

dispersion de la matière grasse qu'il renferme. Cependant les globules gras, sphériques, s'y trouvent sous deux états.

Les uns sont libres comme ceux du lait normal et leur diamètre oscille entre 1 μ et 20 μ . Les autres sont inclus dans des cellules leucocytaires qui ont été décrites sous le nom de Corpuscules de DONNE et dont les dimensions vont de 15 à 40 μ .

D'après OTT de VRIES [160] et REISSIG [200], le nombre des gros globules est élevé par comparaison avec le lait normal.

En étudiant le degré de dispersion de la matière grasse, WEIGMANN [259] a trouvé que, jusqu'au sixième jour, ce degré est fortement modifié : le nombre des petits globules l'emporte sur celui des gros, tandis que le nombre de globules moyens est sensiblement le même que dans le lait. (A suivre.)

LA GRADUATION DES BUTYROMÈTRES A CRÈME

UN NOUVEAU MODÈLE DE BUTYROMÈTRE

par

JEAN PIEN

Ingénieur Chimiste, Docteur ès Sciences, Directeur des Laboratoires de la Laiterie des Fermiers Réunis

Le problème qui se pose dans l'analyse industrielle des crèmes est le suivant :

Déterminer leur richesse et l'exprimer en grammes de matière grasse par kilogramme en effectuant l'analyse sur une prise d'essai pondérale (par exemple 5 grammes de crème).

Les raisons qui ont fait abandonner la prise d'essai volumétrique (par exemple 5 cm³ de crème) ainsi que l'expression des résultats par litre de crème sont trop connues pour qu'il soit nécessaire d'y insister de nouveau. Il est unanimement admis maintenant qu'il faut peser et non mesurer la prise d'essai et que le résultat doit être exprimé par kilogramme (ou pour 100 grammes) de crème.

La méthode d'analyse dite « Gerber-dilution » remplit automatiquement ces conditions puisqu'elle part de 10 grammes de crème dont on fait une dilution dans un volume final de 100 cm³. Cette dilution contient donc 100 grammes de crème par litre. La méthode Gerber classique appliquée à cette dilution (comme dans le cas d'un lait) donne, avec un butyromètre à lait classique gradué au litre, la richesse par litre de cette dilution, c'est-à-dire le poids de matière grasse contenue dans les 100 grammes de crème que comporte un litre de cette dilution. En multipliant par 10 le chiffre lu au butyromètre on obtient donc la richesse de la crème en grammes de matière grasse par kilogramme. Cette méthode simple supprime

toute discussion quant à la graduation du butyromètre puisqu'elle utilise le butyromètre à lait ordinaire sur la graduation duquel il ne peut plus maintenant y avoir de doute (1).

Si, au contraire, on désire employer une méthode directe ne faisant pas appel à la dilution et mettant en œuvre un butyromètre spécial pour crème, il est nécessaire de préciser la manière dont celui-ci doit être gradué.

Le but de la présente note est précisément l'étude des conditions auxquelles doit satisfaire la graduation d'un butyromètre spécial pour crèmes et la description du modèle nouveau que nous avons créé dans ce but.

* * *

VOLUME DE L'ÉCHELLE DES BUTYROMÈTRES A CRÈME

I. Définition de la graduation d'un butyromètre à crème

Il va de soi que cette définition est fonction des données du problème qui, d'après ce que nous venons de dire, sont les suivantes : partir de 5 grammes de crème et aboutir à un chiffre lu sur la graduation qui représente la richesse de la crème pour 100 grammes.

Cette graduation doit donc être telle qu'une petite division représente la richesse d'une crème contenant 1 gramme de matière grasse pour 100 grammes de crème (ou 10 grammes par kilogramme).

Or, nous introduisons 5 grammes de crème dans l'appareil. Dans le cas d'une crème hypothétique à 1 gramme de matière grasse pour 100 grammes (c'est-à-dire dont la richesse doit être représentée par une petite division), les 5 grammes mis en œuvre apportent 0 gr. 050 de matière grasse pure. C'est donc là ce à quoi doit correspondre la division qui traduit la richesse de cette crème.

Mais, en fait, la matière grasse contenue dans cette division n'est pas de la matière grasse pure. C'est de la matière grasse « impure » telle qu'elle se trouve séparée dans la technique Gerber, c'est-à-dire extraite par centrifugation du mélange contenant de l'acide sulfurique et de l'alcool amylique.

Il est donc indispensable d'examiner cette matière grasse pour en déduire, par l'analyse ou autrement, combien de matière grasse pure elle renferme. Ce renseignement permettra ensuite de savoir quel poids de cette matière grasse séparée renferme ou doit renfermer une division du butyromètre.

II. Composition de la matière grasse séparée dans le butyromètre

Or, l'analyse de cette matière grasse (prélevée par aspiration dans

(1) Voir notre étude sur cette question « La graduation des butyromètres à lait ». *Le Lait*, janvier 1942, pp. 22 à 38.

des butyromètres ouverts aux deux extrémités) est difficile à mener à bien, car cette substance renferme des acides gras volatils provenant d'une hydrolyse partielle de la matière grasse au contact de l'acide sulfurique chaud. Les acides gras doivent être comptés comme matière grasse « pure ». Mais, après l'extraction par des solvants appropriés, on en perd une partie à l'étude et le chiffre de matière grasse pure constaté est certainement inférieur à la réalité.

En procédant de cette manière nous avons trouvé des chiffres compris entre 97,9 et 98,3% en poids de matière grasse pure dans la matière grasse extraite des butyromètres. Nous considérons ces chiffres comme trop faibles pour la raison indiquée.

Nous avons donc résolu de faire appel à d'autres méthodes d'examen.

La première, inspirée de celle employée par CHAINEUX et SIMONART (1) et modifiée par nous, consiste à mesurer l'accroissement de volume subi par une certaine quantité de matière grasse pure du fait du traitement Gerber. Pour cela on introduit dans un butyromètre ouvert aux deux extrémités et préalablement chargé du mélange acide, eau, alcool amylique, un poids connu de matière grasse pure sèche. Après une première centrifugation à 70°, on note très exactement le volume occupé par cette matière grasse, en lisant le 1/10^e de division (à l'aide d'une loupe dans un bain-marie de verre). On porte ensuite les butyromètres à 80° (température développée dans les butyromètres au moment de l'agitation dans le cas du dosage normal). On retourne et agit violemment les butyromètres à cette température ; la matière grasse pure est émulsionnée et soumise au contact intime de l'acide sulfurique et de l'alcool amylique. On centrifuge dans les conditions habituelles et on procède à une nouvelle lecture très précise (au 1/10^e de division) à 70° comme précédemment. Si la matière grasse ainsi séparée est chargée d'impuretés, son volume doit être, pour une même température, supérieur à celui de la matière grasse initiale mise en œuvre. On calcule ainsi, pour un butyromètre donné, le pourcentage d'augmentation du volume de la matière grasse pure et on répète l'opération sur plusieurs appareils.

La moyenne d'un grand nombre de déterminations nous a permis de constater que la matière grasse finale « impure » contenait entre 98,8 et 99% en volume de matière grasse pure initiale. Pour ramener ce pourcentage volumétrique à un pourcentage pondéral, il faut faire une hypothèse quant à la nature de l'impureté. Si celle-ci est constituée par de l'alcool amylique, le calcul montre que le taux de matière grasse pure dans la matière grasse

(1) CHAINEUX et SIMONART. Note sur le dosage de la matière grasse par la méthode Gerber. *Agricultura*, septembre 1938.

extraite est compris entre 98,9 et 99,1%. Si l'impureté n'était constituée que par de l'acide sulfurique, le taux précédent s'abaisserait à 98,2-98,4. Mais il est évident que l'impureté de cette matière grasse est constituée à la fois par de l'acide sulfurique libre ou combiné et par de l'alcool amylique ou des esters sulfuriques de cet alcool. D'ailleurs des dosages directs de l'ion SO_4 dans la matière grasse extraite (0,9% en poids en moyenne) nous ont permis, tous calculs faits, d'évaluer à 98,6-98,7 le pourcentage pondéral de matière grasse pure dans la matière grasse extraite.

Nous avons imaginé une seconde méthode qui est la suivante : un certain poids de matière grasse pure est introduit dans un butyromètre et soumis au traitement Gerber. Après centrifugation, on extrait intégralement la matière grasse séparée par une aspiration lente combinée à un lessivage continu à l'éther sulfurique. Nous avons vérifié que cette technique permet d'extraire intégralement la matière grasse sans intéresser la couche hydro-acide sous-jacente. Il suffit alors d'évaporer à basse température le solvant pour obtenir directement le poids de matière grasse « impure » formé à partir du poids de matière grasse pure mis en œuvre. Plusieurs séries d'essais de cette nature nous ont montré que 100 gr. de matière grasse « impure » provenaient du traitement de 98 gr. 7 de matière grasse pure (ou, pratiquement, « contenaient » ce poids de matière grasse pure). Les chiffres précédents se trouvaient donc confirmés.

Notons enfin que CHAINEUX et SIMONART, par un dosage direct de l'alcool amylique (distillation sous vide de la matière grasse) ont obtenu un pourcentage de matière grasse pure de 98,76% en poids.

Bien entendu, toutes ces méthodes supposent que le liquide hydro-acide sous-jacent est exempt de matière grasse. En fait, ce liquide soumis à l'extraction étherée, abandonne un résidu de 160 mgr. par litre de liquide hydro-acide, soit environ 3 mgr. dans le cas du dosage d'une crème pour un poids total de matière grasse extraite de l'ordre de 1 gr. 5 à 3 gr. D'où une erreur possible de 1 à 2 pour mille au maximum, que nous considérons ici comme tout à fait négligeable.

Nous en arrivons donc à cette conclusion que 100 gr. de matière grasse extraite dans le butyromètre (cas de l'analyse d'une crème) contient ou provient de 98 gr. 7 de matière grasse pure ou, ce qui revient au même, que 1 gr. de matière pure conduit à 1 gr. 013 de matière grasse séparée dans l'échelle de l'appareil.

Par conséquent la graduation du butyromètre à crème, qui doit correspondre à 50 mgr. de matière grasse pure, doit en réalité contenir au moment et dans les conditions de la lecture : 50 mgr. 65 de matière grasse extraite ou impure ».

Mais cette donnée pondérale serait inutilisable dans le contrôle ou dans la fabrication des appareils. Ce qu'il nous faut connaître, c'est le *volume réel* de la division ainsi définie.

Connaissant le poids de matière grasse correspondant à une division, il serait facile d'en déduire le volume réel soit à 65-70°, soit à 20° si nous connaissions la densité réelle de la matière grasse séparée selon Gerber et considérée à 65-70°.

III. Densité de la matière grasse extraite

Nous avons antérieurement effectué cette détermination de la matière grasse pure extraite selon Gerber dans l'analyse du lait (voir *Le Lait*, janvier 1942, pp. 22 à 38). Nous avons montré que cette densité est égale à 0,883.

Les conditions du dosage de la matière grasse des crèmes étant légèrement différentes, nous avons cru nécessaire de procéder à une étude semblable de la densité de la matière grasse extraite selon Gerber dans la technique d'analyse des crèmes.

Les résultats obtenus pour la matière grasse de la crème ont été pratiquement les mêmes que ceux auxquels nous avons été conduits pour le lait : la moyenne de plusieurs essais nous a donné le chiffre de 0,884 avec une incertitude inférieure au millième.

IV. Volume d'une graduation de l'échelle

Il est maintenant facile de calculer le volume à 67° d'une division du butyromètre à crème :

$$V_{67^{\circ}} = \frac{\text{Poids de la matière grasse extraite}}{\text{Densité}} = \frac{0,05065}{0,884} = 0 \text{ cm}^3 05729.$$

Or, pour la pratique (construction et vérification des butyromètres), ce qu'il est intéressant de connaître, c'est le volume à la température ordinaire (20°). En suivant un raisonnement exactement semblable à celui que nous avons utilisé dans notre étude antérieure, nous aboutissons à :

$$V_{20^{\circ}} = \frac{0,05729}{1,001057} = 0 \text{ cm}^3 05722.$$

V. Volume des échelles entières

Le volume que nous venons de calculer est celui d'une petite division représentant 1 gramme de matière grasse pour 100 grammes de crème (ou 10 grammes par kilogramme).

Pour des échelles entières, le volume total à 20° est donc le suivant :

Echelle de 50 divisions	2 cm ³ 861
Echelle de 60 divisions	3 cm ³ 433
Echelle de 70 divisions	4 cm ³ 005

VI. — Correction due au ménisque

Les volumes que nous venons de définir représenteraient exactement le volume de la matière grasse extraite si celle-ci était comprise entre deux plans perpendiculaires à l'axe de l'échelle qui constitueraient les limites inférieure et supérieure de la lecture.

En fait, l'extrémité supérieure de la colonne grasse est terminée par un ménisque qui se trouve en dehors de la lecture proprement dite, puisque celle-ci s'arrête au plan tangent à ce ménisque.

Les volumes calculés plus haut représentent le volume de matière grasse totale séparée, ménisque compris. Les graduations dont nous cherchons le volume pour l'établissement du butyromètre ne doivent donc pas comprendre ce ménisque qui reste toujours en dehors de la lecture. Elles doivent être égales au volume précédent diminué de celui du ménisque.

Or, par des méthodes optiques et graphiques nous avons pu établir que, dans le butyromètre à tige cylindrique de 8 mm. de diamètre intérieur dont nous préconisons l'emploi, le volume de ce ménisque est égal à 0 cm³ 030.

Comme il s'agit d'un terme soustractif constant susceptible d'affecter toutes les lectures possibles de 0 à 60 divisions par exemple, il en résulte qu'une échelle rigoureuse devrait être formée de traits non équidistants. En fait, le calcul montre que si l'on effectue cette correction sur une valeur moyenne de l'échelle (40 par exemple) et si l'on prend la valeur ainsi obtenue d'une division pour graduer l'échelle entière à l'aide de traits équidistants, l'erreur maximum commise aux extrémités est inférieure à 1/4 de division, ce qui peut être négligé.

D'après les valeurs calculées précédemment, 40 divisions (par exemple) représentent 2 cm³ 2888. Retranchons-en la valeur du ménisque. Il reste 2 cm³ 2588 soit, pour une division moyenne : 0 cm³ 85647.

Dans ces conditions, le *volume réel des échelles entières* est le suivant :

Echelle de 50 divisions	2 cm ³ 823
Echelle de 60 divisions	3 cm ³ 388
Echelle de 70 divisions	3 cm ³ 952

* * *

NOUVEAU MODÈLE DE BUTYROMÈTRE

Nous avons créé un nouveau modèle de butyromètre à crème (1) basé sur les données précédentes. Son échelle cylindrique est de 60 divisions. Cet appareil comporte une seule ouverture, mais son bouchon porte une cupule comme le butyromètre Røeder. La pesée de la crème se fait donc en dehors du butyromètre.

Mode d'emploi :

Le butyromètre est d'abord garni de 10 cm³ d'acide sulfurique Gerber (densité 1,820-1,825), puis de 5 cm³ d'eau ordinaire et de 1 cm³ d'alcool amylique.

D'autre part, sur un trébuchet de demi-précision on pèse, dans la cupule portée par le bouchon, 5 grammes de crème ou un poids voisin (en utilisant par exemple une seringue de 5 cm³).

On incline le butyromètre à 45° et on introduit la cupule dans l'appareil sans avoir à redouter que la crème se déverse dans les cannelures. On enfonce le bouchon avec soin. On agite alors le ou les butyromètres dans les conditions habituelles, on centrifuge et termine l'analyse comme dans le cas d'un lait. Le chiffre lu sur l'échelle (après 5 minutes de séjour au bain-marie à 65-70°) donne directement la teneur de la crème en matière grasse par kilogramme — si l'on a pris soin de peser exactement 5 grammes de crème. Si cette pesée a été différente de 5 grammes, le résultat sera corrigé par une simple règle de trois ou par l'emploi d'un abaqué destiné à remplacer cette règle de trois.

Remarque importante

Le butyromètre ainsi défini permet également de doser la matière grasse par *litre de crème* en opérant sur 5 cm³ exactement. En effet :

Soit une crème titrant 10 grammes de matière grasse par litre. Sa richesse au litre, lue sur l'échelle du butyromètre, doit être exprimée par une division.

Or, en introduisant dans le butyromètre 5 cm³ de cette crème, on apporte $\frac{10 \times 5}{1.000}$ ou 50 milligrammes de matière grasse pure (exactement comme dans le cas d'une crème à 10 grammes par kilogramme

(1) Il sera construit en série par les Etablissements Prolabo dès que les circonstances le permettront.

dont on pesait 5 grammes). La division doit donc avoir la même valeur absolue dans les deux cas. La même échelle peut donc servir aux deux usages.

Ainsi le même butyromètre permettra de connaître :

La richesse de la crème au kilogramme, à condition d'y introduire 5 grammes de crème.

La richesse de la crème au litre, à condition d'y introduire 5 cm³ de crème.

BIBLIOGRAPHIE ANALYTIQUE

1^o LES LIVRES

HERNING (S.). — **27 de Beretning fra Statens Forsogsmejeri.**

2. Aarsberetning, 1939-1940 (27^e Rapport de la Station d'Essais de Laiterie de l'Etat danois. 2^e Rapport annuel, 1939-1940). Un vol. br. de 83 p., avec tabl., diag. et fig., 1940. A. Bang, Vesterbrogade, 60, Copenhague, V. Prix : 1,50 cour. danoise.

La première partie du rapport donne des détails sur l'administration et le fonctionnement de la laiterie ainsi que sur l'exécution des essais.

Les événements ont obligé la Station d'Essais de Laiterie de l'Etat danois à s'occuper de questions d'ordre plus particulièrement pratique que précédemment.

Trois rapports ont, néanmoins, été publiés : les numéros 24, 25 et 26, dont *Le Lait* a déjà publié des comptes rendus.

Des essais sont en cours pour savoir s'il est possible de fabriquer un bon fromage d'Emmental avec du lait de mélange chauffé. Il a fallu d'abord mettre en route une production stable et convenable d'Emmental à l'aide de lait cru extra. Les essais ont ensuite été mis en train. Ils ne sont pas encore terminés ; mais on peut déjà affirmer qu'il est possible de préparer de l'Emmental de première qualité avec du lait de mélange chauffé. La seule qualité du fromage qui soit un peu amoindrie est l'arome ; mais il est probable qu'on parviendra à l'améliorer par une autre composition de cultures, dans laquelle une bactérie propionique bien choisie aura à jouer un rôle important.

Une autre série d'essais en cours a trait à la purification des eaux usées des laiteries. Les circonstances locales jouent un très grand rôle dans cette