



HAL
open science

La lipolyse des laits. Etude d'une méthode rapide de mesure

L. Mouillet, F. M. Luquet, H. Nicod, J. F. Boudier, H. Mahieu

► **To cite this version:**

L. Mouillet, F. M. Luquet, H. Nicod, J. F. Boudier, H. Mahieu. La lipolyse des laits. Etude d'une méthode rapide de mesure. *Le Lait*, 1981, 61 (603_604), pp.171-186. hal-00928882

HAL Id: hal-00928882

<https://hal.science/hal-00928882>

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.

La lipolyse des laits.

Etude d'une méthode rapide de mesure

par

L. MOUILLET *, F. M. LUQUET *, H. NICOD *
J. F. BOUDIER ** et H. MAHIEU ***

INTRODUCTION

La matière grasse laitière est constituée d'environ 98 p.100 de triglycérides représentés par des esters du glycérol et d'acides gras aliphatiques. Par hydrolyse (intervention d'une, de deux ou de trois molécules d'eau), ces esters libèrent leurs constituants : glycérol et acides gras libres (AGL). L'hydrolyse peut donc être réalisée essentiellement de deux façons :

— *Action chimique*, à l'aide d'alcalis ; il y a formation d'un sel, et les AGL se retrouvent sous la forme R.COO Na : réaction de saponification.

— *Action enzymatique*, où interviennent des *lipases*. Cette action nous intéresse particulièrement puisque c'est elle qui est responsable de la libération d'une partie des AGL retrouvés dans le lait et les produits laitiers. Cette action est plus communément appelée *la lipolyse*.

A la sortie de la mamelle, le lait renferme une certaine acidité due à des AGL présents naturellement dans le lait. Cette acidité peut augmenter au cours du temps du fait de l'activité lipolytique de deux groupes d'enzymes.

1. *Une lipase naturelle* du lait, dont l'action lipolytique s'exerce préférentiellement au niveau des acides gras situés sur les chaînes externes de la molécule de glycérol. Or, dans la matière grasse laitière

* I.S.H.A., rue du Chemin-Blanc, B.P. 138, Champlan, 91163 Longjumeau Cedex.

** LABCODRAL. ENSIA, 105, rue de l'Université, 59500 Douai.

*** I.T.E.B., 149, rue de Bercy, 75579 Paris Cedex 12.

les acides gras à courte chaîne sont préférentiellement situés en position 3 du glycérol, il en résulte que l'action de ce type d'enzyme provoque l'apparition d'une proportion plus élevée d'acide gras à courte chaîne dans l'ensemble des AGL [14] comparée à celle observée dans les triglycérides initiaux. Cette enzyme naturelle est *thermolabile* (détruite au cours de la pasteurisation).

2. *Des lipases d'origine bactérienne ou fongique.* Cette lipolyse peut intervenir dans le cas des laits réfrigérés, après plusieurs jours de stockage à basse température. Ce type de lipolyse est généralement lié au développement d'une flore psychrotrophe productrice d'enzymes exocellulaires lipolytiques. La spécificité d'action des lipases d'origine bactérienne ou fongique peut être différente de celle décrite précédemment. Contrairement à la lipase naturelle, certaines lipases bactériennes sont *thermo-résistantes*.

Dans le lait, l'action des lipases est limitée par la « membrane » des globules gras. Tous les traitements qui altèrent la surface globulaire favorisent la lipolyse. Ce sont essentiellement les traitements mécaniques (pompage, agitation, homogénéisation, etc.) et les traitements thermiques (changements brusques et répétés de température).

Le terme « AGL » englobe tous les acides gras qui proviennent de la matière grasse laitière par hydrolyse enzymatique, ou qui résultent d'une synthèse incomplète au niveau de la mamelle. Sont donc concernés les mono-acides aliphatiques saturés et insaturés, à chaîne droite ou à chaîne ramifiée. Par contre, les acides carboxyliques tels que les acides : lactique succinique, citrique, etc. [14], ne font pas partie des « AGL ».

Dans la plupart des cas, les AGL sont présents soit sous la forme R.COO H (acides) soit sous la forme : R.COO Na (sels). Il est important de préciser que les AGL ne sont volatils et n'ont d'arôme caractéristique, que s'ils se trouvent à l'état acide.

La perception de la saveur spécifique des AGL constitue le défaut organoleptique de rancidité du lait et des produits laitiers. Ce défaut est d'autant plus marqué que la quantité d'AGL à courte chaîne (C₄ à C₁₂) est plus importante. Différents auteurs ont montré qu'à partir d'une certaine quantité d'AGL le défaut de rance est perçu [23]. Il est donc essentiel de pouvoir compléter toute étude relative à la lipolyse d'une mesure des qualités organoleptiques des produits étudiés.

1. GENERALITES SUR LES METHODES DE DOSAGES DES ACIDES GRAS LIBRES

Le dosage des AGL peut s'effectuer soit :

1. d'une façon globale :

- détermination de l'acidité libre de la matière grasse pure ou celle d'un extrait organique renfermant les AGL,
 - dosage des AGL par des méthodes colorimétriques, de la tension superficielle, etc. ;
2. d'une façon plus spécifique : séparation et dosage de chaque AGL par des techniques chromatographiques.

1.1. Dosage global des AGL

1.1.1. DOSAGE TITRIMÉTRIQUE DE L'ACIDITÉ LIBRE

1.1.1.1. *A partir de la matière grasse pure*

L'isolement de la matière grasse peut être effectué soit directement en utilisant un procédé de barattage [9] soit après action d'une solution détergente (méthode BDI : Bureau of Dairy Industrie) [28, 24, 29]. Cette dernière technique a été modifiée par de nombreux auteurs [6, 10]. La matière grasse extraite est remise en solution dans un mélange alcool-éther éthylique, l'acidité libre est déterminée par titrimétrie. Le résultat est le plus souvent exprimé en :

— *Degré d'acidité* (ou ADV : Acid Degree Value), qui représente le nombre de ml de liqueur basique normale nécessaire pour neutraliser les AGL contenus dans 100 g de matière grasse. On l'exprime en milli-équivalents (meq)/100 g de matière grasse. Dans le lait la valeur normale est de l'ordre de 0,5 ADV. A partir de valeurs supérieures à 1,0 le goût de rance peut devenir perceptible.

— *Acidité oléique* qui est le pourcentage, en masse, d'AGL exprimé en acide oléique : acidité oléique : $ADV \times 0,28$.

— *Indice d'acide*, qui est le nombre de mg de KOH nécessaire pour neutraliser les AGL contenus dans 1 g de matière grasse. Indice d'acide = acidité oléique $\times 1,99$.

Les résultats obtenus avec la méthode BDI sont reproductibles mais le mode opératoire est relativement long à mettre en œuvre, ce qui limite son emploi dans le cas de très grandes séries d'analyses. De plus, les AGL à courte chaîne ne sont pratiquement pas extraits.

1.1.1.2. *A partir d'une extraction à l'aide de solvants.*

L'extraction des AGL est réalisée à l'aide d'alcool et de solvants organiques (éther éthylique, éther de pétrole, etc.). Une acidification préliminaire du lait améliore l'extraction [11, 22]. Une partie aliquote de l'extrait est utilisée pour le titrage [7, 18, 27]. De nombreux auteurs, et parmi eux : Dole V. P [5] et Deeth H. C., Fitz-Gerald C. H. and Wood A. P. [4] ont décrit des techniques reposant sur ce principe. Pillay *et al.* [22] complètent cette méthode par une étude sensorielle.

L'extraction des AGL par élution sur l'acide silicique après acidification a également été préconisée [16, 17]. Le mélange éluant étant constitué par du chloroforme pur [1] ou par un mélange chloroforme/butanol [8].

1.1.2. AUTRES MÉTHODES

• *Méthodes colorimétriques*

Plusieurs techniques ont été décrites ; parmi elles on peut citer :

— Formation de sels de cobalt donnant un complexe coloré avec l' α nitroso ρ -naphthol [21].

— Formation de sels de cuivre, qui développent en présence de diéthylthiocarbamate de sodium une coloration lue à 440 nm [13] Shipe W. F, Senyk G. F. et Fountain K. B. [26] l'ont semi-automatisée (200 échantillons).

— Utilisation de la Rhodamine B et de la Rhodamine 6 G qui forment des complexes colorés en présence d'ions uranyl [19, 12].

— Utilisation d'un colorant : bleu de Nil [20].

• *Mesure de la tension superficielle*

Ces méthodes ont été décrites par Frankel E. N et Tarassuk N. P. [7] et par Buchanan R. A. [2]. Elles sont basées sur la diminution de la tension superficielle due aux AGL.

1.2. Méthodes spécifiques d'analyses des différents AGL

Les techniques d'analyses des AGL par chromatographie en phase gazeuse [14, 15] constituent des méthodes de référence très intéressantes mais malheureusement elles sont longues à mettre en œuvre et nécessitent un investissement relativement coûteux en matériel.

1.3. Conclusion

Les techniques de détermination des AGL sont nombreuses et variées. La plupart d'entre elles sont mal adaptées à l'une des principales préoccupations, au niveau de la profession laitière qui est d'avoir à sa disposition une méthode capable de fournir une information globale du degré de lipolyse et ce, dans un temps très court, et à un prix bas, afin de permettre :

— un tri rapide de la matière première ;

— des enquêtes au niveau des producteurs ;

— de suivre l'évolution de la lipolyse au cours des différents traitements subis par le lait.

Pour essayer de répondre à ces impératifs nous avons testé une méthode rapide de dosage globale : la méthode BLM.

2. DETERMINATION RAPIDE DE L'INDICE DE LIPOLYSE : METHODE B.L.M.

2.1. Principe de la méthode

La méthode consiste à extraire en quelques minutes, à l'aide de solvants, les AGL contenus dans un échantillon de lait et de les doser par titrimétrie. Le résultat est exprimé en meq/litre de lait (indice BLM).

2.2. Réactifs et matériel

— RÉACTIFS

- *Extraction des AGL*

On utilise des mélanges de solvants organiques permettant la récupération d'une fraction relativement importante de tous les AGL, en limitant au maximum l'extraction des acides ne résultant pas de la lipolyse. Réactif A (isopropanol, Butanol 2, éther de pétrole, H₂SO₄). Réactif B (pentane, hexane, heptane).



fig. 1

Matériel utilisé pour la détermination de l'indice de lipolyse
par la méthode BLM

- *Dosage titrimétrique*

- Un indicateur de fin de titration (solution C) bleu de thymol (0,75 p. 1000) en solution alcoolique (solution D).

- Une solution à 0,002 N de potasse alcoolique.

— MATÉRIEL

- Pipettes permettant le prélèvement de 5 ml de lait.
- Epprouvettes à pieds de 25 ml graduées, rodées et munies d'un bouchon.

- Pipettes de prélèvement du surnageant (4 ml).

- Petits tubes à essais ou petits erlens (10 à 20 ml).

- Burette graduée au 1/10°.

2.3. Mode opératoire

2.3.1. EXTRACTION DES AGL

Dans l'éprouvette graduée, on introduit 5 ml de lait, rendu homogène, et on ajoute dans l'ordre :

- 10 ml de réactif A,

- 6 ml de réactif B,

- 4 ml d'eau distillée ou déminéralisée.

Après avoir bouché l'éprouvette on agite pendant 15 secondes et on laisse reposer quelques minutes pour obtenir un surnageant. Cette phase supérieure renferme la matière grasse et les AGL.

2.3.2. TITRATION

On prélève 4 ml de surnageant et après avoir ajouté 4 à 5 gouttes d'indicateur on titre avec la solution titrée d'alcali jusqu'au virage au bleu de l'indicateur. Un « blanc » est effectué en remplaçant le lait par 5 ml d'eau distillée ou déminéralisée. Lors de cet essai, le volume d'alcali utilisé pour le dosage ne doit pas dépasser 0,3 ml.

2.4. Résultats

Si on appelle X (ml) le volume d'alcali utilisé pour l'essai et b (ml) celui utilisé pour le blanc, l'indice de lipolyse BLM, exprimé en milliéquivalents par litre de lait, est donné par la formule :

$$I_{(BLM)} \text{ meq/l} = \frac{(x-b) \cdot 0,002 \times 1\,000}{5 \times 4} = (x-b) \cdot 0,87$$

8,75 ⁽¹⁾

(1) 8,75 = Volume total du surnageant.

Remarque : Plusieurs milliers d'analyses ont été réalisées au cours de ces derniers mois, tant au laboratoire que sur le terrain (salle de traite). Nous avons constaté, qu'avec cette méthode, deux techniciens pouvaient analyser 40 à 50 échantillons à l'heure.

2.5. Discussion

2.5.1. REPRODUCTIBILITÉ

Sur le plan mathématique, la reproductibilité est une fonction inverse de la dispersion des résultats autour d'une valeur moyenne. Cette notion est matérialisée par la valeur de l'écart-type de la technique.

A partir de 50 analyses, effectuées par le même manipulateur, les valeurs suivantes ont été calculées :

— Valeur moyenne de l'indice BLM

$$\bar{x} = 1,07$$

— Ecart-type

$$s = 0,036$$

— Coefficient de variation

$$s \cdot 100$$

$$\text{C.V.} = \frac{\quad}{\bar{x}} = 3,36 \text{ p. } 100$$

Ce coefficient de variation prouve que l'extraction et le dosage sont relativement bien reproductibles d'une analyse à l'autre, compte tenu de la simplicité du matériel employé et de l'exécution manuelle de la méthode.

2.5.2. COMPOSITION DU SURNAGEANT

L'analyse chimique du surnageant a donné les valeurs moyennes suivantes :

— Matière sèche : 1,30 à 1,60 g/100 ml

— Lipides : 1,25 à 1,55 g/100 ml

— Protéines : 0,03 g/100 ml

— Lactose : indosable

— Cendres : indosable

La matière sèche du surnageant est donc constituée de plus de 95 p. 100 de substances lipidiques.

2.5.2.3. Taux de récupération des AGL

Les principaux acides gras ont été ajoutés, individuellement, à différents échantillons de lait, de façon à pouvoir calculer leur taux de récupération dans le surnageant. Les chiffres mentionnés dans le tableau 1, représentent la moyenne des résultats de 5 séries d'analyse (effectuées en triple).

TABLEAU 1
Taux de récupération des AGL

Méthodes	BLM p. 100	BDI * p. 100
Acides gras		
C ₂ : 0 Ac. Acétique	15	0
C ₃ : 0 Ac. Propionique	22	0
C ₄ : 0 Ac. Butyrique	35	2
C ₆ : 0 Ac. Caproïque	61	4
C ₈ : 0 Ac. Caprylique	72	14
C ₁₀ : 0 Ac. Caprique	92	42
C ₁₂ : 0 Ac. Laurique	90	71
C ₁₄ : 0 Ac. Myristique	92	78
C ₁₆ : 0 Ac. Palmitique	95	80
C ₁₈ : 0 Ac. Stéarique	98	81
C ₁₈ : 1 Ac. Oléique	96	77

* D'après H. C. Deeth, C. H. Fitz-Gerald et A. F. Wood [4].

La comparaison avec la méthode BDI, met en évidence que le pourcentage de récupération des différents AGL est nettement amélioré en utilisant cette nouvelle technique.

Bien que la lipolyse ne crée qu'une proportion relativement réduite d'AGL à courte chaîne (ils représentent environ 10 p. 100 des acides gras totaux), il est important qu'ils soient dosés car ils sont reconnus comme étant directement responsables des mauvais goûts. De plus, dans le lait, ils sont perçus à des seuils très faibles (25 µg et 15 µg/ml respectivement pour les acides butyrique et caproïque).

2.5.4. INFLUENCE DE L'ACIDITÉ AUTRE QUE CELLE ISSUE DE LA LIPOLYSE

Il est souhaitable de ne pas doser l'acidité qui ne résulte pas de la lipolyse. Toutefois, dans une extraction globale il est difficile d'éliminer totalement l'ensemble des fonctions acides n'en résultant pas. Il faut donc recourir à un compromis au niveau de la composition des solvants d'extraction afin d'obtenir, pour tous les AGL la meilleure extraction possible, tout en maintenant celle des autres acides à un niveau suffisamment bas.

2.5.4.1. Acide citrique

Le lait renferme environ 1,8 p. 1 000 d'acide citrique et de citrates. Des essais de récupération effectués à partir de laits supplé-

mentés en acide citrique et citrate ont permis de mettre en évidence une récupération $< 0,1$ p. 100 dans le surnageant.

La présence de l'acide citrique ne modifie pas la valeur de l'indice trouvé.

2.5.4.2. Acide carbonique

En milieu aqueux, le gaz carbonique se trouve sous forme d'acide carbonique, susceptible d'être récupéré dans le surnageant. Le lait, issu d'une traite mécanique, renferme par litre de 100 à 150 mg de CO_2 , ce qui représente un volume gazeux de l'ordre de 5 à 7,5 ml pour 100 ml de lait. Nous avons vérifié si une variation du taux de CO_2 dans le lait influence le résultat du dosage. Les résultats indiqués dans le tableau 2 sont des moyennes obtenues à partir de 5 séries d'essais (analyses effectuées en triple).

TABLEAU 2

Variations de l'indice BLM en fonction de la teneur en CO_2 du lait

Bullage dans 100 ml de lait Débit de CO_2 : 30 ml/min		Moyenne des indices BLM	p. 100 d'augmentation de l'indice BLM
Durée	Volume CO_2 (ml)		
0 (témoin)	0	1,65	
5 s	2,5	1,65	0
10 s	5	1,70	3
20 s	10	1,70	3
30 s	15	1,75	6
1 min	30	1,80	9
3 min	90	1,85	12
5 min	150	1,85	12

Dans les conditions normales de manipulation du lait, les variations de sa teneur en CO_2 dissous ne peuvent avoir qu'une influence très limitée sur le résultat du dosage.

2.5.4.3. Acide lactique

Afin de pouvoir appliquer la méthode à tous les laits qu'ils soient acides ou non, il est indispensable de préciser l'influence de l'acide lactique (tableau 3).

Les résultats indiqués dans le tableau 3, sont des moyennes calculées à partir de 5 séries d'essais (effectués en triple).

TABLEAU 3
Variation de l'indice BLM en fonction de l'acidité Dornic

Acidité Dornic °D	Moyenne des indices BLM	Variations de l'indice BLM
16	1,20	
17	1,22	+ 0,02
18	1,26	+ 0,04
19	1,29	+ 0,03
20	1,32	+ 0,03
21	1,35	+ 0,03
22	1,38	+ 0,03
23	1,42	+ 0,04
24	1,44	+ 0,02
25	1,47	+ 0,03
26	1,50	+ 0,03

L'influence de l'acide lactique se traduit donc par une majoration de l'indice BLM de 0,03 pour une augmentation de l'acidité de 1° Dornic. Par ailleurs, nous avons déterminé que le taux de récupération de l'acide lactique dans le surnageant est 1,9 p. 100.

En pratique, pour un lait non acide, il n'est donc pas nécessaire de corriger l'indice BLM, toutefois une correction doit être appliquée dans le cas d'un lait qui dépasse 18° Dornic. La base à partir de laquelle doit s'effectuer la correction est de 16° Dornic, qui représente l'acidité de tous les laits utilisés lors de l'étude de cette méthode.

2.5.5. RELATION ENTRE L'INDICE BLM ET LES RÉSULTATS OBTENUS AVEC LA MÉTHODE BDI [25].

Il est possible d'exprimer les indices BLM en meq/100 g de matière grasse ou en acidité oléique. Les valeurs obtenues par la méthode BLM, ne correspondent pas à celles trouvées par la méthode BDI. Ces valeurs, dans le cas de la méthode BLM, seront toujours plus élevées, car les acides gras à courte chaîne, générateurs de mauvais goûts sont relativement bien extraits, donc dosés, ce qui n'est pas le cas dans la méthode BDI.

A partir de 40 dosages BLM-BDI effectués en parallèle sur des échantillons de lait dont la teneur en matière grasse varie de 39 à 41 g/litre, le coefficient de corrélation BLM/BDI et $r = 0,97$ ($p < 0,1$).

Il existe une relation entre les expressions BLM et ADV. Toutefois cette relation varie en fonction de deux principaux facteurs :

- la teneur en matière grasse du lait ;
- le type de lipolyse.

3. ANALYSE SENSORIELLE DES LAITS LIPOLYSES

3.1. Méthodologie

3.1.1. LE JURY

Les membres du jury de cette étude ont été dans un premier temps *choisis au hasard* dans un groupe *sélectionné* pour ses aptitudes à distinguer les saveurs fondamentales et à détecter certaines substances odorantes. Le deuxième temps a été consacré à *entraîner* ce groupe composé de 30 personnes.

Une gamme de 7 laits rendus artificiellement rances par addition d'AGL ainsi qu'un lait témoin non rance leur étaient proposés.

La technique de base utilisée pour enrichir les laits en AGL est celle citée par J. F. Connolly *et al.* [3], nous avons ajouté en sus les AGL suivants : C 14:0, C 16:0, C 18:0 et C 18:1.

Les membres du groupe qui ont donné des réponses incohérentes lors des séances d'entraînement ont été éliminés : 23 personnes ont pu être ainsi sélectionnées.

3.1.2. LA TECHNIQUE

Chaque séance regroupait 10 personnes et portait sur une série de 4 ou 5 laits. Il s'agissait dans tous les cas de laits individuels à indices BLM variables (lipolyse naturelle).

Le jury devait indiquer au moyen d'une note l'intensité du goût de rance selon l'échelle suivante :

- 0 NON RANCE
- 1 FAIBLEMENT RANCE
- 2 MOYENNEMENT RANCE
- 3 FORTEMENT RANCE

A chaque séance le jury disposait d'un témoin *non rance* et d'un témoin *rance*.

Les laits soumis à l'analyse sensorielle ont été systématiquement analysés selon les méthodes BLM et BDI.

3.2. Résultats

Nous avons ainsi obtenu 386 couples de résultats indice BLM/note sensorielle. L'analyse de χ_2 indique qu'il existe une relation entre l'indice BLM et l'appréciation sensorielle rance (note 1, 2 ou 3) ou non rance (note 0).

Les résultats obtenus regroupés par classes de 0,3 unité d'indice BLM figurent au tableau n° 4.

TABLEAU 4

Fréquences (en p.100) des notes obtenues en fonction de l'indice BLM

Notes	Indices BLM						
	1 à 1,2	1,3 à 1,5	1,6 à 1,8	1,9 à 2,1	2,2 à 2,4	2,5 à 2,7	≥ 2,8
0	36	53	28	13	9	4	5
1	32	20	26	40	33	26	20
2	10	20	36	39	37	35	10
3	22	7	10	8	21	35	65

Les résultats permettent de tirer les conclusions suivantes :

— Lorsque l'indice BLM est supérieur à 1,8 *, 92 p. 100 des jurés considèrent l'échantillon comme rance (note 1, 2 ou 3).

— Lorsque cet indice est supérieur à 2,4 **: 73 p. 100 des membres du jury le considèrent comme moyennement ou fortement rance (note 2 ou 3).

* Rapport $\frac{\Sigma \text{ fréquence note } 1,2,3}{\Sigma \text{ fréquence note } 0,1,2,3}$
pour classes d'indices BLM > 1,8.

** Même type de calcul.

La décomposition en classes de plus faibles amplitudes permet d'affiner cette dernière observation, ainsi que le montre le schéma 1.

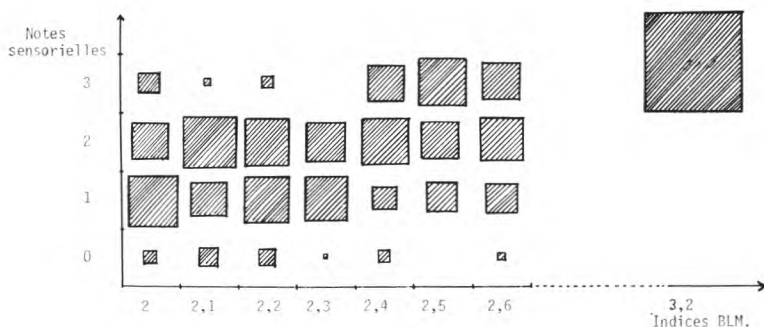


fig. 2

Fréquences des notes obtenues en fonction d'un indice BLM supérieur à 2,0.

Il apparaît alors que le « seuil d'intolérance », c'est-à-dire la limite à partir de laquelle le lait apparaît vraiment rance, se situe à 2,3. Quand l'indice BLM est supérieur à ce seuil 78 p.100 des membres du jury considèrent le lait comme moyennement ou fortement rance.

Par ailleurs, si l'indice BLM est supérieur à 3,2, 100 p.100 des jurés le considèrent comme fortement rance.

Cette étude sensorielle a permis de mettre en évidence trois niveaux d'indice BLM.

1. Un seuil de détection situé à 1,8 (= 0,8 ADV).
2. Un seuil d'intolérance à partir de 2,3 (= 1,05 ADV).
3. Un seuil de rejet pour les valeurs supérieures à 3,2 (= 1,45 ADV).

CONCLUSION

La méthode BLM est une technique rapide, simple et reproductible, ne nécessitant qu'un minimum de matériel de laboratoire, et qui possède une bonne corrélation à la fois avec la méthode BDI et avec l'analyse sensorielle. L'emploi d'autres méthodes de détection des AGL dans le surnageant peuvent être envisagées (colorimétrie, etc).

Cette technique s'applique parfaitement dans tous les cas où de très nombreuses déterminations sont nécessaires (enquête, triage des laits, etc.).

Son domaine d'application s'étend également à la mesure de la lipolyse dans les crèmes et autres produits et devrait pouvoir être automatisée.

Remerciements

Nous remercions la Société Pedia, d'avoir bien voulu mettre à notre disposition les produits et le matériel nécessaires à la réalisation de cette étude.

Résumé

Les acides gras libres du lait, présents naturellement ou résultant de la lipolyse, sont responsables, au-delà d'un certain seuil de concentration, du défaut organoleptique de rancidité. De nombreux auteurs ont décrit différentes techniques de dosage des acides gras libres. Une méthode rapide de détermination de l'indice de lipolyse, la méthode B.L.M. (BOVINE LIPOLYSIS METHOD) a été testée. Une étude sensorielle, réalisée par un jury entraîné, a permis une parfaite interprétation des résultats obtenus avec cette méthode.

Summary

THE LIPOLYSIS OF MILK STUDY OF A FAST TITRIMETRIC METHOD

Natural of lipolysis, Milk free fatty acids are responsible, above a certain threshold of concentration, for the organoleptic fault of rancidity. Numerous authors have described different dosage techniques for free fatty acids. A rapid method of lipolysis index determination the BLM Method (BOVINE LIPOLYSIS METHOD), has been tested. A sensory study, performed by a trained jury, has permitted perfect interpretation of the results obtained with this method.

Reçu pour publication en novembre 1980.

Bibliographie

- [1] BACHMAN (M.) (1960). — Beitrag zur Kenntnis der lipolytischer Fettapalting in Milch und Käse. Promotionsarbeit, Juris., Verlag Zürich, 3043, 29.
- [2] BUCHANAN (R. A.) (1965). — Lipolysis and the frothing of milk. *Aust. J. Dairy Techn.*, 20 (2), 62-66.
- [3] CONNOLLY (J. F.), MURPHY (J. J.), O'CONNOR (C. B.) and HEADON (D. R.). (1979). — Relationship between free fatty acid levels of milk and butter and lipolysed flavour. F.I.L. A-Doc 43.

- [4] DEETH (H. C.), FITZ-GERALD (C. H.) and WOOD (A. F.) (1975). — A convenient method for determining the extent of lipolysis in milk. *Aust J. Dairy Techn.*, 30 (9), 109-111.
- [5] DOLE (V. P.) (1955). — *J. Clin. Invest.*, 35, 150-4, cité par DOLE (V. P.), MEINZ (H.) (1960). — Micro determination of Long-chaine fatty acids in plasma and tissues. *J. Biol. Chem.*, 235 (9), 2595-2599.
- [6] DRIESSEN (F. M.), JELLEMA (A.), VAN LUIN (J. P.), STADHOUDERS (J.) and WALHERS (G. J. M.) (1977). — The estimation of the fat acidity in raw milk. An adaptation of the BDI method, suitable for routine assays. *Neth. Milk Dairy J.*, 31 (1), 40-55.
- [7] FRANKEL (E. N.), TARASSUK (N. P.) (1955). — An extraction-titration method for the determination of free fatty acids in milk. *J. Dairy Sci.*, 38, 751-763.
- [8] HARPER (W. J.), SCHWARTZ (D. P.), EL HAGARAWAY (I. S.) (1956). — A rapid silica gel method for measuring total free fatty acids in milk and cream. *J. Dairy Sci.*, 39 (1), 46-50.
- [9] HERRINGTON (B. L.) and KRUKOVSKY (V. N.) (1941). — Etude sur l'action de la lipase. I. L'action de la lipase dans le lait normal. *J. Dairy Sci.*, 1939, 22 (3), 127-135. Analysé dans : *Le Lait*, 21 (201-202-203), 67-71.
- [10] JAMOTTE (P.) (1967). — Dégénération de la matière grasse par lipolyse. *Le Lait*, 47 (461-462), 25-42.
- [11] JOHNSON (B. C.) and GOULD (I. A.) (1949). — Milk lipase system II Comparison of solvent extraction and churning methods for obtaining fat from milk for free fatty acid measurement. *J. Dairy Sci.*, 32, 435-446.
- [12] KASON (C. M.), PAVAMANI (I. V. P.) and NAKAI (S.) (1972). — Simple test for milk lipolysis and changes in rancidity in refrigerated pasteurised milk. *J. Dairy Sci.*, 55 (10), 1420-1423.
- [13] KOOPS (J.), KLOMP (H.) (1977). — Rapid colorimetric determination of free fatty acids (lipolysis) in milk by the copper soap method. *Neth. Milk and Dairy J.*, 31 (1), 56-74.
- [14] KUZDZAL-SAVOIE (S.) (1980). — Determination of free fatty acids in milk and milk products in «Flavour impairment of milk and milk products due to lipolysis». F.I.L., Doc 118, 53-66.
- [15] KUZDZAL-SAVOIE (S.), LANGLOIS (D.), KUZDZAL (W.) (1971). — Dosage des acides gras libres. *Le Lait*, 51 (508), 534-544.
- [16] KUZDZAL-SAVOIE (S.), PETIT (J.) (1966). — Fractionnement chromatographique des produits de la lipolyse dans les fromages. XVII^e Cong. Int. Lait., Munich, D (section D : 2), 329-334.
- [17] MCCARTHY (R. D.), DUTHIE (A. H.) (1962). — Rapid quantitative method for the separation of free fatty acids from other lipids. *J. Lip. Res.*, 3, 117.
- [18] MOSINGER (R.) (1965). — *J. Lipid Res.*, 6, 157-159, cité par KUZDZAL-SAVOIE (14).
- [19] NAKAI (S.), PERRIN (J. J.) and WRIGHT (V.) (1970). — Simple test for lipolytic rancidity in milk. *J. Dairy Sci.*, 53 (5), 537-540.
- [20] NOBLE (R. P.) (1966). — Automatic titration of plasma fatty acids by photo colorimetry. *J. Lipid Res.*, 7, 745-749.
- [21] NOVAK (M.) (1965). — *Lipid Res.*, 6, 431-433, cité par KUZDZAL-SAVOIE (14).
- [22] PERRIN (D. R.) and PERRIN (D. D.) (1958). — The determination of free fatty acids in milk. *J. Dairy Res.*, 25, 221-227.
- [23] PILLAY (V. T.), MYHR (A. N.) and GRAY (J. I.) (1980). — Lipolysis in milk. I. Determination of free fatty acid and threshold value for lipolyzed flavour detection. *J. Dairy Sci.*, 63 (8), 1213-1218.
- [24] SAGER (O. S.), SANDERS (G. P.) (1966). — *Conv. Proc. Milk Found.*, 4, 29, cité par KUZDZAL-SAVOIE (14).

- [25] SALIH (A. M. A.), ANDERSON (M.), TUCKLEY (B.) (1977). — The determination of short — and long — chain free fatty acids in milk. *J. Dairy Res.*, 44, 601-605.
- [26] SHIPE (W. F.), SENYK (G. F.) and FOUNTAIN (K. B.) (1980). — Modified copper soap solvent extraction method for measuring free fatty acids in milk. *J. Dairy Sci.*, 63 (2), 193-198.
- [27] STADHOUDERS (J.), TUCKEY (S. L.), RAADSVELD (C. W.) (1967). — Comparison of certain method for the determination of fat hydrolysis in milk. *Neth. Milk Dairy J.*, 21, 150-157.
- [28] Standart method for the examination of dairy products, 1967, 12th Ed. 267. American Public Health Association, Inc., New York City.
- [29] THOMAS (E. L.), NIELSEN (A. J.) and OLSON (J. C.) (1955). — Hydrolytic rancidity in milk. A simplified method for estimating the extent of its development. *Am. Milk Rev.*, 17 (1), 50-51-85.
-