent à plusieurs laboratoires des parties d'un même fromage et s'étonnent de voir les résultats varier d'une façon qui leur semble scandaleuse. Mais, sans parler des différences relativement légères de composition pouvant exister entre les divers morceaux d'un fromage, et même en supposant une composition homogène, il est possible d'admettre que les pourcentages de matière grasse de l'extrait sec (qui intéressent plus particulièrement) peuvent varier, entre les divers laboratoires, de par la marge d'approximation des méthodes analytiques employées. En comparant des Bulletins d'analyse d'un même fromage dont les pourcentages de matière grasse de l'extrait sec peuvent varier entre les divers laboratoires, par exemple pour un fromage faisant réellement 50% entre 48 et 52% (et cela pour des raisons afférentes à la méthode

(2) « Le Lait », t. XVII, n° 166, juin 1937, p. 569.

de dosage de la matière grasse uniquement, car les causes d'erreur afférentes au dosage de l'humidité peuvent augmenter encore ces écarts), l'industriel reste indécis et juge probablement sévèrement les chimistes.

Souvent, avec les méthodes industrielles, les humidités sont faites directement et non en suivant les principes de la Convention internationale de Rome de 1934 qui exige le broyage du fromage frais avec du sable sec, tout au moins pour les fromages à pâte molle. C'est là aussi une cause d'élargissement de la marge d'approximation, mais ce n'est pas, à notre avis, la cause principale (pour ce qui est des causes afférentes au dosage de l'humidité). Dans ces méthodes, deux prélèvements sont effectués sur la pâte homogénéisée, l'un pour le dosage de l'humidité, l'autre pour le dosage de la matière grasse ; or, la prise servant au calcul de la matière grasse n'a peut-être pas réellement la même humidité (malgré une bonne homogénéisation) que l'autre prise. Pour le calcul du pourcentage de matière grasse dans l'extrait sec, on suppose que les deux prises ont la même humidité ; d'où cause nouvelle d'erreur. Nous savons que cette cause d'erreur est souvent considérée comme relativement peu importante, et pourtant il n'est pas rare de trouver des humidités assez dissemblables entre des prises effectuées sur un même échantillon homogénéisé. Avec le dosage de l'humidité par la méthode au sable qui est très fidèle, on peut constater, lors de manipulations discontinues, que le pourcentage d'humidité diminue depuis la première jusqu'à la dernière analyse d'un même échantillon, ce qui prouve bien qu'il y a perte d'humidité lors des manipulations, perte d'autant plus importante que les manipulations durent longtemps. Certainement, les écarts ne sont constatés que sur la première décimale du chiffre de l'humidité pour des prises pesées immédiatement les unes après les autres, mais ces écarts jouent quand même dans le calcul du pourcentage de matière grasse de l'extrait sec. Le principe idéal est de rechercher l'humidité (au sable) et la matière grasse sur une unique prise de fromage, car ainsi le pourcentage de matière grasse de l'extrait sec n'est plus faussé par des compositions différentes toujours possibles entre les deux prises nécessaires pour ces méthodes.

Nous ne voyons qu'un moyen honnête de fixer l'industriel : lui indiquer sur le Bulletin d'analyse la méthode employée, et d'une façon assez précise pour qu'il n'y ait aucune confusion. Ainsi, l'industriel, connaissant la valeur de la méthode employée, saura quelle marge de confiance il pourra accorder aux résultats. Il serait à souhaiter que les laboratoires prennent l'habitude de désigner régulièrement leurs méthodes — car le silence peut être dangereux au fromager — mais surtout que disparaissent les désignations

vagues : méthode courante, méthode commerciale, etc... Toute méthode est désignable au moins par un nom ou par une convention et tous les industriels et syndicats spécialisés devraient exiger de leur chimiste, sur chaque Bulletin d'analyse, la désignation de la méthode de dosage de l'humidité et de la méthode du dosage de la matière grasse.

Les méthodes du deuxième groupe (extraction par solvant volatil de la matière grasse du fromage mis en solution acide ou alcaline) sont incomparablement supérieures aux méthodes du premier groupe (type Gerber). Néanmoins, à notre avis, elles ont à leur base une cause d'erreur : la matière grasse est extraite sur une autre prise que celle qui a servi à la recherche de l'humidité et il faut admettre aveuglément que les deux prises ont exactement la même composition.

La méthode internationale d'expertise Schmid-Bondzynski-Ratzlaff, retenue par la Convention de Rome du 26 avril 1934, est indiscutablement une *méthode d'expertise* appartenant au deuxième groupe. Nous ne pouvons développer, à l'instant, la critique qu'il y aurait à faire sur l'attaque des glycérides par l'acide, fait qui explique peut-être les résultats un peu inférieurs à ceux obtenus par les extractions directes (mais à chaud) du troisième groupe.

Dans les méthodes du troisième groupe (broyage du fromage avec du sable ou avec un sulfate anhydre et extraction de la matière grasse par solvant volatil), le spécialiste PIEN emploie une méthode d'extraction à froid de la matière grasse du fromage. Le fromage frais est broyé avec du sable, le tout est placé dans une allonge, puis, par de l'éther versé à plusieurs reprises, la matière grasse est entraînée. Evidemment, cette méthode, de par son mode d'extraction de la matière grasse, est une méthode industrielle, et c'est d'ailleurs ainsi que la considère son auteur. Mais, entre les diverses méthodes industrielles, elle est indiscutablement supérieure, quoique, comme pour les méthodes du type Gerber, l'humidité soit faite sur une autre prise de fromage que celle qui a servi au dosage de la matière grasse.

M. Daniel FLORENTIN, du Laboratoire municipal de Paris, est à notre avis le savant qui a le mieux attiré l'attention sur le dosage de la matière grasse des fromages dans ses rapports avec le décret du 20 octobre 1936. Rappelons un court passage de l'article de M. FLORENTIN dans les Annales des Falsifications et des Fraudes (1), de juillet-août 1938 :

« Tout récemment, M. Pien, dans la revue *Le Lait* (t. XVII, « 1937, p. 569), a passé en revue les différentes méthodes de dosage « de la matière grasse dans les fromages, toutefois dans le but, « comme il l'indique, de choisir une méthode industrielle rapide.

(1) « *Le Lait* », n° 181, janvier 1939, p. 25.

« Notre but est assez différent, puisque nous visons à définir « une méthode précise de dosage destinée aux experts et aux laboratoires officiels qui ont à examiner des fromages pour rechercher « s'ils répondent bien aux spécifications du décret du 20 octobre 1936 ; ce décret ayant fixé des limites minima, il est indispensable « de disposer d'une méthode fidèle et ne prêtant à aucune critique. »

En toute logique, il est normal de se rallier aux vues de M. FLORENTIN en reconnaissant avec lui que, seule, une méthode fidèle et précise est nécessaire et indispensable pour juger si les fromages sont en parfait accord analytiquement avec le décret du 20 octobre 1936 (ce que désirent ordinairement savoir les industriels qui demandent des analyses à un laboratoire). C'est assez dire que les méthodes industrielles sont à rejeter de prime abord, à notre avis, pour le but ci-dessus envisagé.

Une méthode du type Gerber-Røeder nécessiterait une seconde analyse par une méthode d'expertise toutes les fois que le pourcentage de matière grasse de l'extrait sec ne serait pas nettement supérieur de 2% au pourcentage indiqué sur l'étiquetage (et cela en ne tenant compte que des erreurs afférentes au dosage de la matière grasse sans parler de celles afférentes au dosage de l'humidité).

M. FLORENTIN recherchait pour les experts et les laboratoires officiels une méthode permettant de déterminer si les fromages qu'ils ont à examiner pour la répression des fraudes répondent aux spécifications du décret du 20 octobre 1936. Il serait donc anormal, dès lors, que l'industriel accepte que son contrôle, chez lui ou dans le laboratoire qu'il s'est choisi, soit effectué par une méthode industrielle — ce qui est encore fort souvent le cas — quand les laboratoires officiels et les experts devraient employer une méthode d'expertise (en la circonstance : méthode d'expertise de M. FLORENTIN) pour savoir si les fromages sont légaux.

La méthode d'expertise de M. Florentin est à nos yeux supérieure à celle de la Convention internationale de Rome, car la matière grasse non modifiée est extraite de bonne façon par solvant volatil, et, de plus, les dosages de l'humidité et de la matière grasse ont lieu sur une unique prise d'échantillon, ce qui parle en faveur d'une grande précision pour la détermination du pourcentage de matière grasse dans l'extrait sec.

Voici d'ailleurs le mode opératoire que nous croyons bon de répéter car il ne sera jamais trop connu :

« Deux grammes de fromage (échantillon moyen, privé de sa croûte) sont coupés en menus fragments et disposés sur 30 grammes environ de sable lavé et sec, placés dans une capsule et mis pendant 5 à 6 heures dans une étuve électrique portée à 100°. (Le procédé de Duclaux qui consistait à broyer le fromage avec du sable et à déter-

miner la perte d'eau à basse température (50 à 60°) serait évidemment préférable, mais se prête mal au travail en grande série.) La perte de poids fournit la teneur en eau ; après pesée, le contenu de la capsule est broyé au mortier pendant 10 minutes, de façon à obtenir une masse homogène. Ce broyage effectué sur un fromage sec se réalise aisément. Le tout est placé dans un filtre à plis qui est disposé dans un petit appareil Soxhlet, la capsule et le mortier sont soigneusement lavés à l'éther qui est placé dans l'appareil Soxhlet.

« Après quelques heures d'extraction, l'éther est évaporé et la fiole conique en verre Pyrex, qui reçoit le Soxhlet, et qui a été préalablement tarée, est pesée après passage à l'étuve à 100°. On obtient ainsi le poids de toute la matière grasse contenue dans le fromage.

« Une expérience ancienne nous permet d'affirmer que cette méthode très simple et qui se prête au travail en série fournit des résultats remarquablement concluants. »

Dans notre laboratoire, nous employons depuis deux ans une méthode ayant certains points communs avec celle préconisée par M. Florentin.

Le fromage est broyé avec le sable dans le vase à tarer (fermant à l'émeri) qui sert à la dessiccation ; le petit pilon servant au broyage reste joint dans le vase. Le tout est porté 5 heures à 40° C. environ, puis 8 heures à 105° C. La dessiccation est donc commencée à basse température. L'humidité est dosée, et le mélange fromage-sable, avec le pilon, est placé dans un filtre. Le vase à tarer est rincé à l'éther et le liquide de rinçage est versé dans le filtre placé alors dans une allonge de Soxhlet. L'extraction a lieu ensuite normalement. Donc, comme dans la méthode d'expertise de M. Florentin, l'extraction est effectuée par solvant volatil, l'humidité et la matière grasse sont dosées sur une unique prise de fromage, mais, dans notre méthode, la dessiccation est avantageusement commencée à basse température sur un mélange homogène sable-fromage ; c'est donc bien une humidité faite au sable. Nous avons en moins le rinçage du mortier et du pilon.

Notre méthode donne des résultats qui concordent d'une façon parfaite, quelle que soit la nature des fromages, avec ceux de la méthode d'expertise de M. Daniel Florentin.

\* \* \*

Dans son récent exposé (1), Monsieur COUTURIER, directeur des Laboratoires des fromageries Bel, nous apprend qu'après avoir employé pendant plusieurs années la méthode d'extraction directe

(1) « Le Lait », t. XIX, n° 149, novembre 1939, p. 918.

au Soxhlet, le laboratoire qu'il dirige a abandonné cette méthode pour se rallier à celle de Schmid-Bondzynski-Ratzlaff.

Cet auteur reproche essentiellement à la méthode d'extraction directe au Soxhlet : *a)* d'être longue ; *b)* de nécessiter un matériel coûteux ; *c)* de nécessiter un broyage difficile du fromage avec le sable et surtout ces deux derniers points : *d)* de ne pas se prêter au travail en série aussi bien que la méthode S. B. R. ; *e)* de ne pas être officielle.

*a)* Personnellement, nous reconnaissons que la méthode par extraction directe est longue, mais elle nous a toujours été, pour un contrôle en série, plus aisée que la méthode internationale S. B. R. (appliquée avec exactitude). Nous sommes d'accord sur ce point avec bien des chimistes.

*b)* Quant au prix du matériel, il est, certes, plus élevé pour la pratique de l'extraction directe ; mais, si l'on emploie le matériel *ad hoc* S. B. R. et non de la verrerie ordinaire de laboratoire, il n'y a pas grande différence.

*c)* Le broyage du fromage frais avec du sable n'est pas vraiment difficile et ne demande que beaucoup de patience. Voici le détail de la méthode que nous employons et qu'a mise au point Madame BOURGEOIS, après de très nombreux essais pour ses recherches personnelles :

Le fromage frais est broyé avec du sable sec et pur, dans un vase à tarer fermant à l'émeri (le petit pilon servant au broyage reste joint au vase et est placé en entier à l'intérieur pour permettre la fermeture au moment de la sortie de l'étuve). Le tout est ensuite porté à l'étuve, que l'on met alors en marche, pour atteindre la température de 40° C. Après 2 heures, le mélange, privé d'une grosse partie de son eau, est broyé une seconde fois sur une table à éclairage spécial permettant de voir par transparence les plus petits agglomérats de « fromage-sable », qui sont alors écrasés. Puis, le tout est remis à nouveau pendant 3 heures dans l'étuve à 40° C., puis à nouveau broyé ; pour certains fromages, un seul broyage est suffisant. Enfin, le vase à tarer, avec son contenu, est porté à 105° C. pendant 8 heures. Après dosage de l'humidité, un rapide et dernier broyage rend le mélange semblable à du sable, ce qui permet une extraction parfaite. Nous spécifions bien que ces broyages doivent être parfaits, mais nous répétons qu'ils sont aisés avec de la patience et l'habitude.

En cas d'expertise, pour les tribunaux, de fromages conservés au formol, nous broyons, dans un mortier, le mélange « sable-fromage » ayant subi une extraction ordinaire, puis l'extraction est reprise sur le mélange replacé dans l'allonge du Soxhlet. En opérant ainsi, des analyses comparatives donnent des résultats

très voisins malgré le durcissement de la pâte rendant le broyage plus délicat.

d) La méthode d'extraction directe, dans un laboratoire spécialisé, se prête aussi bien au contrôle en série que la méthode S. B. R. Ceci dépend uniquement de la façon de répartir et de diriger le travail.

e) La méthode que nous conseillons n'est pas officielle, évidemment, et nous désirerions justement qu'elle le devienne. Les exemples sont nombreux qui montrent que le point de vue officiel a dû, à certains moments, être modifié pour rester conforme à la vérité; et toute méthode officielle, reconnue exacte et la meilleure lors de son adoption, est susceptible d'être remplacée par une autre, auparavant méconnue ou mésestimée, plus tard reconnue, après d'éventuelles améliorations, plus rigoureuse.

Nous ne pensons pas qu'en France, l'actuelle méthode internationale serve à trancher les différends. Les experts, qui ont en définitive leur mot à dire, ne la pratiqueront fort probablement pas, et c'est d'ailleurs leur droit strict. Ils ne la pratiqueront pas, pensons-nous, parce qu'elle repose sur des détails qu'il faudrait scrupuleusement respecter — ce qui la rend longue et délicate.

\* \* \*

Nous parlerons ultérieurement de l'altération et de la modification de la matière grasse dues à l'action de l'acide dans la méthode internationale. La modification entraîne la transformation, en faible partie, c'est entendu, des glycérides dédoublés en principes solubles dans l'eau. Les caractéristiques de la matière grasse extraite sont modifiées et ainsi il n'est pas possible de l'étudier sans en extraire un échantillon nouveau (par méthode directe). L'examen régulier de la matière grasse de tout fromage analysé sera peut-être exigé un jour et, des études et travaux qui en découleront, des améliorations dans la technique fromagère seront peut-être découvertes.

La méthode d'extraction directe au sable permet de rechercher l'humidité et la matière grasse sur un même échantillon, ce qui a son importance car, même en pesant simultanément deux prises d'un échantillon homogénéisé de fromage, il existe des écarts d'humidité, relativement faibles, évidemment, mais réels. Enfin, et cela est une raison qui deviendra peut-être majeure par la suite : l'extraction au sable permet de travailler sur un échantillon jusqu'à dix fois plus important que celui indiqué dans la méthode internationale (3 grammes seulement). Nous n'ignorons pas que l'on a l'habitude de prendre quelques grammes seulement, mais étant donné l'homogénéité imparfaite du fromage (même après homogénéisation), il pourrait se faire qu'après preuves d'utilité, cette



habitude se modifie, car ainsi les erreurs d'approximation seraient infiniment plus réduites. Nous pensons que les écarts entre les divers résultats analytiques (obtenus par une même méthode d'expertise et sur un même échantillon homogénéisé) proviennent plus des écarts de composition entre les faibles prises faites sur l'échantillon homogénéisé que des imperfections de la méthode. Les essais comparatifs faits avec des prises de une à plusieurs dizaines de grammes parlent dans ce sens.

\* \* \*

En conclusion, compte tenu de toutes ces observations, nous souhaitons que la Commission internationale pour l'unification des Méthodes de prélèvements et d'analyse des fromages, à la suite d'une étude critique approfondie et impartiale, modifie ses conclusions actuelles pour choisir une méthode « au sable ».

## **NOUVELLE APPLICATION DE LA LAMPE DE QUARTZ A HAUTE TENSION A VAPEUR DE MERCURE IRRADIATION DES EAUX D'ALIMENTATION. DES CHAUDIÈRES POUR EMPÊCHER L'ENTARTRAGE**

par

Docteur JEAN VIEILLY  
Vétérinaire

Il y a deux ans, je signalais dans « Le Lait » (1) les effets intéressants de cette lampe sur le lait circulant à l'abri de l'air en couche mince dans des tubes de quartz.

Ayant conçu et réalisé un appareil simple et pratique pour l'expérimentation, j'ai été amené à utiliser pour l'irradiation d'autres fluides tels que le vin, le sang, les alcools, l'eau pour essayer de comprendre certains effets.

C'est de l'action des ultra-violets sur l'eau dont je veux parler plus particulièrement aujourd'hui, car elle me paraît éclairer un certain nombre de phénomènes desquels il n'a pas été donné, jusqu'à présent à ma connaissance, d'explication satisfaisante.

Depuis dix-huit mois, à titre d'essai, j'alimente ma chaudière Field avec de l'eau irradiée, à raison de 1 m<sup>3</sup> par jour environ ( $\frac{1}{4}$  d'eau de récupération et  $\frac{3}{4}$  d'eau de source irradiée). Le détartrage a lieu tous les trois ou quatre mois.

Avant l'expérience, se déposait sur la tôle d'acier un tartre dur qui ne s'enlevait que par piquetage ou avec l'aide de désincrusters.

Au premier détartrage, avec l'emploi d'eau irradiée, je n'eus plus à piquer la chaudière : des plaques de tartre de couleur

(1) « Le Lait » t. XVII, n° 166, juin 1937, p. 576 et n° 167, juillet-août, p. 707.