

# LE LAIT

REVUE GÉNÉRALE DES QUESTIONS LAITIÈRES

## SOMMAIRE

### Mémoires originaux :

A. FOSCHINI. — Sur la détermination de l'acidité titrable du lait . . . . .	225
E. GOIFFON. — Dosage colorimétrique de la caséine, de la lactalbumine et des polypeptides du lait . . . . .	231
M. LELONG, M <sup>me</sup> F. ALISON et J. VINCENEUX. — Sécrétion lactée humaine et alimentation hydrique . . . . .	237
J. CAMINOPETROS. — Le lait, source de contamination de l'homme et des animaux dans la transmission de la fièvre du Queensland observée en Grèce . . . . .	246

### Revue :

G. GÉNIN. — L'industrie laitière dans le monde . . . . .	251
----------------------------------------------------------	-----

### Bibliographie analytique :

1 <sup>o</sup> Les livres . . . . .	260
-------------------------------------	-----

2 <sup>o</sup> Journaux, Revues, Sociétés savantes . . . . .	269
3 <sup>o</sup> Brevets . . . . .	308

### Bulletin bibliographique :

1 <sup>o</sup> Les livres . . . . .	309
2 <sup>o</sup> Journaux, Revues, Sociétés savantes . . . . .	310
3 <sup>o</sup> Brevets . . . . .	313

### Supplément technique :

G. GÉNIN. — La fabrication d'objets moulés en partant d'un nouveau dérivé de la caséine : la carbamidocaseïne . . . . .	315
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----

### BULLETIN ANALYTIQUE :

1 <sup>o</sup> Revues . . . . .	323
2 <sup>o</sup> Brevets . . . . .	330

### Documents et informations :

M. BEAU. — La situation laitière . . . . .	333
Exposition de l'Habitat rural . . . . .	336
Nécrologie : Louis FERRÉ . . . . .	336

## MÉMOIRES ORIGINAUX (1)

### SUR LA DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ TITRABLE DU LAIT

par

ARNALDO FOSCHINI

On sait que de tous les essais que l'on fait sur le lait, on donne une importance particulière à ceux qui tendent à en vérifier la fraîcheur et l'état de conservation. Et puisque dans la généralité des cas, l'altération la plus apparente que le lait subit par le fait du temps est l'acidification, il a été trouvé convenable de retenir la mesure de l'acidité comme indice de la possibilité même d'emploi du lait dans l'alimentation.

Le motif de ce choix est évident si l'on considère que la forma-

(1) Reproduction interdite sans indication de source.

tion d'acide lactique aux dépens du lactose indique la présence de conditions favorables au développement microbien.

La mesure de l'acidité peut être effectuée par la détermination de l'acidité titrable avec la soude caustique et la phénolphtaléine, ou bien par la détermination de la concentration en ions « hydrogène » (acidité ionique). Le premier de ces systèmes est certainement le plus souvent suivi pour les usages pratiques, et c'est à lui que j'entends me référer dans la présente étude.

Il a été plusieurs fois relevé que ce qui est connu sous le nom d'« acidité » ne représente en définitive que la quantité d'alcali nécessaire pour porter un liquide aussi fortement tamponné que le lait, du  $pH$  initial au  $pH$  dans lequel la phénolphtaléine montre une notable couleur rouge (environ 8,5).

Abstraction faite de l'arbitraire des conditions choisies pour cette mesure, et en tenant compte que la quantité des alcalis nécessaires pour arriver au virage de la phénolphtaléine dépend, dans les laits traités fraîchement, de la concentration des substances de nature acide (caséine, phosphates acides, etc.), c'est-à-dire en définitive de leurs plus fortes ou plus faibles qualités nutritives (d'où on ne peut toujours déduire que les laits ayant la même acidité sont dans la même condition de conservation) ; toutefois, l'on peut affirmer que l'essai est de grande utilité pratique en tant que les différences de constitution ne sont jamais très grandes et que dans les laits de mélange elles deviennent insignifiantes.

Comme on le sait, la technique pour déterminer l'acidité du lait consiste essentiellement à prélever une certaine quantité du lait même, à ajouter une solution alcoolique de phénolphtaléine et à titrer moyennant une solution d'hydroxyde de soude.

La quantité de lait, la quantité de phénolphtaléine et le titre de la solution alcaline à employer varient suivant les divers auteurs.

On a ainsi la méthode de SOXHLET-HENKEL (1884) suivant laquelle 50 cm<sup>3</sup> de lait, additionnés de 1 cm<sup>3</sup> de phénolphtaléine à 1 % sont titrés avec l'hydroxyde de soude N/4. Successivement PETER proposa d'employer 10 cm<sup>3</sup> de lait au lieu de 50 cm<sup>3</sup>.

Suivant la méthode de PFEIFFER ou de THÖRNER (1893), on doit employer 10 cm<sup>3</sup> de lait et 1 cm<sup>3</sup> de solution de phénolphtaléine à 1 %, et l'on doit titrer avec de la soude caustique 0,1 N. Suivant DORNIC (1897) on emploie 10 cm<sup>3</sup> de lait, comme indicateur la phénolphtaléine et l'on titre avec l'hydroxyde de soude N/9. D'autres auteurs emploient enfin 100 cm<sup>3</sup> de lait et la solution de phénolphtaléine à 2 % au lieu de 1 %.

Les résultats s'expriment conventionnellement ou avec le nombre de centimètres cubes de soude caustique N/4 employés

(degrés d'acidité Soxhlet), ou bien en grammes d'acide lactique pour mille, ou en décigrammes (degré Dornic).

Quelle que soit la méthode suivie, on titre donc avec l'éventuelle acidité de fermentation, l'acidité de toutes les substances acides à la phénolphtaléine.

Parmi ces substances, il apparaît évident que l'on doit comprendre aussi l'anhydride carbonique et en effet, plusieurs auteurs, tout en n'en précisant pas l'importance, indiquent ce gaz comme un des facteurs de l'acidité du lait. Il en est aussi qui admettent (1) que  $\text{CO}_2$  intervient pour 0,1-0,2%, exprimé en acide lactique, et d'autres qui ont cru pouvoir affirmer que les variations d'acidité par suite de l'effet des variations du taux d'anhydride carbonique sont totalement négligeables, ou, ce qui revient au même, que l'acidité est pratiquement indépendante de l'anhydride carbonique (2). Dans les essais analytiques courants, suivant la technique ci-dessus mentionnée, on opère justement sans tenir aucun compte de l'anhydride carbonique.

Comme il me semblait qu'une telle manière de procéder devait être inexacte et par conséquent cause d'erreurs, j'ai voulu avant tout déterminer l'acidité du lait à peine trait, évitant toute perte gazeuse, et en conséquence j'ai voulu vérifier les variations d'acidité en relation avec les variations de la teneur en anhydride carbonique.

Les expériences furent conduites suivant la technique dont je parlerai ci-après. Les laits dont j'ai voulu déterminer l'acidité et le contenu en  $\text{CO}_2$  dans l'état dans lequel ces laits se trouvent au sortir de la mamelle, furent traités et conservés sous huile de vaseline, de manière tout à fait analogue à celle décrite dans un de mes ouvrages (3) précédents. Les laits individuels ou de mélange dont je voulais augmenter artificiellement la teneur en  $\text{CO}_2$ , dans le but de mieux observer les variations en acidité, furent eux aussi protégés avec une couche d'huile de vaseline d'une épaisseur suffisante après y avoir fait barboter pendant quelque temps du gaz carbonique. Pour déterminer avec exactitude l'acidité absolue, sur chaque échantillon, il fut déterminé en un premier moment et d'une manière approximative, l'acidité, suivant les procédés usuels, puis furent introduits dans un cylindre muni d'un bouchon à l'émeri, les centimètres cubes de soude caustique N/9 établis par l'essai précédent pour neutraliser 100  $\text{cm}^3$  de lait, la solution de phénolphtaléine, et enfin, moyennant un siphon plongé dans la solution alcaline, les 100  $\text{cm}^3$  de lait. Après une agitation modérée, le titrage fut complété par des additions successives de soude caustique à petites doses. Si

L. L. Van Slyke et J. C. Parker. *Jour. Biol.*, t. XL, 1919.

(3) A. Foschini et M. Talenti. *Ann. Igiene*, t. LII, 69, 1942.

la différence entre le premier et le second essai se révélait trop grand, on en exécutait un troisième avec la technique ci-dessus décrite, en introduisant dans le cylindre la quantité d'alcali établie dans le second essai.

Sur une autre partie du même lait fut exécutée la détermination de l'anhydride carbonique moyennant l'appareil préparé exprès et déjà décrit précédemment (1), et sur le lait ainsi privé de l'anhydride carbonique fut mesurée l'acidité sans aucune préparation particulière.

Les résultats de ces opérations sont résumés dans le tableau suivant :

N° de l'échantillon	Echantillon	Contenu en CO <sup>2</sup> (mgr. par litre)	Acidité en acide lactique
1.....	Lait traité sous huile de vaseline .	200	1,85
	Lait privé du CO <sub>2</sub>	0	1,45
2.....	Lait traité sous huile de vaseline .	220	1,85
	Lait privé du CO <sub>2</sub> .....	0	1,40
3.....	Lait traité sans aucune précaution particulière	105	1,70
	Lait carbonaté	170	1,85
	Lait privé du CO <sub>2</sub>	0	1,50
4.....	Lait de mélange carbonaté	180	1,85
	Lait privé du CO <sub>2</sub>	0	1,50
5.....	Lait de mélange carbonaté . . . .	1.116	3,70
	Lait privé du CO <sub>2</sub>	0	1,50

Comme on le voit par les données ci-dessus, les variations en acidité du lait correspondent, comme cela était prévu, aux variations de teneur en CO<sup>2</sup>, au point que ce contenu pourrait être déterminé par la différence d'acidité en présence et en absence du CO<sup>2</sup> même, en relation avec la sensibilité qui peut être offerte par le titre du lait à la phénolphthaléine.

En effet, dans le premier échantillon, la différence d'acidité est de 0,4‰ en acide lactique et correspond à 195 milligrammes de CO<sup>2</sup> par litre, tandis que la quantité trouvée est de 200 milligrammes. Dans le second échantillon, la différence en acidité est de 0,45‰ et correspond à 220 milligrammes de CO<sup>2</sup>, c'est-à-dire autant que l'on en a trouvé. Dans le troisième échantillon, la différence en

(1) A. Foschini et M. Talenti. *Zeit. an. Chem.*, 1942, 123-408.

acidité entre le lait privé du  $\text{CO}_2$  et le lait tel quel est de 0,20‰, égale à 100 de  $\text{CO}_2$  (trouvés 105) et la différence avec le lait carbonaté est de 0,35‰ qui correspond à 171 milligrammes de  $\text{CO}_2$  (trouvés 170). Dans le quatrième échantillon la différence 0,35‰ qui correspond à 171 milligrammes (trouvés 180). Dans le cinquième échantillon enfin, la différence est de 2,2‰ et correspond à 1.075 milligrammes de  $\text{CO}_2$  (trouvés 1.116).

Du même tableau, on peut relever que l'acidité des laits traités sous huile de vaseline (et des laits carbonatés dont la teneur en  $\text{CO}_2$  a été artificiellement rapportée à la teneur des premiers), est plutôt élevée telle qu'elle se trouve près de la limite légalement consentie pour le lait alimentaire. Il faut relever aussi que même pour les laits traités sans précautions spéciales, la valeur de l'acidité se révèle toujours nettement supérieure à celle attribuée aux laits frais, lorsque la détermination est effectuée avec les précautions décrites. Cela signifie que dans la détermination de l'acidité suivant les procédés habituels, l'anhydride carbonique est titré seulement partiellement.

Dans les titrages que j'ai exécutés à ce propos, immédiatement après la traite, en prélevant au moyen d'une pipette 10  $\text{cm}^3$  de lait, et en le neutralisant à la phénolphthaléine avec la soude caustique N/9, j'ai pu constater que les résultats étaient sujets à des variations assez notables d'un essai à un autre du même échantillon. J'ai rencontré souvent dans un même échantillon de lait à peine traité, dans des essais successifs, des acidités exprimées par des nombres comme 1,50, 1,70, 1,75, et il m'est parvenu, par des informations privées, que cela a déjà été observé quelquefois dans la pratique sans qu'il ait été donné à ce fait aucune interprétation. Evidemment ceci est dû presque exclusivement à la manière d'introduire l'alcali nécessaire au titrage et aux agitations auxquelles on soumet le lait durant l'opération.

Quelque chose de semblable se vérifie aussi durant le titrage du  $\text{CO}_2$  libre dans les eaux avec le système de KLUT, et on sait bien que dans l'exécution de cet essai on recommande (bien qu'on agisse sur 100  $\text{cm}^3$  de liquide et non sur 10  $\text{cm}^3$ ) de procéder à un ou même à plusieurs titrages préliminaires, afin de pouvoir introduire préventivement dans les titrages définitifs la quasi totalité de l'alcali nécessaire pour le dosage. Des expériences faites sur de l'eau distillée, artificiellement portée à une teneur de  $\text{CO}_2$  égale à la teneur normale du lait, ont démontré qu'en opérant sur 10  $\text{cm}^3$  et sans les précautions prescrites, les résultats sont très variables et toujours inférieurs à ceux correspondants à la quantité de  $\text{CO}_2$  réellement présente.

En pratique, les conséquences de cette cause d'erreur dans la

mesure de l'acidité du lait sont cependant contenues dans des limites plus modestes que celles que nous avons mentionnées, et cela parce que généralement le contrôle hygiénique est fait sur des laits de mélange qui non seulement ont été traités (et cela est naturel) sans aucune précaution particulière en égard aux pertes gazeuses, mais ces laits ont subi des opérations de transport, de brassage, etc., qui en ont réduit notablement, comme cela a été signalé (1) le contenu en  $\text{CO}^2$ . On peut donc retenir que dans le dosage de l'acidité du lait suivant la technique courante, seulement des petites quantités de  $\text{CO}^2$  interviennent dans le titrage.

Mais puisque, comme cela a été dit précédemment, les erreurs dans lesquelles on peut tomber, peuvent avoir, en des cas déterminés, une sérieuse importance, au point de vue hygiénique et, plus encore, au point de vue scientifique, il serait à désirer que la détermination de l'acidité au moins dans les cas douteux, ou dans les cas où il soit nécessaire d'obtenir un résultat rigoureusement exact, il serait à désirer, dis-je, que cette détermination fût effectuée toujours en l'absence d'anhydride carbonique, de manière que les données obtenues soient toujours comparables entre elles. Cela peut être réalisé en soumettant pour un peu de temps les centimètres cubes du lait prélevés pour l'essai à un réchauffement modéré sous vide partiel, en se servant d'une pompe à eau, et en agitant continuellement avant d'effectuer le titrage.

Si toutefois il était nécessaire de déterminer l'acidité effective du lait, on recommande d'effectuer l'essai avec la méthode qui a été décrite dans le cours de cet ouvrage, dans le but d'éviter les pertes de  $\text{CO}^2$ .

### Récapitulation

Nous attirons l'attention des expérimentateurs et des techniciens sur l'importance du  $\text{CO}^2$  dans le titrage de l'acidité du lait. Nous avons mis en évidence que les variations du contenu en  $\text{CO}^2$  influent quantitativement, comme cela était à prévoir, sur les variations de l'acidité, et que, dans les titrages effectués avec la technique courante, soit le prélèvement au moyen de la pipette, soit le successif battage répété pendant l'adjonction, en petites portions, de la soude caustique, provoquent la perte de quantités variables, mais toujours notables, de  $\text{CO}^2$ , ce qui constitue une cause d'erreur non constante.

Nous suggérons, par conséquent, une technique propre à éviter la perte du gaz pendant le titrage quand on veut mesurer l'acidité effective et nous conseillons l'éloignement préventif du  $\text{CO}^2$  quand on veut obtenir, comme cela est généralement demandé dans la pra-

(1) A. Foschini et M. Talenti. *Ann. Igiene (loco cit.)*.

tique, des données qui, quoique n'étant pas vraies en manière absolue, sont toutefois bien comparables entre elles.

(Istituto di Merceologia della Università di Roma, Ottobre 1948.)

## DOSAGE COLORIMÉTRIQUE DE LA CASÉINE, DE LA LACTALBUMINE ET DES POLYPEPTIDES DU LAIT

par

ETIENNE GOIFFON

Ingénieur I. A. N.

Dans un mémoire précédent, nous avons indiqué une méthode colorimétrique de dosage des protides du lait. En présence de la tyrosine et du tryptophane contenus dans ces protides, on obtient une réduction proportionnelle du réactif phospho-tungstomolybdique (réactif des phénols). On mesure la coloration bleue formée au colorimètre ou au photomètre.

Nous avons indiqué dans cette publication tous les détails de technique nécessaires. Il était intéressant de mesurer les protides en bloc, car c'est jusqu'à présent ce qui a été proposé le plus souvent dans les manuels au moyen du dosage de l'azote total : c'est cette donnée, d'ailleurs, qui fournit la valeur alimentaire du lait du point de vue substances azotées, dont la valeur nutritive est sensiblement la même, qu'il s'agisse de caséine, d'albumine ou de protides. Il n'en est pas moins vrai qu'il peut être utile de doser séparément chacun de ces trois éléments.

Nous nous proposons de donner ici un procédé basé sur le même principe colorimétrique nous permettant d'isoler dans une même suite d'opérations, chacun de ces trois protides et de les doser en mesurant leur pouvoir chromogène, dû à leur teneur en tyrosine et en tryptophane, vis-à-vis du réactif des phénols.

### Intérêt du dosage séparé des protides

#### a) Caséine.

Il est inutile d'insister sur l'utilité de mesurer la caséine seule, ce qui est d'un intérêt bien connu soit dans l'industrie de la caséine soit dans la fromagerie.

#### b) Lactalbumine.

On s'est préoccupé, à côté de la caséine, de doser la lactalbumine du lait ; cette substance existe à une concentration avoisinant 2 grammes par litre dans le lait de vache, se retrouve dans le petit-lait issu de la fabrication des fromages.