



DOSAGE DE L'ACIDE CITRIQUE DANS LES LAITS DESSÉCHÉS OU CONCENTRÉS

A. Tapernoux, A. Magat

► To cite this version:

A. Tapernoux, A. Magat. DOSAGE DE L'ACIDE CITRIQUE DANS LES LAITS DESSÉCHÉS OU CONCENTRÉS. *Le Lait*, 1961, 41 (409_410), pp.600-606. <hal-00928297>

HAL Id: hal-00928297

<https://hal.science/hal-00928297v1>

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.



HAL Authorization

possibilité de séparer ces deux organismes, en symbiose dans les cultures de yoghourt, par le choix d'agents appropriés.

La résistance de *Streptococcus thermophilus* est plus élevée vis-à-vis du bleu de bromothymol et de HgNO_3 ; celle de *Lactobacillus bulgaricus* est plus grande vis-à-vis du vert de méthyle et de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$.

Après des examens sur des cultures industrielles, nous avons constaté que cette propriété était moins constante vis-à-vis des sels minéraux que vis-à-vis des colorants. L'emploi des colorants bleu de bromothymol et vert de méthyle permet des isolements sûrs et faciles.

Summary

We have sought to find a specific inhibition that would easily separate a mixed culture (yoghourt), *Streptococcus lactis* and *Lactobacillus bulgaricus*. We have thus shown that bromothymol blue and methyl green make possible sure and easy isolations. On the other hand the mineral salts with which we experimented did not give constant results.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] E. E. VAN DE GEHUCHTE. *Milchwissenschaft*, **15**, 597-599. 1960.
- [2] McCLUNG. *Handbook of Microscopical Technique*, 3th ed. Paul B. Høber. New-York. 1950.

DOSAGE DE L'ACIDE CITRIQUE DANS LES LAITS DESSÉCHÉS OU CONCENTRÉS) (1)

par

A. TAPERNOUX et A. MAGAT

Professeur de Chimie Agrégé de Chimie

Laboratoire de Physique et Chimie de l'Ecole Nationale Vétérinaire — Lyon

L'addition éventuelle d'acide citrique comme stabilisant des laits desséchés ou conservés impose à l'expert chimiste et aux organismes chargés du contrôle de disposer d'une technique analytique convenable pour le dosage de cette substance, ainsi que de connaître les concentrations que l'on peut rencontrer dans le lait normal sous ses diverses formes d'utilisation.

(1) *Ann. Nut. Al.* (C.N.R.S.), 1960, **14**, 81.

La présence de l'acide citrique dans le lait signalée par SOXHLET et HEINKEL [5] en 1888, a été confirmée définitivement par SOMMER et HART [4] en 1918.

Parmi les nombreuses méthodes de dosage qui ont été utilisées, il y a lieu de signaler :

1° La méthode pondérale de LAMPITT [2] modifiée par ARUP [1] fondée sur l'oxydation de l'acide citrique en pentabromacétone¹;

2° La méthode de WEIL-MALHERBE et BONE [7] fondée aussi sur la formation de la pentabromacétone que l'on dose ensuite par colorimétrie en présence de sulfure de sodium.

Cette méthode a été utilisée à notre laboratoire par TURQUAND [6] pour le dosage de l'acide citrique dans les laits en nature. Nous nous limiterons à l'énoncé des résultats obtenus, la technique ayant été indiquée en détail dans le travail cité en référence ;

3° La méthode de MARIER et BOULET [3] fondée sur la réaction colorée de FURTH et HERMANN que donne l'acide citrique avec la pyridine et l'anhydride acétique.

Cette dernière technique, que nous avons appliquée au dosage de l'acide citrique dans des laits en poudre et des laits conservés, sera décrite avec quelques détails car elle nous a semblé beaucoup plus avantageuse que les précédentes.

Appareillage. — Electrophotomètre MEUNIER, écran bleu, cuve à eau de grande capacité amenée à la température de 32° C (au moins 400 ml par tube de dosage), burettes pour l'addition de la pyridine et de l'anhydride acétique, tubes à essai de capacité 40 millilitres à bouchons rodés.

Réactifs

Pyridine et anhydride acétique purs.

Solution standard d'acide citrique anhydre à 200 µg/ml préparée par dilution d'une solution mère à 40 mg/ml.

L'acide citrique anhydre est obtenu par dessiccation à 90° jusqu'à poids constant de l'acide cristallisé pur.

Au réfrigérateur la solution mère peut être conservée pendant un an et la solution standard un mois.

Préparation des échantillons

Une prise d'essai d'environ 800 mg de poudre ou de lait concentré est pesée avec précision, dissoute dans de l'eau distillée tiède, puis placée après refroidissement dans une fiole jaugée de

100 ml. Après ajustage au trait de jauge on prélève 1 ml que l'on porte dans un tube à essai à bouchon rodé.

Parallèlement on prépare avec la solution standard, une gamme de référence de cinq tubes au moins, contenant respectivement 0, 25, 50, 100, 200 μ g d'acide citrique, en complétant éventuellement avec de l'eau distillée de manière que chaque tube contienne 1 ml de liquide.

Réaction colorée

A l'aide d'une burette on ajoute dans chaque tube, 1,30 ml de pyridine. Après l'avoir refroidi en le plongeant dans de l'eau glacée pendant 5 mn, on ajoute 5,70 ml d'anhydride acétique. Le tube est bouché immédiatement et agité énergiquement pendant 10 s dans l'eau de la cuve à 32°. Puis on le maintient dans l'eau à 32° C pendant 30 mn exactement.

La lecture au colorimètre est conduite ensuite le plus rapidement possible. La teneur en acide citrique des divers échantillons est calculée à l'aide de la courbe de référence qui doit être une droite dans les conditions de l'expérience.

Remarques

La technique que nous avons suivie est conforme à la publication de **MARIER** et **BOULET**. Nous avons cependant introduit les modifications suivantes :

a) Addition de l'anhydride acétique dans un tube préalablement refroidi pour éviter l'échauffement brutal nuisible au développement de la coloration. Dans ces conditions, la température du liquide ne s'élève à aucun moment au-dessus de 32° C ;

b) Etablissement d'une courbe de référence avec chaque série de mesures.

Dans ces conditions, il ne paraît pas indispensable de posséder un bain-marie réglé à $32 \pm 0,25^\circ$ C comme **MARIER** et **BOULET** le recommandent. Une cuve à eau de grande capacité (10 à 15 l), amenée à 32° C, juste avant le début des opérations, semble convenir parfaitement ; en 30 mn le refroidissement est négligeable ; il peut d'ailleurs être compensé par addition d'eau chaude. De toute façon, les conditions de température demeurent identiques pour les échantillons et les tubes standard.

Résultats

Nous avons réuni dans les tableaux suivants les résultats obtenus sur :

- I. 34 laits crus individuels.
- II. 8 laits pasteurisés conditionnés.
- III. 7 poudres de lait simples.
- IV. 15 poudres de lait complexes (laits acidifiés ou farines lactées).
- V. 5 laits concentrés sucrés ou non.

TABLEAU I

LAITS CRUS INDIVIDUELS

non acides — méthode de Weil Malherbe et Bone)

34 échantillons

Valeur moyenne	1,169 g d'acide citrique anhydre par litre
Valeurs extrêmes	0,480 g et 1,728 g
Ecart type	0,376

TABLEAU II

LAITS PASTEURISÉS CONDITIONNÉS

(non acides — méthode de Weil Malherbe et Bone)

Valeur moyenne	1,040 g d'acide citrique anhydre par litre
Valeurs extrêmes	0,768 g et 1,488 g
Ecart type	0,245

TABLEAU III

POUDRES DE LAIT SIMPLES SPRAY (sauf n° 5 Hatmaker)

Poudre N°	Matière grasse	Acide citrique anhydre p. 100	Nombre de dosages effectués
1	26 p. 100	1,79	2
2	écrémé	2,24	2
3	»	1,53	1
4	»	2,31	8
5	»	1,58	2
6	25 p. 100	1,27	2
7	écrémé au 1/3	1,71	3

Moyenne : 1,78

Ecart type : 0,35

TABLEAU IV

POUDRES DE LAIT COMPLEXES ADDITIONNÉES DE GLUCIDES DIVERS

Poudre N°	Matière grasse	Lactose	Saccharose	Maltose	Dextrines	Acide citrique anhydre	Nombre de dosages effectués
	p. 100	p. 100	p. 100	p. 100	p. 100	p. 100	
8	18,9	24	22	3,6	8,4	1,27	2
9	12	30	30	0	0	1,57	2
10	12	30	10	20 avec dextrine		0,81	3
11	10,5	28,5	35,5	0	0	1,25	2
12	9,6	23,8	10,2	16,4	13,4	1,02	2
13	10,4	28,8	36,7	0	0	1,01	2
14	10	27,7	37	0	0	0,91	1
15	Aliment pour veaux après le sevrage, à 16 p. 100 de matière grasse					1,03	1
16	Lait en poudre entier acidifié, crème de maïs et sucres					0,75	2
17	Lait en poudre (extrait de malt 47 p. 100, saccharose 24,5 p. 100, lait entier 7,25 p. 100, lait écrémé 11,25 p. 100, cacao 9 p. 100, miel 0,5 p. 100)					0,54	1
18	Lait entier, fécule, dextrine, maltose, jus de citron					2,02	2
19	Lait albumineux, non écrémé, ne contenant ni saccharose, ni farine					0,31	2
20	Lait en poudre (saccharose et miel)					0,79	1
21	Lait écrémé, saccharose 3,5 p. 100, dextrines 0,83 p. 100, acide lactique 0,43 p. 100, cellulose 0,43 p. 100					0,91	1
22	Lait « humanisé » (55 p. 100 de glucides)					0,53	2

TABLEAU V

LAITS CONCENTRÉS

	Numéros	Acide citrique anhydre p. 100	Nombre de dosages effectués
Non sucrés	23	0,214	1
	24	0,310	1
Sucrés	25	0,267	3
	26	0,310	1
	27	0,268	1

Commentaires

De l'examen des résultats obtenus, il semble que la teneur en acide citrique anhydre $\left(\frac{\text{acide anhydre}}{\text{acide monohydraté}} = \frac{192}{200} \right)$ peut être estimée avec un coefficient de sécurité de 0,95 :

- à 1,78 p. 100 \pm 0,70 pour les poudres de lait simples,
- à 1,040 \pm 0,490 g/l pour les laits de mélange pasteurisés conditionnés,

lorsque le dosage est conduit suivant la méthode de WEIL-MALHERBE et BONE ;

- à 1,70 p. 100 \pm 0,70 pour les poudres de lait simples,
- à 0,262 p. 100 \pm 0,48 pour les laits concentrés non sucrés,
- à 0,282 p. 100 \pm 0,28 pour les laits concentrés sucrés,

lorsque le dosage est conduit suivant la méthode de MARIER et BOULET.

Pour les laits desséchés complexes (farines lactées), il nous est apparu de peu d'intérêt d'établir une moyenne en raison de la variété des produits commerciaux.

Dans 15 préparations différentes, la concentration en acide citrique a été trouvée par la méthode de MARIER et BOULET, comprise entre 0,53 p. 100 et 1,57 p. 100 si l'on met à part la poudre n° 18 acidifiée au jus de citron et dont la teneur était 2,02 p. 100.

La précision et la reproductibilité des mesures précédentes suggèrent quelques commentaires. MARIER et BOULET annoncent une précision de 2,5 p. 100. En considérant les résultats d'analyses effectuées à 2,3 ou même 8 reprises (poudre n° 4), nous avons constaté une précision de l'ordre de 5 p. 100 (les dosages étaient exécutés par séries de 10, en 2 h environ, avec deux manipulateurs).

Pour de telles analyses de routine, cette précision est encore acceptable : elle est certainement meilleure qu'avec la méthode de WEIL-MALHERBE et BONE, beaucoup plus laborieuse et que nous avons primitivement appliquée aux laits en nature.

Summary

The citric acid contents of 69 samples of milk in its natural form, in powder form or in concentrated form have been determined by colorimetric methods : that of WEIL-MALHERBE and BONE for the former, and that of MARIER and BOULET for the others.

The contents of citric acid in milk in its natural state (untreated, individual or pasteurised) is approximately 1,1 g/l ; that of simple

milk powders is about 1,8 p. 100 ; that of various different milk flours sold commercially lies between 0,5 p. 100 and 1,6 p. 100 ; finally concentrated milks (whether sweetened or not) examined contained from 0,21 p. 100 to 0,31 p. 100 of citric acid.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] P. S. ARUP. *Analyst*, **63**, 635-643. 1938.
- [2] L. H. LAMPITT. *Analyst*, **62**, 654-665. 1936.
- [3] J. R. MARIER et M. BOULET. *J. Dairy Sci.*, **41**, 1683-1692. 1958.
- [4] H. H. SOMMER et E. B. HART. *J. Biol. Chem.*, **35**, 313. 1918.
- [5] F. SOXHLET et T. HEINKEL. *Munch. med. Woch.*, **53**, 32, 8. 1888.
- [6] O. TURQUAND. *Thèse doctorat vétérinaire*, Lyon 1960.
- [7] H. WEIL-MALHERBE et A. D. BONE. *Biochem. J.*, **45**, 377-381. 1949.

LES ACIDES POLYINSATURÉS DU BEURRE (1)

Influence de la saison

par

SIMONE KUZDZAL-SAVOIE et W. KUZDZAL

Station centrale de Recherches laitières
et de Technologie des Produits animaux.

Centre national de Recherches zootechniques, Jouy-en-Josas (S.-et-O.)

I. — INTRODUCTION

Les acides polyinsaturés de la matière grasse du beurre ont été étudiés au cours des dix dernières années par de nombreux auteurs, tant en Europe (MATTSSON, 1949 ; MATTSSON, THOMÉ et SWARTLING, 1951 a et 1951 b ; STADHOUDERS et MULDER, 1955 ; SWARTLING et MATTSSON, 1956 ; MATTSSON et SWARTLING, 1958 ; JENSEN, PEDERSEN et OVERGAARD, 1958 ; KUZDZAL-SAVOIE et KUZDZAL, 1961), qu'en Amérique (SMITH et JACK, 1954 ; WOOD et HAAB, 1957) et Nouvelle-Zélande (McDOWELL, 1953).

Ces auteurs ont établi que la teneur du beurre en acide diène conjugué est étroitement liée à l'indice d'iode. Nous trouvons ainsi une grande amplitude de variation de cette teneur, avec un maximum vers la fin de l'été dans les pays où le régime de stabulation alterne avec le régime de pâturage. Par contre, lorsque les vaches restent au pâturage toute l'année (cas de la Nouvelle-Zélande),

(1) *Ann. Technol. agric.*, 1961, **10** (1), 73.