



HAL
open science

LE CONTROLE DE LA PASTEURISATION DU LAIT ET DE LA CRÈME

Jean Pien

► **To cite this version:**

Jean Pien. LE CONTROLE DE LA PASTEURISATION DU LAIT ET DE LA CRÈME. *Le Lait*, 1945, 25 (249_250), pp.311-320. hal-00927912

HAL Id: hal-00927912

<https://hal.science/hal-00927912>

Submitted on 11 May 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] CADOR-MACHEREL. *Le Lait*, 1944, XXIV, 196.
- [2] POZZI-ESCOT. *Le Lait*, 1926, VI, 601.
- [3] RÖEDER. *Le Lait*. 1927, VII, 354.
- [4] PIEN. *L'Industrie Laitière*, n° du 15-10-1941.
- [5] PIEN-MAURICE. *Le Lait*, 1938, XVIII, p. 582.
- [6] HUNZIKER. *The Butter Industry*, p. 473.
- [7] CADOR-MACHEREL. *Le Lait*, 1944, XXIV, p. 289.
- [8] RÖEDER. *Milchwirtschaftliche Forschungen*, 1928, V, 258.

LE CONTROLE DE LA PASTEURISATION DU LAIT ET DE LA CRÈME

par

JEAN PIEN

Ingénieur-Chimiste, Docteur es-Sciences

Directeur des Laboratoires de la Laiterie des Fermiers Réunis

L'une des réactions diastasiques les plus employées dans le contrôle de la pasteurisation est celle de la peroxydase, utilisée soit selon le mode opératoire de Dupouy (gaïacol), soit suivant celui de Storch (paraphénylènediamine), soit encore suivant celui de Rothenfusser (combinaison des deux précédents).

Or, les expérimentateurs qui utilisent journallement ces réactions constatent qu'elles sont parfois infidèles, en ce sens notamment qu'elles peuvent fournir des résultats positifs (apparition de la coloration) dans le cas de laits correctement pasteurisés, voire même dans le cas de laits chauffés à 95 ou 100°.

Cette circonstance est liée à la présence dans le lait de traces de métaux lourds (fer et surtout cuivre). On sait en effet que les sels de ces métaux peuvent donner la réaction des peroxydases dans le lait, en présence de l'oxygène atmosphérique dissous. On a d'ailleurs pu baser sur ce fait la recherche des contaminations du lait par le cuivre notamment, en opérant sur du lait bouilli et refroidi — dans lequel les peroxydases sont sûrement détruites. Bien que, dans ce cas, la réaction soit plus lente qu'en présence de peroxydases, il n'en est pas moins vrai que la recherche de ces dernières, c'est-à-dire le contrôle de la pasteurisation, risque de perdre tout son sens dans de nombreux cas de laits souillés de cuivre. Dans certains établissements où, du fait des circonstances actuelles, certains appareils en cuivre ou alliages de cuivre n'ont pu être rétamés ou remplacés, la réaction de la peroxydase ne fournit plus que des résultats douteux ou inutilisables.

Rappelons enfin que le contrôle de la pasteurisation des crèmes

est le plus souvent irréalisable à l'aide des réactions mettant en jeu la présence éventuelle de la peroxydase.

Pour ces diverses raisons, nous avons pensé qu'il serait sans doute sage de revenir à l'emploi de la réaction de Schardinger, insensible à la présence de cuivre et particulièrement bien indiquée pour le cas des crèmes, mais généralement délaissée comme fournissant des résultats négatifs à des températures trop basses (1).

Or si la littérature donne de nombreux chiffres — d'ailleurs contradictoires — quant à la limite thermique de destruction des peroxydases, elle est extrêmement pauvre en données précises concernant l'enzyme de Schardinger (2). De sorte qu'il est permis de se demander si l'écart entre les deux méthodes est aussi grand qu'on le suppose d'ordinaire et si, en dépit des apparences et en raison des nombreux avantages qu'elle présente, la réaction de Schardinger ne pourrait pas être « remise en vigueur » dans le contrôle de pasteurisation du lait et des crèmes. La question dominante est évidemment la connaissance précise de la température de destruction des deux enzymes en cause. Les résultats présentés par les divers auteurs qui se sont penchés sur cette question nous paraissant très disparates (températures mortelles comprises entre 70 et 83°) ou imprécis (indication de la température non accompagnée de celle de la durée du chauffage) ou incomplets (notamment en ce qui concerne la diastase de Schardinger) et les techniques étant en général mal précisées (ce qui ne permet pas de les juger) ou franchement erronées (travaux effectués sur des volumes de laits présentant une trop grande inertie), nous avons cru utile de tenter de reprendre cette question sur le plan expérimental en vue de déterminer, pour chacune des températures comprises entre 72 et 83°, la durée de chauffage nécessaire et suffisante à détruire complètement les diastases considérées, c'est-à-dire à fournir des réactions franchement et définitivement négatives.

* * *

(1) La réaction de la phosphatase échappe aux critiques précédentes. Mais dans les circonstances actuelles, il est très difficile de se procurer de bons réactifs pour la réaliser. D'autre part cette technique, plus délicate que les autres, ne nous semble pas à recommander pour le laboratoire sommaire de contrôle courant des petites usines de pasteurisation.

(2) Rappelons que l'enzyme de Schardinger, souvent dénommée — à tort — « réductase » de Schardinger, est, en réalité, une « déshydrase » capable de déshydrogéner les substances aldéhydiques ajoutées au lait (formol) en présence d'accepteurs d'hydrogène, tels que le bleu de méthylène, qui sont réduits.

Il s'agit donc là d'une aldéhyde-oxydase (assez analogue à la xanthine-oxydase de Morgan avec laquelle, d'ailleurs, on l'a parfois confondue) ou, plus simplement, d'une *aldéhydase*. La dénomination « réductase de Schardinger » est, en tout cas, incorrecte.

TECHNIQUES ADOPTÉES**1° Nécessité de travailler sur le lait lui-même.**

Il est à peine besoin d'insister sur le fait que ces études doivent être menées, non pas sur les diastases plus ou moins pures extraites du lait, mais sur le lait lui-même qui renferme ces diastases. Il existe en effet, dans le lait cru, des complexes protecteurs des enzymes, plus ou moins associés aux protéines solubles, dont la présence a pour résultat de relever la température d'inactivation des diastases. Nos essais sont donc effectués sur du lait cru chauffé dans différentes conditions. Notons en passant que ces essais, effectués sur plusieurs *laits de mélange* d'origines différentes, ont conduit à des résultats pratiquement identiques.

2° Nécessité d'effectuer le chauffage sur de très petits volumes de lait.

Pour l'étude des durées de chauffage très courtes, il était absolument nécessaire de soumettre à l'action de la température des volumes de lait aussi faibles que possible, possédant une inertie calorifique assez brève pour ne pas fausser les résultats. Un passage de 10 secondes à 80°, par exemple, ne doit pas être précédé de séjours du même ordre de grandeur à chacune des diverses températures immédiatement inférieures. D'autre part les volumes utilisés ne doivent pas être si petits qu'il devienne impossible d'effectuer ensuite la réaction.

Après divers essais d'orientation, nous avons adopté un modèle de microtube à essai, en verre très mince, d'un diamètre intérieur de 3 $\frac{1}{2}$ mm. et d'une longueur totale de 30 cm. dans lesquels nous introduisons 2 cm³ environ de lait à l'aide de pipettes de verre très effilées et très longues.

L'inertie calorifique de ces tubes garnis de liquide a été déterminée à l'aide d'un microthermomètre de précision (diamètre 3 mm.) dont l'inertie propre a été elle-même préalablement déterminée. L'inertie totale de l'équipage, c'est-à-dire le temps nécessaire pour passer de 20° (température de l'eau ou du lait) à 80° (température du bain-marie thermostatique où nous plongeons les tubes à la mise en route du chronomètre) a été trouvée égale, en moyenne, à 25 secondes avec des écarts en plus ou en moins de quelques secondes.

3° Conduite des essais.

Pour chaque température et chaque durée étudiées, 4 microtubes étaient garnis chacun de 2 cm³ de lait, fixés par la partie supérieure sur un dispositif qui les maintenait séparés et parallèles, plongés tous ensemble à la mise en route du chronomètre dans le bain thermostatique où fonctionnait, bien entendu, un agitateur

rapide. La durée de séjour dans le bain était égale à la durée choisie pour l'essai, majorée de 25 secondes, valeur de l'inertie des tubes chargés.

A l'issue du délai prévu, les tubes étaient sortis tous ensemble et immédiatement plongés dans un bain d'eau froide.

Les tubes refroidis étaient vidés de la manière suivante : chaque tube étant retourné dans un tube à hémolyse, l'ensemble était soumis à un bref mouvement centrifuge obtenu par le déplacement rapide du bras allongé.

Le volume de 2 cm³ ainsi recueilli dans le petit tube à essai permettait de procéder aisément aux réactions.

4° Réactions.

a) *Pour la peroxydase* : 2 cm³ de lait sont additionnés de 2 cm³ de solution aqueuse de gaïacol à 2% et de 2 gouttes d'eau oxygénée à 12 volumes. La réaction est observée à froid d'abord pendant une minute puis, s'il y a lieu, pendant 30 minutes ou davantage ;

b) *Pour l'enzyme de Schardinger* : 2 cm³ de lait sont additionnés de 0 cm³ l de réactif de Schardinger (1) dans un tube à hémolyse bouché et porté au bain-marie à 50°. On observe la réaction d'abord pendant 30 minutes puis, s'il y a lieu, pendant trois heures et plus.

5° Remarque importante : réactions obtenues en un temps anormal.

La plupart des auteurs qui ont écrit sur ces deux réactions déclarent qu'elles ne doivent être tenues pour positives que si le changement de coloration est obtenu en moins d'un certain temps, fixé à une minute pour le Dupouy et à 30 minutes pour le Schardinger. Il s'en suit que si la réaction « positive » est obtenue en un temps supérieur, elle doit être tenue pour « négative ». *Nous nous élevons contre cette manière de voir* et nous prétendons qu'une réaction du Dupouy ou de Schardinger obtenue dans un délai supérieur à ceux qui viennent d'être rappelés, fût-elle seulement légère, *doit être tenue pour positive*, c'est-à-dire comportant la conclusion qu'une certaine quantité de diastase active existe encore ou, en d'autres termes, que le lait a été insuffisamment pasteurisé. Il est, en effet, établi que l'inactivation des diastases est proportionnelle à la durée du chauffage du lait. Il en résulte que si le lait a été chauffé à une certaine température pendant un temps *légèrement* inférieur à celui que requiert la destruction complète de la diastase, il subsis-

(1) Réactif de Schardinger :

Solution alcoolique saturée de bleu de méthylène	5 cm ³
Solution commerciale de formol à 40%	5 cm ³
Eau distillée	190 cm ³

tera dans le lait une petite quantité d'enzyme. Or il est également bien connu que la vitesse d'une réaction diastasique (ici, changement de coloration) est, toutes choses égales d'ailleurs, proportionnelle à la concentration en diastase (1). Si donc, dans l'échantillon ainsi traité, il ne subsiste que des traces d'enzyme, l'apparition de la tétragaïaquinone dans la réaction de Dupouy ou la décoloration du bleu de méthylène dans la réaction de Schardinger seront notablement ralenties jusqu'à un minimum de concentration enzymatique voisin de la destruction totale de la diastase, qui correspond à la limite de sensibilité de la réaction. Nous sommes fondés à conclure qu'il est faux de s'en tenir aux limites communément fixées pour la durée d'apparition de la réaction positive.

On nous objectera qu'en vertu du raisonnement précédent, il ne devrait, théoriquement, pas y avoir de limite à la durée possible de cette apparition du changement de coloration. Nous répondrons que, *dans la pratique*, nous observons que si la réaction de Dupouy ne s'est pas produite en 30 minutes, elle n'a plus jamais lieu et que si la réaction de Schardinger n'a pas eu lieu en trois ou quatre heures elle ne se produit plus jamais. C'est donc seulement après ces délais d'observation que nous aurons le droit de déclarer une réaction « définitivement négative ».

* * *

RÉSULTATS OBTENUS

Nous avons examiné l'intervalle de températures compris entre 72° et 83°, et étudié les durées de chauffage suivantes : 10, 20, 30, 40, 60 secondes, puis chaque demi-minute entre 1 et 5 minutes, puis enfin toutes les minutes comprises entre 5 et 30 minutes.

Dans le tableau ainsi obtenu nous avons distingué trois zones :

1° Zone où les réactions ont été positives (changement de coloration du lait additionné des réactifs) dans les temps prescrits communément ;

2° Zone où les réactions ont été positives dans un temps supérieur au temps communément prescrit (réactions « anormalement » positives) ;

3° Zone où les réactions ont été négatives d'une manière définitive.

Il est bien évidemment, d'après ce que nous avons dit plus haut, que nous considérons les deux premières zones comme certainement positives. Nous avons néanmoins maintenu la distinction entre les

(1) Ainsi dans la réaction d'oxydo-réduction de Schardinger, la vitesse de chute du potentiel « redox » qui conditionne la vitesse de décoloration du bleu est directement proportionnelle à la concentration en aldéhydase.

deux premières zones pour permettre de constater l'erreur que, selon nous, l'on commettait en s'en tenant aux durées « classiques » des réactions (à vrai dire cette erreur est faible aux hautes températures).

La seule chose qui nous intéresse ici n'est pas la reproduction intégrale du tableau ainsi obtenu, mais l'indication des durées de chauffage correspondant aux limites qui séparent les zones entre elles. Ces durées de chauffage, pour chaque température, sont les suivantes :

1° Peroxydase (réaction de Dupouy)

Températures de chauffage du lait	Durées de chauffage fournissant :		
	Une réaction positive en moins d'une minute	Une réaction positive en plus d'une minute	Une réaction définitivement négative
83.....	(moins de 10 sec.)	—	10 secondes
82.....	10 secondes	entre 10 et 20 sec.	20 secondes
81.....	20 secondes	entre 20 et 60 sec.	1 minute
80.....	1 minute	entre 1 et 3 min. $\frac{1}{2}$	3 minutes $\frac{1}{2}$
79.....	1 minute $\frac{1}{2}$	entre 1 $\frac{1}{2}$ et 5 $\frac{1}{2}$ min.	5 minutes $\frac{1}{2}$
78.....	2 minutes	entre 2 et 9 min.	9 minutes
77.....	3 minutes	entre 3 et 11 min.	11 minutes
76.....	4 minutes	entre 4 et 16 min.	16 minutes
75.....	5 minutes	entre 5 et 19 min.	19 minutes
74.....	10 minutes	entre 10 et 26 min.	26 minutes
73.....	20 minutes	entre 20 et plus de 30 min.	plus de 30 minutes
72.....	(plus de 30 minutes)	?	?

2° Aldéhydase (réaction de Schardinger)

Températures de chauffage du lait	Durées de chauffage fournissant :		
	Une réaction positive en moins de 30 minutes	Une réaction positive en plus de 30 minutes	Une réaction définitivement négative
83.....	moins de 10 sec.	—	10 secondes
82.....	moins de 10 sec.	—	10 secondes
81.....	moins de 10 sec.	—	10 secondes
80.....	moins de 10 sec.	—	10 secondes
79.....	20 secondes	entre 20 et 40 sec.	40 secondes
78.....	20 secondes	entre 20 sec. et 1 min.	1 minute
77.....	1 minute	entre 1 et 2 min.	2 minutes
76.....	1 min. $\frac{1}{2}$	entre 1 $\frac{1}{2}$ et 2 min. $\frac{1}{2}$	2 minutes $\frac{1}{2}$
75.....	1 minute $\frac{1}{2}$	entre 1 $\frac{1}{2}$ et 3 min.	3 minutes
74.....	2 minutes	entre 2 et 4 min.	4 minutes
73.....	4 minutes	entre 4 et 8 min.	8 minutes
72.....	6 minutes	entre 6 et 10 min.	10 minutes

Les graphiques ci-contre donnent une représentation de ces deux séries de résultats. (On remarquera certains écarts apparents pour quelques points. Ces écarts ne proviennent pas d'une incertitude sur les résultats mais d'une imperfection de la méthode employée : les temps de chauffage expérimentés ne sont pas assez rapprochés ; au lieu d'expérimenter, entre 1 et 5 minutes, toutes les 30 secondes, il eût été préférable d'obtenir des résultats toutes les 15 secondes, ce que nous n'avons pas fait.)

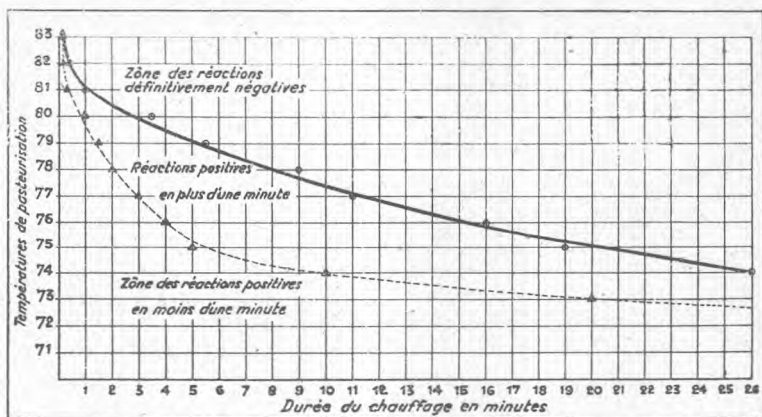


Tableau 1 : Réaction de Dupouy

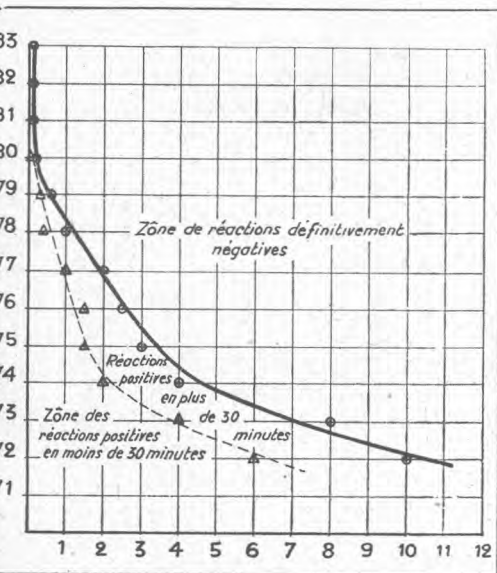


Tableau 2 : Réaction de Schardinger

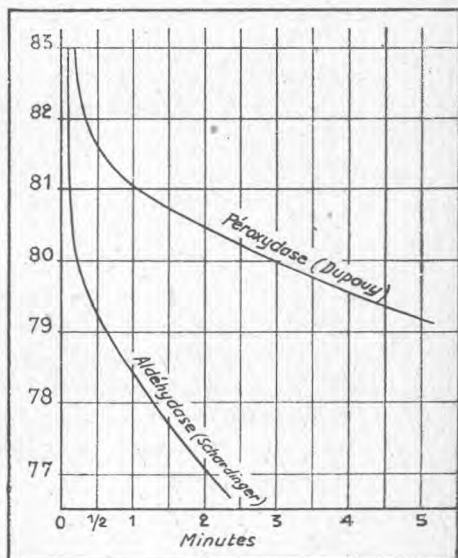


Tableau 3 : Comparaison des deux réactions

Commentaires

L'examen des tableaux et des graphiques montre :

1° Que, comme on le savait déjà, l'aldéhydase de Schardinger est plus sensible à l'action de la chaleur que la peroxydase ;

2° Que la peroxydase est *entièrement* détruite par un chauffage de 20 secondes à 82° ou de 30 secondes vers 81°5, ou de 1 minute à 81° ou encore de 2 minutes à 80°5 ;

3° Que l'aldéhydase est *entièrement* détruite par un chauffage de 10 secondes à 80°, ou de 30 secondes à 79°5, ou de 1 minute à 78°5 ou encore de 2 minutes à 77° ;

4° Qu'il y a, par conséquent, un décalage de 2° à 2°5 entre la température d'inactivation de ces deux diastases pour une même durée de chauffage au voisinage de 80° ;

5° Que l'utilisation des temps de réaction ordinairement prescrits (1 minute pour le Dupouy, 30 minutes pour le Schardinger) conduit à une erreur — relativement faible pour des temps de chauffage inférieurs à une minute au voisinage de 80° — mais qui devient de plus en plus importante au fur et à mesure que la température de pasteurisation s'abaisse (en même temps que les durées de pasteurisation s'allongent.)

Il va de soi qu'aucune de ces méthodes ne permet de déterminer *à la fois* la température et la durée de la pasteurisation. On peut seulement déduire de leur emploi la connaissance de l'une des deux variables (par exemple la température atteinte par le lait) si l'autre est connue (par exemple la durée, qui est généralement invariable pour un pasteurisateur donné). Cette déduction n'est donc valable que pour une usine déterminée dont on connaît le matériel.

Pour ce qui est du contrôle de la pasteurisation en dehors de l'atelier (c'est-à-dire effectué par des laboratoires étrangers à l'usine) la valeur de ces méthodes repose sur les postulats suivants : les germes pathogènes courants ont une résistance thermique inférieure à celle de la diastase qui sert de moyen de contrôle ; de la disparition totale de telle diastase on infère la destruction certaine des germes pathogènes ; la pasteurisation est donc déclarée satisfaisante si la diastase choisie est détruite, quelles que soient les températures et durées utilisées pour le chauffage du lait. La sûreté de la méthode de contrôle, au point de vue de l'hygiène, repose donc uniquement sur le choix de la diastase dont la résistance thermique doit être la plus élevée possible. Or il est parfaitement acquis que les germes pathogènes courants sont détruits à des températures plus basses, et pour des durées plus brèves que celles de la peroxydase

et même de l'aldéhydase, températures et durées qui ont été déterminées plus haut (courbes en traits pleins des graphiques). C'est pourquoi, sans se préoccuper de la manière dont la pasteurisation a été effectuée, on peut affirmer qu'elle est satisfaisante au point de vue de l'hygiène si les réactions précédentes (et, a fortiori, celle de la phosphatase) sont définitivement négatives.

* * *

RÉSUMÉ ET CONCLUSIONS

1° Le contrôle de la pasteurisation par l'épreuve de la peroxydase présente des irrégularités dues à la présence dans le lait de traces de métaux lourds (cuivre surtout) et est, d'autre part, à peu près inapplicable dans le cas des crèmes ;

2° Le contrôle de la pasteurisation par l'épreuve de l'aldéhydase (réaction de Schardinger) n'est pas troublé par la présence de cuivre et constitue, d'autre part, la méthode de choix dans le cas des crèmes ;

3° On a donc songé à remettre en vigueur la réaction de Schardinger, délaissée comme correspondant à une limite thermique trop basse. Il s'agissait de savoir si cette limite inférieure d'inactivation thermique de l'aldéhydase (sur laquelle on n'a que des renseignements incomplets ou imprécis) était très éloignée de celle de la peroxydase et si elle restait satisfaisante du point de vue de l'hygiène comme contrôle de la destruction des germes pathogènes éventuellement contenus dans le lait ;

4° Les résultats obtenus ont montré que les deux diastases considérées sont entièrement détruites dans les conditions suivantes :

a) *Peroxydase* :

En 20 secondes à 82°, en 30 secondes à 81°5 ; en une minute à 81°, en 2 minutes à 80°5, etc... ;

b) *Aldéhydase* :

En 10 secondes à 80°, en 30 secondes à 79°5 ; en une minute à 78°5, en 2 minutes à 77°, etc...

Ces conditions sont, les unes et les autres, satisfaisantes du point de vue de l'hygiène et les pasteurisations menées sur ces bases (c'est-à-dire conduisant à des réactions définitivement négatives) peuvent être considérées comme suffisantes ;

5° Il est recommandable de ne pas s'en tenir aux durées de réaction ordinairement prescrites pour le Dupouy (1 minute) et pour le Schardinger (30 minutes) mais de poursuivre l'examen

des réactions pendant 30 minutes pour le Dupouy et 3 ou 4 heures pour le Schardinger, temps au bout desquels ces réactions peuvent être considérées comme définitivement négatives ;

6° La réaction de Schardinger sera conduite de la manière suivante :

A 10 cm³ de lait introduits dans un tube à essai de faible diamètre, ajouter 0 cm³ 5 de réactif de Schardinger. Boucher le tube et le porter au bain-marie à 50°. Examiner le tube au bout de quatre heures. Si le tube est resté bleu *dans toute sa longueur* la réaction est négative et la pasteurisation suffisante. Si, au bout de ce temps, on observe une décoloration partielle, même minime (au fond du tube) la réaction doit être considérée comme positive et la pasteurisation déclarée insuffisante ;

7° La réaction de Schardinger, appliquée de la même manière, est particulièrement recommandable pour le contrôle de la pasteurisation des crèmes.

(Signalons que la partie expérimentale de ce travail a été effectuée avec la collaboration de M. LIGNAC du laboratoire de Bactériologie de la S. A. F. R. que nous remercions particulièrement pour le soin qu'il a apporté dans l'exécution des essais.)

L'EMPLOI DU DISQUE D'ACKERMANN

par

R. MOREAU

La détermination de l'extrait sec dégraissé d'un lait, par dessiccation à l'étuve et extraction à l'éther de la matière grasse, si elle ne constitue pas en principe une opération compliquée, exige cependant de la part de l'opérateur une habitude des manipulations, certaines précautions et un temps déjà important.

Beaucoup de laboratoires industriels ne disposent pas du personnel « ad hoc » et, dans ce cas, le chiffre trouvé risque de présenter une approximation moins grande que celui qui serait obtenu à l'aide des tables de Fleishmann ou du disque d'Ackermann. Encore faut-il que tables ou disque soient employés correctement.

Or, dans la plupart des laboratoires, le chimiste analyste se contente, en ce qui concerne la matière grasse, de reporter sur le disque d'Ackermann le chiffre indiqué par l'échelle graduée du butyromètre Gerber et de lire sur le disque, en fonction de la densité, l'extrait sec correspondant, en le considérant, à tort, comme se rapportant à un litre de lait.