

Contribution à l'analyse du lait

Autor(en): **Ruffy, J. / Werder, J.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **22 (1931)**

Heft 4

PDF erstellt am: **10.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983905>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER

LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

PUBLIÉS PAR LE SERVICE FÉDÉRAL DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE A BERNE

ABONNEMENT:

Schweiz Fr. 10.—; für Mitglieder des Schweiz. Vereins analytischer Chemiker Fr. 5.— per Jahrgang
Suisse fr. 10.—; pour les membres de la Société suisse des Chimistes analystes fr. 5.— par année.
Preis einzelner Hefte Fr. 1. 80. — Prix des fascicules fr. 1. 80.

BAND XXII

1931

HEFT 4

Contribution à l'analyse du lait.

Par J. RUFFY, Ing.-Chim.

(Laboratoire du Service fédéral de l'Hygiène publique, Chef: Prof. Dr J. Werder.)

I. Dosage polarimétrique du lactose.

Dans le Manuel suisse des denrées alimentaires, 3^{me} édition, nous trouvons indiqué à la page 9 la méthode gravimétrique pour le dosage du sucre de lait. Un petit alinéa fait remarquer que «la méthode polarimétrique donne des résultats moins exacts». Par conséquent on ne l'appliquait pas ou seulement exceptionnellement.

Cependant *A. Scheibe*¹⁾ a prouvé qu'on pouvait parfaitement obtenir des résultats satisfaisants par voie polarimétrique, si l'on tenait compte des causes d'erreur, particulièrement du volume du précipité lors de la préparation du sérum. Il travaillait alors avec un sérum obtenu par précipitation des albumines par une solution de HgI₂ et de KI en présence de H₂SO₄. La concordance des résultats polarimétriques et gravimétriques est excellente.

Au cours de ces dernières années plusieurs travaux ont été publiés, tendant à remplacer le dosage gravimétrique des sucres par des dosages volumétriques, entre autres une méthode de *G. Bruhns*²⁾ appliquée au dosage du lactose par *H. Weiss*³⁾. Voici comment il procède:

Ajouter à 20 cm³ de lait, dilués d'un peu d'eau, 10 cm³ de solution de sulfate d'alumine à 20%, puis la quantité nécessaire (env. 8 cm³) de

¹⁾ Z. anal. Chem., 40, 1, 1901.

²⁾ Z. anal. Chem., 59, 337, 1920.

³⁾ Trav. chim. alim., 12, 133, 1921.

NaOH 2 n pour précipiter complètement $\text{Al}(\text{OH})_3$ de manière à obtenir une solution neutre (essai à la touche sur papier-tourne-sol) et compléter avec de l'eau distillée au volume de 200 cm^3 . Agiter le tout et filtrer. On obtient un sérum dilué, parfaitement limpide qui peut également servir au dosage du chlore; ceci est avantageux lorsqu'on fait les deux dosages afin d'établir «l'indice chlore-sucre»⁴⁾. Chauffer à l'ébullition pendant 6 minutes 20 cm^3 de sérum, 20 cm^3 d'eau et 20 cm^3 de liqueur de Fehling, puis ajouter immédiatement 30 cm^3 d'eau froide et refroidir rapidement. Ajouter au mélange 5 cm^3 d'une solution aqueuse de 13 g KCNS et 2 g KI dans 100 cm^3 , puis 10 cm^3 H_2SO_4 6,5 n et titrer immédiatement l'iode mis en liberté avec $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \frac{\text{N}}{10}$, en présence de suffisamment de solution d'amidon comme indicateur. Faire de la même façon un essai à blanc sans chauffer le mélange et soustraire le nombre de cm^3 donné par le dosage, du nombre donné par l'essai à blanc. La différence correspond au sulfate de cuivre réduit par le lactose. 1 cm^3 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \frac{\text{N}}{10} = 6,36$ mg Cu. On trouvera dans les tables le lactose correspondant au cuivre et l'auteur lui-même donne dans une table le lactose correspondant aux cm^3 de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \frac{\text{N}}{10}$ employés.

Dans ces quelques lignes nous ne pouvons qu'indiquer le principe de la méthode; pour le mode opératoire détaillé consulter le travail cité. Cette méthode de Weiss figure également dans le supplément à la 3^{me} édition du Manuel suisse des denrées alimentaires. Simple à appliquer elle donne des résultats concordant avec la méthode gravimétrique. Aussi nous l'avons adoptée comme méthode de comparaison.

Notre première idée a été d'examiner au polarimètre ce même sérum obtenu par le sulfate d'alumine. Mais tel qu'on le prépare pour le dosage volumétrique il est trop dilué, ne donnant que des déviations de l'ordre de 0,5° dans le polarimètre de Zeiss, nouveau modèle, avec le tube de 200 mm. En modifiant les proportions de lait, de sulfate d'alumine et d'eau on peut cependant obtenir un sérum donnant une déviation d'environ 2°. Mais ce n'est pas suffisant, l'erreur relative étant encore trop forte. D'autre part en diminuant trop la quantité de sulfate d'alumine on n'arrive pas à précipiter complètement les albumines; les sérums sont troubles et ne peuvent être polarisés.

Ce sérum ne donnant pas de résultat satisfaisant nous avons en second lieu essayé de celui obtenu suivant la prescription d'Ambühl et Weiss⁵⁾ au moyen d'une solution de HgCl_2 dans HCl. Comme on prépare déjà ce sérum dans beaucoup de laboratoires pour déterminer le chiffre de réfraction nous avons pensé qu'il serait avantageux de s'en servir également pour l'examen polarimétrique. Voici sa préparation:

Introduire 125 g HgCl_2 pur, cristallisé dans un ballon jaugé de 100 cm^3 , puis remplir aux $\frac{3}{4}$ avec HCl conc. (p. sp. 1,184). Chauffer prudemment sur

4) Trav. chim. alim., 11, 155, 1920.

5) Trav. chim. alim., 10, 53, 1919.

une petite flamme jusqu'à ce que HgCl_2 soit dissout, refroidir à 15° et remplir à la marque avec le même acide. $0,3 \text{ cm}^3$ de cette solution ajouté à 30 cm^3 de lait provoquent une bonne coagulation qu'on active en agitant énergiquement. Le sérum, filtré sur un filtre à plis sec de 11 cm de diamètre, est limpide ou légèrement opalescent et se prête très bien à l'examen polarimétrique. En prenant 30 cm^3 de lait on obtient juste la quantité de sérum nécessaire pour remplir le tube de 200 mm .

Comme il ressort du tableau dressé plus loin les résultats obtenus sont bons et la concordance entre les deux méthodes est très satisfaisante. L'examen polarimétrique nous a été bien facilité par le polarimètre de Zeiss, nouveau modèle, qui est d'une grande sensibilité. Il présente entre autres l'avantage d'avoir le champ visuel partagé en trois et non plus en deux comme la plupart des anciens modèles. Ceci rend les lectures plus aisées et beaucoup moins fatigantes. Pour chaque détermination d' α nous avons pris en général la moyenne de 5 lectures; il est arrivé assez fréquemment de faire 5 lectures successives absolument identiques, ce qui prouve la sensibilité de l'appareil.

La teneur du sérum en sucre de lait se calcule d'après la formule

$$q = \frac{100 \cdot \alpha}{L \cdot [\alpha_D]} \quad \text{dans laquelle}$$

q = g ds. 100 cm^3 de solution

L = longueur du tube en dm

$[\alpha_D]$ = pouvoir rotatoire spécifique

α = déviation observée

ce qui fait dans notre cas

$$q = \frac{100 \cdot \alpha}{2 \cdot 52,53} = \frac{100}{105,06} \cdot \alpha = 0,95 \cdot \alpha$$

α est de l'ordre de grandeur de 5° . Le nouveau polarimètre permettant d'effectuer les lectures jusqu'à $0,05^\circ$ nous aurions dans notre cas une erreur relative d'environ $\pm 1\%$ ou une erreur absolue de $\pm 0,05\%$ au maximum.

En appliquant la formule ci-dessus nous obtenons le lactose + $1 \text{ H}_2\text{O}$. Pour comparer notre résultat avec celui de la méthode volumétrique il nous faut le réduire en lactose anhydre ce qu'on obtient en multipliant encore une fois par $0,95$, comme il ressort de la proportion



$$360 : 342 = 1 : x$$

$$x = \frac{342}{360} = 0,95.$$

Pour terminer il faut encore considérer que le sérum est plus riche en lactose que le lait lui-même; cet enrichissement est dû au volume occupé par le précipité d'albumine et de graisse. Ce volume variera quelque

peu suivant la teneur en graisse du lait; mais on peut admettre sans erreur appréciable d'après *Scheibe*⁶⁾ et *v. Fellenberg*⁷⁾ qu'il est en moyenne de 6 cm³ pour 100 cm³ de lait de 2,8—4,7% de matière grasse. A 100 cm³ de lait correspondent par conséquent 94 cm³ de sérum. Pour compenser cette différence il nous faut donc multiplier notre résultat par 0,94. Ces trois facteurs réunis en un seul donnent 0,85. Nous pouvons donc écrire

$$0,85 \cdot a = \% \text{ lactose.}$$

(ou plus exactement = g de lactose ds. 100 cm³ de lait.)

En appliquant cette formule simple et pratique nous avons obtenu les valeurs suivantes:

Dosage du lactose par voie.

N° d'ordre	volumétrique	polarimétrique	Diff. entre les 2 méthodes
1	4,80	4,73	— 0,07
2	4,84	4,88	+ 0,04
3	4,78	4,82	+ 0,04
4	5,04	4,85	— 0,19
5	4,67	4,73	+ 0,06
6	4,93	4,79	— 0,14
7	4,79	4,99	+ 0,20
8	4,61	4,70	+ 0,09
9	4,55	4,54	-- 0,01
10	4,70	4,75	+ 0,05
11	4,91	5,00	+ 0,09
12	4,70	4,85	+ 0,15
13	4,92	4,97	+ 0,05
14	4,84	4,85	+ 0,01
15	4,71	4,81	+ 0,10
16	4,64	4,71	+ 0,07
17	4,58	4,69	+ 0,11
18	5,06	4,90	— 0,16
19	4,72	4,75	+ 0,03
20	4,92	5,03	+ 0,11
21	4,83	4,79	— 0,04
22	4,80	4,77	— 0,03
23	4,74	4,78	+ 0,04

La concordance des résultats nous paraît suffisamment bonne pour nous permettre de recommander la méthode polarimétrique. Les plus grandes différences constatées sont de — 0,19% (lait 4) et de + 0,20% (lait 7), mais la moyenne des différences ne dépasse pas $\pm 0,1\%$.

Pour contrôler une dernière fois le degré de précision et la concordance des deux méthodes nous avons dosé le lactose dans une solution pré-

⁶⁾ Trav. cité.

⁷⁾ Trav. chim. alim., 22, 9, 1931.

parée à cet effet avec du lactose pur reprécipité par l'alcool et qui en contenait 4,776 %. Nous avons trouvé par voie

polarimétrique	volumétrique
4,783 0/0	4,750 0/0
soit + 0,007 0/0	— 0,026 0/0

Nous croyons donc pouvoir conclure que le dosage polarimétrique du lactose dans le sérum obtenu par HgCl₂ en solution chlorhydrique donne des résultats au moins aussi satisfaisants que le dosage volumétrique. Mais il a sur ce dernier le gros avantage de demander beaucoup moins de temps ce qui faciliterait la détermination plus généralisée de l'indice chlore-sucre proposé par Koestler pour le contrôle hygiénique du lait.

II. Dosage de la matière grasse du lait au moyen de la liqueur Fehling II.

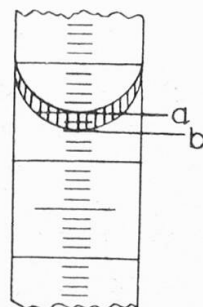
Comme seconde petite contribution nous voudrions communiquer quelques résultats de dosages de la matière grasse du lait que nous avons faits d'après la méthode de *Magliano* et *Porzio*⁸⁾. Ces auteurs emploient la liqueur alcaline Fehling II qu'ils préparent en dissolvant 60 g de soude caustique et 173 g de sel de seignette dans de l'eau et en portant le tout à 500 cm³. Suivant le mode opératoire indiqué on introduit 10 cm³ de lait, 3 cm³ de solution de Fehling II et 1 cm³ d'un mélange d'alcools — 45 parties d'alcool méthylique et 55 parties d'alcool isobutylique — dans un butyromètre spécial, appelé « butyromètre Magliano ». Il correspond comme dimension et comme graduation à celui employé pour la méthode dite au « Neusal ». Aussi peut-on fort bien se servir de ces derniers pour appliquer la méthode Magliano. Après avoir bien agité le mélange on place le butyromètre, le bouchon contre en haut, dans un bain-marie de 82° C. Au bout de quelques minutes, quand le liquide a pris une teinte orange on agite de nouveau pour activer la dissolution de la caséine et lorsqu'il s'est formé une couche de graisse bien visible à la surface on retourne prudemment le tube, en évitant autant que possible que la graisse se mélange au liquide, pour le replacer quelques minutes encore dans le bain-marie. Quand toute la graisse se trouve dans la colonne graduée on fait la lecture.

Comme on peut s'en rendre compte par ce court aperçu la méthode en question présente deux avantages appréciables: elle ne nécessite pas l'emploi de la centrifuge, la graisse se séparant spontanément ce qui faciliterait les dosages en dehors des laboratoires et surtout elle remplace l'acide sulfurique, dont le maniement est toujours un peu délicat, par la solution alcaline de Fehling. Elle a d'autre part l'avantage d'être moins chère que les autres méthodes travaillant également sans acide sulfurique et de permettre l'emploi d'une solution couramment préparée dans la plu-

⁸⁾ Le Lait, 7, 713, 1927.

part des laboratoires. Pour toutes ces raisons cette méthode mérite, nous semble-t-il, de retenir l'attention d'autant plus que les résultats obtenus sont très satisfaisants.

Il faut cependant prendre garde de faire la lecture de la manière suivante: le ménisque supérieure de la colonne de graisse se présentant sous la forme d'un double ménisque (voir fig.), il faut avoir soin de faire la lecture tangentiellement au ménisque le plus élevé, c'est à dire en *a*; la tangente en *b* donne selon notre expérience des résultats trop faibles d'environ 0,1 %.



Pour terminer voici le tableau des résultats obtenus suivant les méthodes Gerber et Magliano.

Matière grasse du lait.

No d'ordre	Méthode		Diff. entre les 2 méthodes
	Gerber	Magliano	
1	3,6	3,55	— 0,05
2	4,45	4,35	— 0,10
3	3,7	3,65	— 0,05
4	4,0	4,0	0
5	3,2	3,1	— 0,10
6	3,7	3,7	0
7	3,6	3,5	— 0,10
8	3,9	3,85	— 0,05
9	4,2	4,1	— 0,10
10	3,5	3,5	0
11	4,3	4,3	0
12	4,3	4,22	— 0,08
13	3,88	3,9	+ 0,02
14	3,82	3,9	+ 0,08
15	3,5	3,5	0
16	3,9	3,8	— 0,10
17	4,72	4,8	+ 0,08
18	3,6	3,65	+ 0,05
19	4,0	4,1	+ 0,10
20	3,7	3,7	0
21	4,4	4,3	— 0,10
22	1,25	1,2	— 0,05

Nos résultats confirment ce que les auteurs constataient eux-mêmes à la fin de leur travail: les différences entre les deux méthodes ne dépassent pas $\pm 0,1\%$. Des différences semblables pouvant se produire en opérant sur un même échantillon de lait avec plusieurs butyromètres Gerber on peut admettre que la méthode Magliano satisfait aux exigences de la pratique.

Nous tenons à exprimer encore notre reconnaissance à M. le Dr Magliano qui nous a aimablement fait parvenir deux de ses butyromètres spéciaux.