

## APPLICATION INDUSTRIELLE DE LONGUE DURÉE DE LA MÉTHODE DE DÉTERMINATION DE LA RICHESSE EN MATIÈRE GRASSE DES CRÈMES PAR LA MESURE DE L'EXTRAIT SEC (1)

par

P. STENNE

Directeur du Laboratoire des Etablissements Deschamps

A. CAMUS

Directeur de Recherches à l'I.N.R.A.

### Principe de la méthode.

Le principe de cette méthode a été plusieurs fois exposé et nous le rappellerons brièvement.

Une crème pure est composée de matière grasse et de lait écrémé. Ce dernier est lui-même composé d'eau et d'une certaine proportion d'extrait sec qui, déterminée par de très nombreuses analyses, a été trouvée à peu près constante et voisine de 9,1%. Cette constante a permis d'établir la formule qui est à la base de la méthode, soit : 100 grammes de crème = matière grasse % + humidité % + 0,091 (100 — mat. gr.), d'où l'on tire :

$$\text{matière grasse \%} = 100 - 1,1 H$$

Il est facile de montrer par le calcul qu'une variation de l'ordre de 10 % de la valeur de la constante d'extrait sec, n'affecte pas le résultat final dans des proportions suffisantes pour que la précision de la méthode devienne inférieure à celle des meilleures méthodes butyrométriques. Un abaque permet éventuellement d'apporter des corrections nécessaires.

Nous nous sommes attachés, dans ce travail, à la mise au point d'un appareillage et d'un mode opératoire compatibles à la fois avec une grande rapidité d'exécution et une précision au moins comparable à celle que nous donne la méthode Koehler-Bacot, la plus utilisée dans les laiteries normandes. C'est elle qui nous a servi de méthode de référence, la méthode S.B.R. étant impraticable industriellement sur un grand nombre d'échantillons.

### Appareillage.

1. Une balance à micromètre projeté sensible au milligramme ;
2. Une seringue de précision jaugée à 1 cm<sup>3</sup> ;
3. 500 coupelles en acier inoxydable, de forme tronconique (diamètre inférieur 4 cm., diamètre supérieur 5 cm.). Un rebord

(1) Mémoire présenté au XIV<sup>e</sup> Congrès International du Lait. Rome, sept., 1956.

de 1 cm. de large présente une partie élargie relevée à angle droit sur laquelle sont gravées les tares à 5 mgr. près. Leurs poids sont très voisins, ce qui limite les manipulations au moment de la pesée ;

4. Une série de supports contenant chacun 24 coupelles ;

5. Une étuve à rayons infra-rouges, chauffée au gaz propane, spécialement conçue pour recevoir dans un champ d'éclairement homogène, un support de 24 coupelles. Un thermostat sensible permet de définir la longueur d'onde des rayons infra-rouges ;

6. Une armoire à dessiccation au chlorure de calcium, agencée pour le refroidissement des coupelles placées sur leur support ;

7. Un abaque cylindrique donnant le taux de matière grasse en fonction des poids d'eau évaporée, portés sur une réglette mobile, et du poids de crème. Un léger déplacement de la réglette mobile permet éventuellement de corriger l'erreur minime commise sur le taux d'extrait sec non gras ;

8. Une balance spéciale, imaginée pour les besoins de nos recherches et permettant de déterminer les courbes de dessiccation à l'intérieur de l'étuve.

### **Mode opératoire.**

Les échantillons de crème sont réchauffés au bain-marie et convenablement homogénéisés par séries de 24.

Les prélèvements sont faits sans délai avec la seringue jaugée et la première pesée donnant le poids de crème prélevé est effectuée immédiatement.

Après dessiccation dans l'étuve à infra-rouges, le support contenant les 24 coupelles est placé dans l'armoire à chlorure de calcium où il se refroidit.

### **Essais poursuivis et justification de l'appareillage et du mode opératoire.**

#### *1° Homogénéisation.*

Il s'agit-là d'un problème général qui n'est pas particulier à cette méthode. Nous insistons cependant sur la nécessité d'opérer très rapidement, sur une crème homogénéisée à 30-35° au maximum (température du bain-marie inférieure à 55°) pour éviter une évaporation sensible de l'échantillon.

#### *2° Prélèvements.*

Les coupelles, soigneusement dégraissées, rincées, séchées et refroidies doivent être billantes. Pour une opération rapide, elles sont alignées dans leur support près de la balance. Chacune n'est remplie que lorsque la précédente est pesée.

Le centimètre cube de crème prélevé est étalé dans le fond de

la coupelle pour offrir à l'action des infra-rouges une épaisseur aussi réduite que possible.

La quantité de crème prélevée a été limitée à 1 cm<sup>3</sup>, après une série d'expériences qui nous ont amenés aux conclusions suivantes :

a) 1 cm<sup>3</sup> de crème prélevé dans un échantillon bien homogénéisé est aussi représentatif de cet échantillon que 5 cm<sup>3</sup> ;

b) Avec une organisation de travail bien conçue, il se passe au maximum 15 secondes entre le prélèvement et la pesée et l'évaporation est au plus de 1 à 2 milligrammes, soit en moyenne 1,5 ‰, valeur trop faible pour influencer le résultat final. Le faible volume de crème est aussitôt refroidi par son étalement et ne fait pas intervenir un coefficient de température sur la pesée ;

c) L'épaisseur réduite de la couche de crème est un facteur déterminant de la rapidité et de la régularité de la dessiccation ; d'une part, la mise en température de l'échantillon est inversement proportionnelle à son épaisseur ; d'autre part, le faible pouvoir d'absorption de la crème vis-à-vis des infra-rouges, dû au coefficient de réflexion notable, incite à l'étaler au maximum. Cette faible épaisseur empêche le croûtage, permet la dessiccation dans la masse et non plus par couches d'humidité croissante, sans soubresauts et par suite sans projections ;

d) Pour un laboratoire faisant quotidiennement 500 analyses de crème au taux moyen de 45 % de matière grasse, l'économie journalière est de 900 grammes de matière grasse, ce qui représente actuellement une économie annuelle de l'ordre de 150.000 francs.

### 3° *Pesée.*

Cette opération n'appelle pas de commentaires. La tare des coupelles demeure stable pendant de longs mois et ne nécessite qu'un contrôle bisannuel. Lue directement sur l'anse de la coupelle, elle permet de prendre les capsules dans un ordre quelconque. Cet avantage n'existe pas avec les capsules d'aluminium qui sont à prohiber.

### 4° *Dessiccation.*

Les premiers essais ont été réalisés avec une étuve d'ambiance à 100-105°. Nous l'avons rapidement abandonnée en raison :

a) des niveaux de chaleur très inégaux obtenus dans le modèle dont nous disposions, l'homogénéité ne pouvant être réalisée que dans certains modèles d'étuves très onéreux ;

b) de l'impossibilité de vérifier la parfaite dessiccation des échantillons après un certain temps de séjour ;

c) du risque de dégradation de la crème, avec perte de poids, après un séjour prolongé à température trop haute ;

d) de l'organisation du travail comptable de l'usine qui nécessite la remise des résultats dans un délai aussi bref que possible ;

e) de la nécessité de pouvoir recommencer rapidement une série d'analyses ou de faire la démonstration presque immédiate de notre mode de travail.

Des essais ont donc été entrepris avec une étuve à rayons infra-rouge. Il nous a fallu renoncer aux infra-rouges obtenus par les lampes du commerce, car il est pratiquement impossible d'obtenir un éclaircissement énergétique homogène et les échantillons ne se dessèchent pas avec la même rapidité. Par ailleurs, il règne dans l'étuve une température trop élevée. La construction d'un tunnel permettrait d'éviter ces inconvénients.

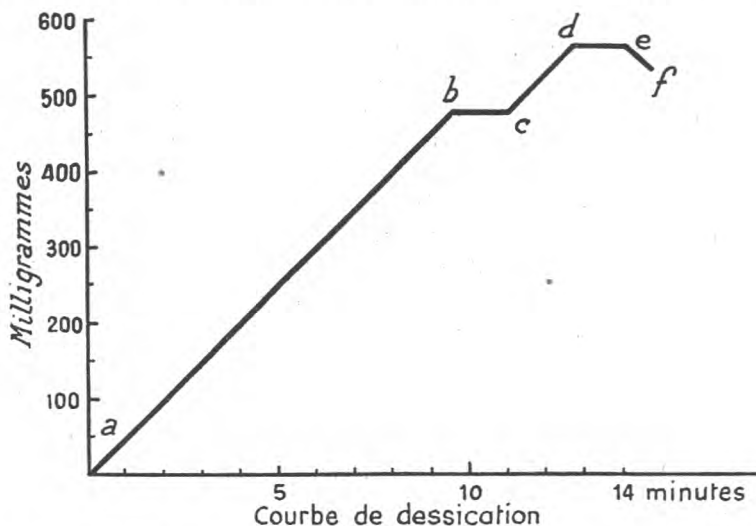
L'encombrement d'un tel appareil nous en a détournés et nous avons trouvé la solution dans l'emploi d'un modèle d'étuve comportant un système de plaques noires, convenablement lobées et orientées pour faire converger un flux énergétique d'intensité égale vers la surface d'utilisation. Cette étuve, chauffée au gaz propane est munie d'un thermostat limitant l'échauffement à un niveau choisi, définissant ainsi une longueur d'onde appropriée au matériel à dessécher.

Une balance a été construite pour permettre l'étude de la dessiccation à l'intérieur de l'étuve. Elle maintient dans l'étuve un support de 24 capsules. Les déplacements du fléau sont amplifiés par un spot lumineux. L'ensemble est guidé vers l'étuve par un système de rails rigides.

Ces appareillages nous ont permis de faire les constatations suivantes :

La courbe de dessiccation (voir graphique), dessinée en fonction du temps, présente, quelle que soit sa pente initiale (a b), un palier (b c) représentatif d'un arrêt de l'évaporation. Ce palier, plus ou moins long, est suivi d'une reprise de la dessiccation (c d) correspondant à quelques dizaines de milligrammes d'eau. Ensuite, un palier très court (d e) délimite la fin de la dessiccation, car il est bientôt suivi d'un fléchissement de la courbe (e f) qui accuse une reprise de poids. Ces divers stades de l'évaporation s'expliquent facilement. La température d'équilibre de la crème, résultant d'une part de l'absorption des infra-rouges, d'autre part du refroidissement dû à l'évaporation, se trouve modifiée lorsque le taux d'humidité descend à un certain niveau. Ce changement se traduit par le palier (b c). Une montée de la température se produit alors, accompagnée d'une nouvelle évaporation (c d). La température de l'échantillon monte très vite pour s'équilibrer avec celle de l'ambiance (environ 130° pour une température d'émission de 155°) :

c'est le moment que souligne le deuxième palier (d e) pendant lequel les échantillons doivent être ôtés de l'étuve. L'augmentation de poids qui suit est due à l'oxydation de la matière grasse.



La mise en température d'équilibre et la dessiccation peuvent être accélérées par l'adjonction de certaines substances telles que l'encre noire et le savon. En raison de la difficulté de leur incorporation rapide à la crème, nous avons renoncé à l'encre et aux colorants noirs qui modifient le coefficient d'absorption. Par contre, nous avons retenu l'adjonction d'une solution alcoolique de savon qui modifie la tension superficielle et favorise l'évaporation : il est tenu compte de l'extrait sec (environ 2 mgr.) ainsi apporté à l'échantillon.

Il est nécessaire d'employer des coupelles brillantes pour augmenter leur pouvoir de réflexion ; la crème seule doit être chauffée par absorption des infra-rouges et non par conduction de la coupelle afin d'éviter un niveau final trop élevé. On peut constater une différence d'une trentaine de degrés entre une coupelle sale et une coupelle brillante.

L'étude des courbes de dessiccation et l'aspect final des échantillons séchés nous ont conduit à adopter une température des plaques d'émission de 155° et une durée de dessiccation de 13 à 14 minutes.

##### 5° Refroidissement et deuxième pesée.

Le refroidissement qui demande 10 minutes environ pour une ambiance de 20°, et la deuxième pesée ne posent aucun problème.

6° *Lecture de l'abaque.*

L'abaque tournant manipulé d'une seule main, facteur important de rapidité, donne immédiatement le taux de matière grasse en fonction du poids de crème prélevé et d'eau évaporée.

Les variations saisonnières très faibles de la valeur de l'extrait sec non gras peuvent être éventuellement corrigées par de légers déplacements de la réglette mobile qui permettent d'ajuster les résultats à ceux de la méthode de référence. En réalité, ces variations sont trop faibles pour que leur influence sur le pourcentage de matière grasse, de l'ordre de 0,5 à 0,6%, soit supérieure aux limites de précision des méthodes butyrométriques (1,5 à 2%).

Seul, le souci d'une exactitude aussi grande que possible et celui de ne prêter à aucune critique nous ont incités à prévoir ce réglage.

**Comparaison des deux méthodes.**1° *Rapidité d'exécution.*

Temps moyens pour 24 échantillons :

Méthode par dessiccation		Méthode Koehler-Bacot	
Homogénéisation .....	8'30"	Homogénéisation .....	8'30"
Prélèvements et pesée .....	5'	Prélèvements .....	2'30"
Adjonction de savon .....	30"	Pesée .....	8'30"
		Addition d'eau, d'acide, d'alcool amylique, bouchage et agitation) .....	9'
Deuxième pesée .....	4'30"	Lecture des butyromètres .....	3'45"
Lecture abaque .....	3'	Correction par l'abaque .....	4'
	<hr/>		<hr/>
	21'30"		36'15"
Moyenne par analyse .....	1'		1'30"
Temps pour 500 analyses .....	8 h. 30		12 h.

La rapidité de l'une et l'autre méthode peut évidemment être augmentée par l'emploi d'un matériel approprié. Les chiffres que nous avons fournis sont valables pour le matériel énuméré ci-après :

2° *Coût comparé des deux méthodes.*

Pour 100.000 analyses par an :

Méthode par dessiccation		Méthode Koehler-Bacot	
1 balance	Fr.	1 balance	Fr.
500 coupelles à 100 fr. (amortissement en 10 ans) .....	5.000	500 butyromètres (amortissement en 2 ans et demi + 100 cassés annuellement) .....	120.000



Méthode par dessiccation		Méthode Koehler-Bacot	
21 supports à 1.000 fr. (amortissement en 10 ans) . . . . .	Fr. 2.100	21 supports bois à 300 fr. renouvelés annuellement . . . . .	Fr. 6.300
1 étuve à 150.000 fr. (amortissement en 10 ans) . . . . .	15.000	1 centrifugeur à 100.000 fr. (amortissement en 10 ans) . . . .	10.000
1 abaque à 5.000 fr. (amortissement en 10 ans) . . . . .	500	1 abaque (pour mémoire)	
Liqueur de savon (pour mémoire)		Pour 100.000 analyses annuelles :	
Consommation gaz . . . . .	60.000	alcool amylique . . . . .	49.000
Consommation crème : 100.000		acide sulfurique . . . . .	47.000
× 1 cm <sup>3</sup> × 0,55 . . . . .	55.000	Consommation crème : 100.000	
		× 5 cm <sup>3</sup> × 0,55 . . . . .	275.000
Totaux . . . . .	137.600	Totaux . . . . .	507.300

Soit par analyse : 1 fr. 40 environ pour la méthode par dessiccation, et 5 francs pour la méthode Koehler-Bacot.

Dans ce prix de revient ne sont pas comptés les consommations d'électricité.

L'amortissement des butyromètres a été calculé d'après notre expérience et celle de quelques laboratoires que nous avons consultés et qui évaluent la durée d'un butyromètre à 500 analyses.

L'économie d'environ 33% réalisée sur la main-d'œuvre rend encore cette différence plus importante. Au tarif actuel de la main-d'œuvre française, les chiffres que l'on obtient (deux opérateurs pour la méthode par dessiccation, et trois pour la Koehler-Bacot) sont respectivement de 12 à 18 francs.

La dépense totale par analyse est donc, en définitive, de 13 fr. 40 pour la méthode par dessiccation et de 23 francs pour la méthode Koehler-Bacot. Dans l'hypothèse formulée de 100.000 analyses annuelles, c'est donc une économie de près d'un million de francs qu'il est possible de réaliser.

### 3° Précision.

Entièrement pondérale, la méthode par dessiccation tire sa précision de celle de la balance utilisée, si par ailleurs sont assurées les conditions optima de détermination de l'humidité. Tous les moyens d'amélioration de celle-ci augmenteront encore la précision. Nous étudions actuellement un humidimètre électronique dont l'emploi, tout en supprimant les pesées, les coupelles, l'étuve et la plupart des manipulations, permettrait cette mesure rapidement avec une précision satisfaisante.

La précision de la méthode Koehler-Bacot est fonction de l'étalement des butyromètres et de leur lecture qui ne peut être assurée qu'à une demi-division ; soit, pour une crème à 35% de matière grasse, à 1,5% près. Ceci n'est d'ailleurs valable que pour des buty-

romètres propres, sans grande usure, munis de bouchons récents. Le simple fait d'ajuster la base de la colonne de matière grasse au zéro entraîne une marge importante d'erreur.

#### 4<sup>o</sup> Résultats analytiques.

Un premier groupe de résultats, enregistrés pendant l'emploi de l'étuve à infra-rouge électrique, que nous avons rapidement abandonnée, nous avait donné sur un total de 978 analyses, les moyennes suivantes :

Dessication .....	44,11 %
Koehler-Bacot .....	45,09 %

soit une différence de 1%.

Dans l'impossibilité de donner les chiffres résultant des comparaisons quotidiennes pratiquées depuis deux ans et demi entre les deux méthodes, et qui ne modifient pas les conclusions, nous citons les résultats comparatifs de deux groupes d'essais systématiques : 1<sup>er</sup> groupe d'essais : 1.259 analyses.

Écarts observés en % de matière grasse	Nombre d'échantillons présentant ces écarts	Pourcentage des échantillons
0	342	27,2
1	551	43,8
2	288	22,8
3	76	6,05
4	2	0,15

#### Deuxième groupe d'essais : 384 analyses.

Écarts observés en % de matière grasse	Nombre d'échantillons présentant ces écarts	Pourcentage des échantillons
0	80	20,83
0,5	99	28,78
1	88	22,91
1,5	51	13,28
2	44	11,46
2,5	11	2,86
3	9	2,34
3,5	2	0,52

94 à 95 % de nos résultats sont donc égaux à ceux de la méthode Koehler-Bacot ou n'en diffèrent que de 1 ou 2 points. L'imprécision de cette méthode étant justement de 1,2 à 2 % dans de bonnes conditions, nous pouvons considérer les résultats comme se correspondant exactement.

#### Conclusion.

La méthode de dosage de la matière grasse par l'évaluation de



son humidité a été utilisée depuis deux ans et demi dans le laboratoire d'une usine beurrière de Normandie. Quelques améliorations de détails y ont été apportées peu à peu qui lui donnent une valeur égale à celle des méthodes butyrométriques sur le plan technique et sur celui de la précision. Les avantages économiques sont évidents.

### Résumé.

Le principe de cette méthode a été indiqué au VIII<sup>e</sup> Congrès International des Industries Agricoles (Bruxelles, 1950).

En vue de son application industrielle et pour augmenter son efficacité, des modifications ont été apportées au mode opératoire : en particulier, une étuve à émission d'infra-rouge par corps noir a été mise au point elle permet une dessiccation rapide, complète et homogène des échantillons de crème.

Les résultats statistiques portant sur un nombre considérable d'analyses effectuées comparativement avec cette méthode et la méthode butyrométrique Koehler-Bacot sont consignés dans le rapport. Ils montrent la possibilité de l'utiliser sur le plan industriel au même titre que les méthodes butyrométriques.

Les avantages économiques de son emploi qui ressortent de ces trois années d'expériences, sont également très importants.

---

## LE DOSAGE DES MÉTAUX ET DES MÉTALLOIDES DANS LES PRODUITS LAITIERS (1)

(Un nouvel appareil pour la minéralisation sulfonitrique)

par

JEAN PIEN

La technique de minéralisation classique en fiole d'attaque ouverte présente un certain nombre d'inconvénients dont les principaux sont les suivants :

1. Les substances volatiles formées pendant l'attaque sont perdues et si l'élément que l'on se propose de doser est lui-même volatil ou transformé au cours de la minéralisation en composés volatils, le dosage n'a plus aucun sens ;

2. La durée totale de l'attaque (surtout s'il s'agit d'une minéralisation sulfo-nitrique) est généralement très longue par suite de la nécessité où l'on se trouve de laisser refroidir la fiole d'attaque avant chaque nouvelle affusion d'acide nitrique ;

(1) Mémoire présenté au XIV<sup>e</sup> Congrès Internat. de Laiterie. Rome, sept. 1956.