

APPAREIL et MÉTHODE de DOSAGES SIMULTANÉS de l'eau et la matière grasse dans un produit naturel

Le dosage des matières grasses au laboratoire fait appel aux procédés d'extraction par solvant volatil et à des appareils du type classique de SOXHLET plus ou moins modifiés. On est alors dans l'obligation, pour exprimer numériquement les résultats des essais, de connaître la teneur en eau de la substance étudiée. Cette teneur en eau est habituellement déterminée par séchage à l'étuve.

Cette marche de l'analyse appelle un certain nombre de remarques :

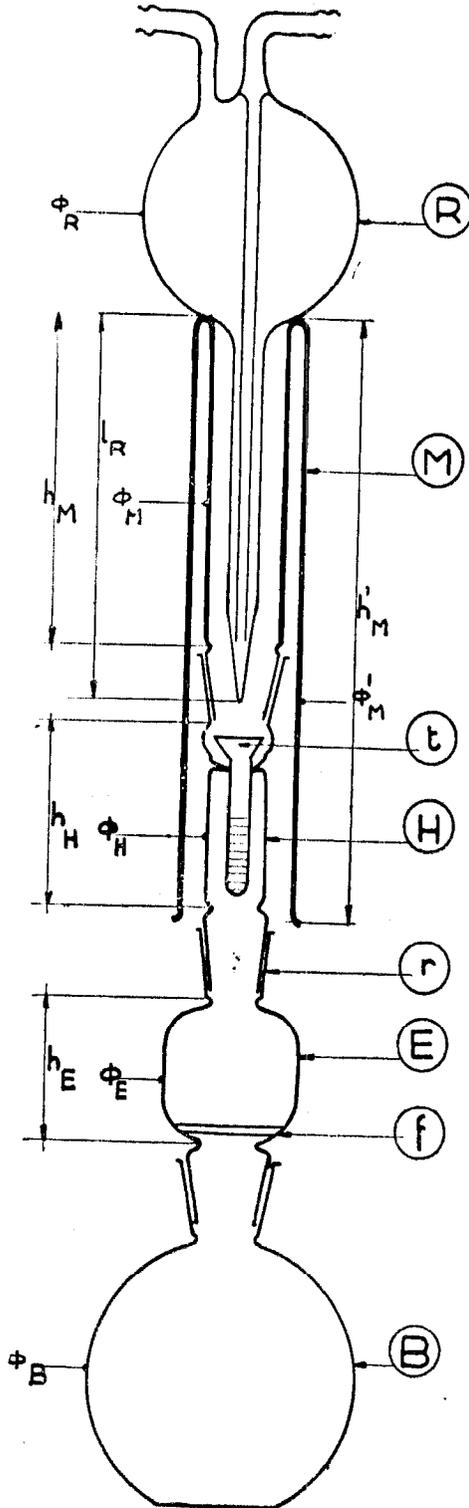
1° La durée de séjour de la matière dans l'étuve, ainsi que la température de cette dernière ne sont pas sans influencer sur les conditions et les résultats de l'extraction ultérieure de la matière grasse, car il résulte du traitement thermique à l'air dans l'étuve des modifications plus ou moins profondes de la matière extractible (1).

2° Pour se trouver dans les meilleures conditions d'extraction, certains auteurs (2) conseillent de maintenir la teneur en eau de l'échantillon aux environs de 4 à 5 %. Cette remarque conduit nécessairement à dissocier les opérations analytiques : d'une part, il faut procéder au dosage de l'humidité sur un premier échantillon et d'autre part, sur une prise d'essai différente de la première, il faut réduire la teneur en eau de cette prise, puis procéder sur elle à l'extraction de la matière grasse.

3° Une fois l'extraction par solvant réalisée, on trouve des traces d'eau dans la solution. Il faut alors prendre des précautions supplémentaires pour l'évaporation définitive du solvant et de ces traces d'eau, c'est-à-dire opérer des distillations délicates si l'on veut éviter l'hydrolyse et l'oxydation du corps gras qui se concentre.

(1) VAILBERG : Papier fabrikant. 1136-1922.

(2) SCHVALBE : Zellstoff und papier. 1-3-1921.



PRINCIPES DIRECTEURS DE NOTRE METHODE

A) *Extraction de l'eau de la prise d'essai.* — L'échantillon étant placé dans du benzène porté à l'ébullition, l'eau qu'il contient est entraînée par les vapeurs du benzène qui se dégagent. Cette eau, mêlée aux vapeurs du benzène, est condensée sur un Réfrigérant R pour être ensuite recueillie dans un piège spécial (f).

B) *Extraction des matières grasses.* — La prise d'échantillon baigne dans du solvant pur porté à l'ébullition. Dans ce mélange d'échantillon et de solvant, circulent des vapeurs de solvant pur, ce qui a pour effet d'agiter violemment les particules de la substance sous analyse ; il en résulte une vitesse d'échanges interfaciaux substance-solvant considérablement augmentée. Au bout d'un certain temps de ce brassage, la solution obtenue retourne au bouilleur (B) après filtration sous vide à travers une membrane filtrante (f). On obtient de cette manière un essorage poussé de la matière en traitement. On répète cette opération jusqu'à épuisement complet de la substance en matières extractibles.

C) *Choir du solvant.* — Le solvant que nous avons choisi est le benzène d'une part parce qu'il présente de bonnes qualités pour l'extraction des matières grasses et d'autre part parce qu'il se prête bien à l'entraînement à l'eau.

APPAREIL

Notre appareil comporte les organes suivants, adaptés les uns au-dessus des autres à l'aide de rodages standardisés :

- 1° Un ballon bouilleur (B) ;
- 2° Un tube extracteur (E) ;
- 3° Un piège à eau avec son tube doseur (H) ;
- 4° Une jaquette à distillation (M) ;
- 5° Un réfrigérant (R).

Pour le laboratoire d'analyse, tous ces organes sont en verre « Pyrex ». Le ballon (B) et l'extracteur (E) ont des dimensions et des masses qui permettent leur manipulation sur la balance analytique de précision (lecture au 1/10 de milligramme).

Extracteur (E). — L'extracteur a la forme représentée sur la Figure en E. Les cotes peuvent être modifiées, et en particulier la cote (h) peut être allongée, ainsi que le diamètre (d) et les dimensions des deux rodages standard (r). Cependant les dimensions sont adaptées aux manipulations sur la balance de précision.

Cet extracteur cylindrique terminé par deux rodages renferme simplement une plaque de verre filtrante (f) soudée aux parois. On peut d'ailleurs prendre pour cette plaque un des numérotages standard de porosité actuellement normalisés.

Pour les extractions de matières grasses, nous conseillons une plaque filtrante « Pyrex » 172 104.

Piège à eau (H). — Le piège à eau a la forme représentée en H.

Il se compose d'un tube vertical (H) terminé à ses deux extrémités par des rodages standard (r), le rodage inférieur s'adaptant sur l'Extracteur (E). Un petit tube de verre gradué (t) au 1/20 est fixé verticalement dans l'axe du tube (H). Pour obtenir ce résultat, le tube (t) est terminé à sa partie supérieure par un évasement qui porte sur trois pointes de verre creusées dans le tube (H). Ces pointes permettent la circulation des vapeurs de solvant à l'intérieur de (H) et le reflux des liquides condensés sur les parois extérieures de (t) et intérieures de (H).

Jaquette à distillation (M). — Cette jaquette a la forme représentée en M.

Elle est formée de deux tubes de verre coaxiaux soudés entre eux à leurs extrémités supérieures. Le tube intérieur porte à son extrémité inférieure un rodage standard (r) s'adaptant sur le tube (H) du piège à eau.

Réfrigérant (R). — Le réfrigérant (R) se termine par une partie verticale rectiligne, la plus froide, placée dans l'axe du tube intérieur de la jaquette (M). Ce réfrigérant est simplement posé sur la partie supérieure de la jaquette (M).

MANIPULATION

1. — L'Extracteur (E), sec et taré, reçoit sur sa plaque filtrante une certaine quantité de matière conditionnée par broyage et éventuellement par tamisage. Le poids exact de la matière sous analyse est ainsi obtenu par doubles pesées de l'Extracteur avant et après avoir reçu la prise d'essai.

2. — Dans le bouilleur (B), on place du benzène pur en quantité suffisante.

3. — On assemble ensuite, par les rodages et dans l'ordre ascendant, sur le Bouilleur, l'Extracteur (E) contenant la matière à analyser, puis le Piège (H, t), la Jaquette (M) et enfin le Réfrigérant vertical (R).

4. — On chauffe doucement le Ballon (B) au moyen d'une flamme ou d'une résistance chauffante (lampe). Les vapeurs du benzène, ainsi porté à l'ébullition, traversent la plaque filtrante (f) et se condensent en partie au-dessus de cette dernière. La prise d'essai se trouve alors plongée dans du benzène à la température d'ébullition qui dissout les corps gras présents dans la substance à analyser. Mais, de plus, les vapeurs de ce benzène bouillant entraînent l'eau contenue dans la masse et forment avec cette eau un mélange de vapeurs qui passe alors tout le long du tube (H), puis dans la jaquette (M) pour finalement se condenser sur la partie verticale du Réfrigérant (R). Le mélange condensé eau-benzène retombe alors dans le tube mesureur (t). Dans ce tube (t), l'eau condensée se sépare. Elle se trouve surmontée de benzène qui redescend par débordement dans l'extracteur.

La double paroi extérieure de la jaquette étant fermée par le haut se remplit d'air chaud, ce qui porte la surface interne à une température suffisante pour éviter la condensation des vapeurs eau-benzène sur cette surface et ne permettre cette condensation que sur la partie verticale du Réfrigérant.

5. — Quand on atteint un niveau suffisant de benzène liquide en ébullition au-dessus de la plaque filtrante de l'Extracteur (E), alors qu'il en reste cependant une quantité appréciable dans le bouilleur (B), on supprime le chauffage du ballon (B).

Il se produit alors par refroidissement de ce ballon un vide important sous la membrane filtrante (f) et la solution benzène-matière grasse qui se trouve au-dessus de cette plaque filtre sous dépression dans (B).

On attend que cette filtration soit totale et que l'essorage de la Matière se soit réalisé.

6. — En recommençant le chauffage du ballon (B), le processus (4) recommence et en supprimant de nouveau le chauffage c'est le processus (5) qui se répète.

7. — Après avoir répété les opérations (4) et (5), un certain nombre de fois (8 ou 9), on a dans l'extracteur (E) une matière

— 12 —

essorée dépourvue d'eau et de matières grasses mais renfermant encore des traces de solvant. On porte alors cet extracteur à l'étuve pour évaporer ces dernières traces de solvant.

8. — Après refroidissement, on pèse l'Extracteur avec la matière sèche et déshuilée et on obtient ainsi le résidu sec correspondant à la perte de l'eau et des substances solubles dans le benzène.

9. — La teneur en eau s'obtient aisément par lecture directe dans le tube mesureur (1).

10. — Le poids de matières solubles dans le solvant se déduit alors par calcul des essais (8) et (9).