

# LE LAIT

## REVUE GÉNÉRALE DES QUESTIONS LAITIÈRES

### SOMMAIRE

#### Mémoires originaux :

G. BELLE et P. CASPAR. —  
Méthode colorimétrique  
permettant de révéler la  
présence de lait sec reconsti-  
tué . . . . . 241

B. SEVEL et M. PLOMMET. —  
Action, sur les germes de  
mammite, du superphos-  
phate de chaux en solution  
aqueuse et dans la litière . . . 246

L. M. BURUANA. — Le do-  
sage des protéines du lait à  
l'aide de la réaction xan-  
thoprotéique . . . . . 261

#### REVUE :

G. GÉNIN. — Le lait dans le  
monde . . . . . 266

#### Bibliographie analytique :

1<sup>o</sup> Les livres . . . . . 279

2<sup>o</sup> Journaux, Revues, Sociétés  
savantes . . . . . 285

3<sup>o</sup> Brevets . . . . . 337

#### Bulletin bibliographique :

1<sup>o</sup> Les livres . . . . . 343

2<sup>o</sup> Revues, Journaux, Sociétés  
savantes . . . . . 344

3<sup>o</sup> Brevets . . . . . 349

#### Documents et informations :

Panorama du lait à travers  
les temps. — La vacherie  
modèle du J.Z.A. . . . . 353

La Situation Laitière . . . . . 361

La stabulation libre . . . . . 364

L'industrie laitière suisse en  
1957 . . . . . 367

Importance du troupeau lai-  
tier du Royaume-Uni . . . 368

Le guide de l'acheteur. —  
Équipement ménager 1959. 368

Vient de paraître... . . . . 368

## MÉMOIRES ORIGINAUX (1)

### MÉTHODE COLORIMÉTRIQUE PERMETTANT DE RÉVÉLER LA PRÉSENCE DE LAIT SEC RECONSTITUÉ

par

G. BELLE

et

P. CASPAR

Inspecteur en Chef des Services  
Vétérinaires, Chargé de mission  
pour les questions laitières.

Directeur technique  
de la Centrale Laitière  
de Casablanca.

La substitution ou l'addition de lait reconstitué au lait frais constitue, en raison notamment de la concurrence déloyale faite à la production locale, une fraude, à la mise en évidence de laquelle

(1) Reproduction interdite sans indication de source.



de nombreuses études ont été consacrées, sans toutefois parvenir à des résultats satisfaisants.

La méthode colorimétrique préconisée par EVENSON [1], modifiée successivement par FAIRBANKS, MARGRAW et COPELAND [2], KING et SCHORREST [3], REINART et BROWN [4], qui se sont efforcés de la rendre plus sensible, ne peut être que difficilement retenue, en raison notamment de ce qu'elle aboutit à des résultats inconstants et qu'en outre, elle est d'une technique compliquée ; au surplus, elle nécessite l'usage d'un électrophotomètre, instrument que tous les laboratoires industriels ne possèdent pas.

L'étude du pouvoir réducteur des protéines, accru dans le lait soumis à l'action de la chaleur n'a pas permis de conclure de façon satisfaisante, en raison des variations irrégulières de ce pouvoir réducteur [5].

Le procédé mis au point par VALLIER [6], basé sur l'insolubilisation de la caséine par la méthode d'ADAM MELLIERE, n'offre pas un coefficient suffisant de certitude du fait que cette insolubilisation n'est pas observée lorsque le lait contient un antiseptique, et qu'en outre, elle est influencée par le temps écoulé depuis la traite, ainsi que par le chauffage du lait.

En présence de tant de méthodes ne permettant pas de conclure avec cette absolue certitude indispensable en matière de répression des Fraudes, il avait été envisagé d'incorporer au lait en poudre une certaine quantité d'amidon soluble révélé par le réactif Iodo-Ioduré, mais il ne semble pas que cette solution soit satisfaisante en raison des difficultés rencontrées pour obtenir des fabricants, l'utilisation d'un amidon parfaitement soluble, le dépôt formé par un amidon non soluble, permettant après filtration d'obtenir un lait ne donnant plus la coloration bleue en présence du réactif Iodo-Ioduré [7].

En parcourant à nouveau la littérature scientifique relative au sujet qui nous intéresse, notre attention a été retenue par une méthode colorimétrique, de prime abord séduisante [8], en raison de sa technique facile, de son exécution rapide et, en outre de ce qu'elle ne nécessite pas un matériel coûteux ; cette méthode est ainsi décrite par l'auteur : à 10 cm<sup>3</sup> du lait à examiner, introduits dans un tube à essai puis chauffés à 35°, on ajoute 0 cm<sup>3</sup> 5 d'aldehyde formique à 40% et 0 cm<sup>3</sup> 1 d'une solution à 1% de résazurine ; on agite le tube à essai deux ou trois fois doucement ; il se forme une teinte bleue, puis on procède à la lecture de la réaction.

a) Avec le lait cru et frais, la décoloration serait immédiate et complète ; le lait deviendrait blanc avant de prendre après quelques minutes une coloration rose due à la formation de résosfurine ;

b) *Le lait cuit ou reconstitué en totalité*, accuserait une coloration bleu pâle persistant pendant 15 à 20 minutes ; pour des dilutions allant jusqu'à 40 % de lait cru dans le lait cuit ou reconstitué, les différences de coloration seraient aisément perceptibles.

En fait, les choses ne se passent pas aussi nettement que l'auteur les décrit, et appliquée telle quelle, cette méthode est apparue, aussi décevante que les techniques précédentes.

En effet, c'est seulement au bout d'un temps assez long (30 à 40 minutes) que le lait cru ou frais voit s'atténuer sa coloration bleue primitive pour prendre une teinte rose violacée ne s'apparentant d'aucune façon au rose de la résosurine.

Il n'est pas davantage possible de conclure nettement avec les laits de mélange, quels que soient les pourcentages respectifs de lait frais et de lait reconstitué, en raison d'une part de colorations mal définies, et d'autre part de l'inconstance des résultats.

Nous avons pensé qu'à partir des bases fixées par INTIERI et à la faveur de quelques modifications apportées à la technique, il serait cependant possible de discerner de façon indiscutable le mélange de lait reconstitué et de lait frais, dans des proportions variant entre 10 et 90 %.

Après quelques tâtonnements, nous avons alors adopté le protocole ci-après :

### I. — Préparation des réactifs

a —	{	Résazurine (1) .....	0 gr. 5
		Ammoniaque .....	20 cm <sup>3</sup>
		Eau distillée Q.S.P. ....	100 cm <sup>3</sup>

Nous avons été amenés à réduire à 0,5 % le taux de résazurine, en raison de ce que la persistance de la teinte bleue dans le lait cru, précédemment signalée, était due à une concentration trop élevée.

b —	{	Solution a .....	5 cm <sup>3</sup>
		Aldehyde formique à 40% .....	25 cm <sup>3</sup>

(1) On dissout 4 grammes de résosurine dans 300 cm<sup>3</sup> d'éther sec et on ajoute à la solution 2 cm<sup>3</sup> d'acide nitrique (de densité 1,25) saturé d'acide nitreux (ce dernier est produit simplement par l'action, à chaud, de l'acide nitrique sur l'amidon). Le tout est placé dans un flacon à large goulot, hermétiquement fermé. On abandonne le liquide éthéré deux jours dans un endroit frais. On trouve le fond du flacon tapissé de petits cristaux noirâtres à reflets mordorés. On décante le liquide rouge qui surnage, on lave les cristaux à l'éther, on les détache au moyen d'un peu d'eau et on les lave à l'eau sur un filtre, jusqu'à ce que les eaux de lavage se colorent en bleu par l'ammoniaque. Le produit est desséché sur plaques poreuses au-dessus de l'acide sulfurique. (*Deniges. Précis de Chimie Analytique*, tome I, p. 474.)

## II. — Mode opératoire

A 10 cm.<sup>3</sup> de lait introduit dans un tube à essai, chauffé au bain-marie entre 37° et 40° pendant 5 minutes, ajouter 0 cm.<sup>3</sup> 5 de réactif *b* (formol-résazurine). Agiter alors doucement (et simultanément lorsque l'on a plusieurs tubes) deux ou trois fois, puis procéder à la lecture des résultats au bout de 15 à 20 minutes, temps nécessaire à la stabilisation temporaire des diverses colorations, dans le cas de lait reconstitué.

On obtient avec du lait non chauffé, une réaction identique, mais plus lente à se manifester (les différences de teinte n'apparaissent qu'au bout de 40 à 50 minutes au lieu de 15 à 20 minutes avec le lait chauffé) ; les teintes restent nettement différenciées pendant une ou plusieurs heures suivant le pourcentage de lait reconstitué, après quoi la coloration rose commence à apparaître dans les laits de mélange.

Une réaction ralentie, susceptible d'être recherchée lorsque de nombreux essais doivent être effectués journellement, peut être obtenue par chauffage du lait à 25° pendant 15 minutes, puis mise à l'obscurité après addition de réactif. La lecture ne peut se faire qu'après 20 ou 25 minutes.

Quelle que soit la technique utilisée, il est indiqué de ne procéder à la lecture qu'à partir du moment où la teinte rosé du lait cru est devenue stable, temps d'ailleurs variable suivant la qualité bactériologique des laits.

## III. — Résultats

a) Le lait frais prend — après s'être parfois décoloré — une coloration *rose* persistante pendant plus de 24 heures ; la coloration passe alors du rose pâle au rose saumon.

b) Le lait reconstitué à 100% prend immédiatement une teinte *bleu Roi*, persistante.

c) Les échantillons contenant de 10 à 30% de lait reconstitué prennent une teinte rose mauve avec prédominance du mauve, dans le lait à 30%, teinte qui, après s'être stabilisée, persiste pendant une heure environ ; au bout de ce temps, la teinte mauve diminue d'intensité tandis que la coloration rose devient de plus en plus marquée.

d) Les échantillons contenant de 40 à 90% de lait reconstitué accusent une teinte bleue mauve persistant plus longtemps et dont l'intensité augmente suivant le pourcentage de lait reconstitué, et qui commence seulement à s'atténuer après 4 ou 5 heures.

Les conclusions auxquelles nous sommes parvenus ont été établies après un millier d'essais environ ; elles nous paraissent

d'autant plus valables que nous avons toujours obtenu une superposition parfaite des résultats.

Quelques remarques méritent d'être formulées :

- a) L'acidité n'influe pas sur la réaction.
- b) La réaction se produit, dans des conditions normales avec du lait formolé ; elle n'a pas lieu avec un lait additionné de bichromate de potassium.
- c) Le maintien à l'obscurité aussitôt après l'addition de la solution formol-résaurine permet d'obtenir des teintes plus nettes.
- d) Il est recommandé de procéder à un étalonnage préalable à chaque série d'essais, en attendant la confection d'un étalonnage stable à partir de divers colorants.
- e) La rapidité d'apparition et de stabilisation des teintes varie avec la teneur microbienne des laits.
- f) Les réactions sont moins précises avec des laits pathologiques.
- g) La rapidité de la réaction ainsi que l'intensité des colorations varient avec les différentes marques commerciales de résaurine.

### Conclusion

La technique d'INTIERI, modifiée selon le protocole indiqué paraît susceptible de permettre la détection d'un lait reconstitué pur ainsi que la détermination du pourcentage dans le cas d'addition au lait frais.

Elle semble, en raison notamment de la constance et de la superposition des résultats obtenus sur un millier d'essais, douée d'une précision suffisante pour s'inscrire parmi les techniques agréées par le Service de la Répression des Fraudes.

Cette méthode basée sur une réaction enzymatique donnera la possibilité aux ateliers de pasteurisation d'exercer un contrôle efficace sur la qualité des laits réceptionnés (lait frais ou lait reconstitué) et d'effectuer journellement, dans ce but, des analyses en grande série, ce que lui permettront la simplicité et la rapidité du mode-opératoire ; ainsi sera protégée la production laitière locale, contre une fraude préjudiciable aux intérêts économiques du Maroc.

---