

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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 35 (1944)

Heft: 1-2

Artikel: Le dosage et l'analyse de la matière grasse dans les caramels (toffees)

Autor: Terrier, J. / Berner, Ch.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983540>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. [Mehr erfahren](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. [En savoir plus](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. [Find out more](#)

Download PDF: 28.01.2026

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

LE DOSAGE ET L'ANALYSE DE LA MATIÈRE GRASSE DANS LES CARAMELS (TOFFEES)

Par *J. Terrier* et *Ch. Berner*, Laboratoire cantonal, Genève

Plusieurs méthodes ont été proposées pour le dosage et l'analyse de la matière grasse dans les caramels à la crème (toffees, etc.). Celle de *Kuhlmann* et *Grossfeld¹⁾* consiste dans une dissolution du produit dans l'eau suivie de la précipitation de la caséine + graisse par le sulfate de cuivre en solution alcaline et l'extraction de la matière grasse au Soxhlet après séchage du précipité.

Stoldt²⁾ a proposé, pour gagner du temps, de combiner le procédé ci-dessus avec une désagrégation en milieu acide (HCl).

Heuser et *Krapohl³⁾* opèrent comme suit: ils dissolvent le produit dans l'eau, précipitent par une solution de chlorure de calcium en milieu alcalin, filtrent sur du sable, après quoi le précipité est soumis à l'action de l'acide chlorhydrique additionné de perhydrol, la caséine est dissoute, la graisse surnage, elle est extraite par le trichloréthylène.

La méthode de *Fouassier⁴⁾* consiste dans une précipitation, après dissolution des caramels dans l'eau, de la caséine + graisse par quelques gouttes d'acide acétique dilué; le précipité est filtré, lavé, séché, et la matière grasse est extraite par l'éther.

La méthode que nous avons établie s'inspire du mode opératoire utilisé par l'un de nous pour l'extraction de la matière grasse dans les produits alimentaires qui se présentent à l'état de poudre ou peuvent être amenés à cet état. Le procédé consiste à assurer l'extraction complète de la matière grasse par un traitement préliminaire avec de l'alcool, auquel succède une extraction par l'éther⁵⁾.

Dans le travail exposé à la suite, on s'est proposé, en plus de la mise au point d'un procédé de dosage et de la comparaison des résultats obtenus par les méthodes à disposition, d'étudier les modifications que font subir à la matière grasse les procédés d'extraction, en déterminant sur celle-ci quelques constantes usuelles.

Pour donner à ce dernier objet un point d'appui sûr, les essais ont été entrepris avec des caramels préparés au laboratoire par l'un de nous.

Par souci de clarté, nous diviserons notre exposé comme suit:

- 1^o Description de la méthode de dosage de la matière grasse.
- 2^o Tableau des essais effectués pour sa mise au point.
- 3^o Tableau comparatif des résultats obtenus par les diverses méthodes.
- 4^o Description du mode opératoire pour l'extraction de la quantité convenable de matière grasse nécessaire pour la mesure des indices.
- 5^o Tableau comparatif des résultats obtenus dans la détermination de quelques constantes en fonction des différentes méthodes.
- 6^o Observations sur les différentes méthodes.
- 7^o Conclusions.

1^o Description de la méthode

Peser dans un tube de centrifugation (diamètre 20 mm.) 1 à 1,5 g. de substance, ajouter 0,5 cm³ d'eau chaude pour la dissolution de celle-ci, qu'on assure en disposant le tube pendant quelques minutes dans un bain-marie, ajouter 1 g. de kieselguhr, mélanger à l'aide d'une forte baguette de verre, ajouter 1,5 g. de sulfate de sodium anhydre, mélanger à nouveau, laisser reposer 20 à 30 minutes, ajouter 15 cm³ d'alcool et faire bouillir 6 minutes en plaçant le tube dans l'eau d'un bain-marie maintenue sous légère ébullition. Remuer avec la baguette pour éviter les projections. Centrifuger, décanter l'alcool dans un erlenmeyer de 100 cm³; recommencer les mêmes opérations (ébullition, centrifugation, décantation) avec 10 cm³ d'alcool, puis introduire dans l'erlenmeyer de 100 cm³ un petit morceau de papier filtre pour régulariser l'ébullition et placer l'erlenmeyer dans un bain-marie pour faire distiller l'alcool.

Ajouter dans le tube de centrifugation 10 cm³ d'éther, remuer, centrifuger, décanter l'éther dans l'erlenmeyer de 100 cm³ et distiller également celui-ci. Ce traitement est destiné à entraîner la plus grande partie de l'alcool qui imprègne la substance. Disposer tube et erlenmeyer pendant 15 à 20 minutes dans l'étuve à eau de façon à chasser tout reste d'alcool.

Le résidu dans l'erlenmeyer est repris avec 0,5 cm³ d'eau chaude, on agite jusqu'à dissolution, on ajoute 0,3 à 0,4 g. de kieselguhr et 1 à 1,5 g de sulfate de sodium anhydre, on mélange soigneusement et la poudre obtenue est transvasée dans une cartouche de Soxhlet avec celle contenue dans le tube de centrifugation, on rince avec de l'éther qui servira à l'extraction et on extrait 2 heures au Soxhlet. On continue comme d'habitude et on obtient ainsi la totalité de la matière grasse contenue dans la prise de caramels.

2^e Tableau des essais entrepris pour la mise au point de la méthode

a) Détermination de la quantité de caramels à peser.

Elle est fonction de la teneur en matière grasse; elle oscille entre 1 et 2 g.

Pour être certain d'avoir un produit homogène, il faut prendre soin de broyer une certaine quantité de caramels. Si ceux-ci sont durs, cela se fait aisément; si ce n'est pas le cas, il suffit de les placer pendant la nuit dans un frigidaire.

b) Quantité d'eau nécessaire pour la dissolution des caramels.

Il faut obtenir une solution sirupeuse de façon à garantir une bonne extraction. Pour une prise de 1 à 2 g., 0,5 à 1 cm³ d'eau conviennent, comme le prouve le tableau No 1.

Tableau 1

Quantité de caramels gr.	Quantité d'eau cm ³	Rendement en matière grasse %
1,5725	0,5	11,70
1,4370	1,0	11,52
1,5060	2,0	11,41
1,5200	3,0	10,70

c) Fixation de la quantité de kieselguhr et de sulfate de sodium.

Les essais effectués pour déterminer la quantité de kieselguhr et de sulfate de sodium nécessaire pour obtenir une masse sèche, poudreuse et homogène sont indiqués dans les tableaux No 2 et 3. On y verra que, pour la prise indiquée, une quantité de kieselguhr de 1 g. est nécessaire. Quant à celle de sulfate de sodium qu'il faut utiliser pour la déshydratation, on peut la fixer à 3 fois celle de l'eau.

d) Nécessité du traitement par l'alcool.

Elle est démontrée également par les tableaux 2 et 3.

Tableau 2

Sans traitement à l'alcool							
Quantité de caramels gr.	1,7340	1,7610	1,5270	1,700	1,7075	1,7230	
Quantité de kieselguhr gr.	0,5	0,5	0,75	1,00	1,0	1,5	
Quantité de SO ₄ Na ₂ gr.	2,0	2,0	1,75	1,50	1,5	1,0	
Rendement en matière grasse %	2,4	2,0	4,8	6,55	6,7	7,0	

Tableau 3

Avec traitement à l'alcool							
Quantité de caramels	gr.	1,7100	1,7240	1,6865	1,7357	1,7005	1,7150
Quantité de kieselguhr	gr.	0,5	0,5	0,75	1,0	1,0	1,50
Quantité de SO ₄ Na ₂	gr.	2,0	2,0	1,75	1,5	1,5	1,0
Rendement en matière grasse	%	5,23	4,95	7,50	8,25	8,3	8,3

e) Extraction par l'éther.

Comme le montrent les résultats des essais consignés dans le tableau No 4, il faut avoir recours à l'extraction au Soxhlet pour obtenir le rendement le plus élevé. Un épuisement direct par l'éther est insuffisant.

Tableau 4

Types de caramels	Extraction directe à l'éther (5 fois)	Extraction au Soxhlet
Caramels I	17,9	19,3
	17,8	19,1
Caramels II	17,2	18,1
	17,6	—
Caramels III	10,3	11,7
	11,4	11,7
	11,3	11,6

f) Distillation et évaporation du solvant.

On doit chasser le plus possible l'éther au bain-marie de façon à ne pas dépasser un séjour de 1 heure à l'étuve. Nos essais nous ont démontré qu'il se produit une perte sensible si l'on dépasse ce temps (tableau No 5). Cette perte est d'autant plus élevée que le poids de matière grasse est plus faible et que le volume de l'rlenmeyer est plus grand.

Tableau 5

Essais No.	Rendement en matière grasse en %		
	Durée de chauffe à l'étuve à 105°		
	1 h.	2 h.	5 h.
1	11,9	11,7	11,5
2	15,1	14,9	—
3	19,1	19,0	—
4	18,7	18,5	18,0
5	10,4	10,1	—
6	8,3	—	7,6
7	17,1	16,7	—

3^e Tableau comparatif des résultats obtenus par les différentes méthodes

Tableau 6

Types de caramels	Teneur théorique en mat. gr. %	% de matière grasse obtenus						
		Méthode Terrier	Méthode Fouassier	Méthode Kuhlmann et Grossfeld	Méthode Stoldt	Méthode à l'acétate de plomb	Méthode Heuser au chlorure de calcium	Méthode au persulfate
Car. M	—	10,2	9,6	—	—	—	—	—
Car. I	19,3	19,1	18,4	18,7	19,0	18,6	—	—
		19,3	—	—	—	—	—	—
Car. II	18,3	18,1	—	17,2	—	17,8	—	—
Car. III	11,7	11,7	11,7	11,5	11,2	{ 10,7 12,3	—	—
Car. IV	9,9	10,0	9,7	9,8	9,5	9,9	10,1	10,6

4^e Description du mode opératoire pour l'extraction de la quantité convenable de matière grasse nécessaire pour la mesure des indices

Le mode opératoire ci-dessous permet d'obtenir une quantité suffisante de matière grasse pour le dosage éventuel du % de beurre ou pour la mesure des indices (*Reichert-Meissl*, etc.).

La quantité de substance à mettre en oeuvre dépend, il va de soi, de la teneur en matière grasse obtenue lors du dosage.

Nous avons choisi, comme base, un poids de caramels de 50 gr.

Les caramels (broyés autant que possible) sont dissous dans un bécher de 400 cm³ avec 100 cm³ d'eau chaude. On chauffe au bain-marie jusqu'à dissolution complète. On ajoute 2 à 3 cm³ d'acide acétique dilué, on laisse encore 10 minutes sur le bain-marie, on ajoute 10 g. de kieselguhr et on mélange avec soin. On utilise pour la filtration un entonnoir de *Büchner* préparé comme suit: après avoir disposé sur le fond un filtre rond de la grandeur convenable, on verse une suspension de kieselguhr dans de l'eau et on aspire au moyen de la trompe. La couche de kieselguhr déposée doit atteindre une hauteur de 3 à 4 mm. Puis, en continuant l'aspiration par la trompe, on fait passer la dissolution des caramels, on rince le bécher avec de l'eau chaude et on lave l'entonnoir de telle sorte qu'il ne reste pas de matière grasse sur les parois. On essore à fond, avec l'aide d'une spatule on détache le gâteau que l'on dépose dans une capsule de porcelaine et on essuye les parois de l'entonnoir avec un peu de papier filtre, qu'on réunit au gâteau. On additionne à ce dernier 15 g. de sulfate de sodium anhydre, on mélange avec soin et on abandonne le tout pendant 2 à 3 heures en mélangeant de nouveau à 2 ou 3 reprises. La masse est ensuite extraite comme d'habitude au Soxhlet et on continue.

Remarques :

a) Si cette quantité de 50 g. ne suffit pas pour obtenir assez de matière grasse, on peut augmenter la prise jusqu'à 100 g., en modifiant proportionnellement les quantités d'eau, de kieselguhr et de sulfate de sodium. Il n'est pas indiqué d'aller au-delà de 100 g., il faut alors procéder à une extraction sur une nouvelle portion.

b) Comme on le voit, nous ne faisons pas dans ce cas de traitement à l'alcool qui entraînerait ici trop de complication. On pourrait craindre que de cette façon la matière grasse extraite ne soit pas l'image exacte de celle obtenue par la méthode de dosage. Pour nous en assurer, nous avons extrait une quantité de matière grasse suffisante, selon le procédé indiqué pour le dosage de celle-ci, et nous avons exécuté parallèlement sur la matière grasse obtenue et sur celle extraite directement par l'éther, selon le mode opératoire décrit ci-dessus, quelques déterminations, soit : chiffre de réfraction, indices de saponification et d'iode. Les résultats obtenus ayant démontré que les différences sont de l'ordre des erreurs d'expérience, nous en avons conclu qu'on peut donc se dispenser du traitement à l'alcool, lorsqu'il s'agit seulement de l'extraction de la matière grasse et non pas de son dosage.

	Extraction avec traitement à l'alcool	Extraction sans traitement à l'alcool
Chiffre de réfraction	42,2	42,1
Indice de saponification	231,2	230,3
Indice d'iode	30,4	30,0

5^e Tableau comparatif des résultats obtenus dans la détermination de quelques constantes en fonction des différentes méthodes

Cette détermination a été faite d'après les méthodes du Manuel suisse des denrées alimentaires (4e édition).

Nous nous sommes limités à la mesure du chiffre de réfraction, de l'indice de saponification et de l'indice d'iode.

Tableau 7

Variations des chiffres de réfraction, des indices de saponification et d'iode, en fonction des différentes méthodes			
	Chiffre de réfraction	Indice de saponification	Indice d'iode
Beurre avant fabrication des caramels	42,1	224,9	36,8
Matière grasse extraite directement des caramels dissous par l'éther	41,8	225,4	34,9
Matière grasse obtenue par :			
méthode d'extraction de <i>Terrier</i>	42,1	230,3	30,0
méthode de <i>Kuhlmann</i> et <i>Grossfeld</i>	42,3	233,1	31,2
méthode de <i>Stoldt</i>	42,3	231,4	29,9
méthode de <i>Fouassier</i>	42,4	233,8	27,6
méthode de <i>Heuser</i> (acétate de Pb)	48,4	254,8	14,6
méthode de » (chlorure de Ca)	53,2	256,9	—
méthode de » (persulfate)	53,9	265,3	—

On constate que :

a) Chiffre de réfraction.

Par rapport à celui de la matière grasse originale, il est peu modifié, sauf dans le cas de la méthode de *Heuser*.

b) Indices de saponification et d'iode.

Toutes les méthodes donnent pour l'indice de saponification un chiffre plus élevé que celui de la matière grasse originale; c'est l'inverse pour l'indice d'iode.

Il y a là une indication intéressante. On sait que les produits d'oxydation des huiles se distinguent des huiles originales non oxydées, entre autres, par l'augmentation des indices de réfraction et de saponification et l'abaissement de l'indice d'iode⁶). Etant donné que c'est justement ce que l'on observe, nul doute qu'on doive en conclure que n'importe laquelle des méthodes en cause produit une modification de la matière grasse originale, modification qui semble être à la fois fonction du pH et de la chaleur et qui se révèle la plus faible dans la méthode de *Terrier*. Il va sans dire que cette remarque ne concerne pas seulement

ce cas particulier de la matière grasse des caramels, mais qu'il faut l'étendre à toute méthode d'analyse d'une matière grasse quelconque faisant intervenir un procédé de chauffage.

Que la chaleur exerce une action sur la molécule de graisse, les essais indiqués ci-dessous (tableau No 8) le confirment bien, où l'on s'est borné à étudier la variation du chiffre de réfraction de l'extrait éthéré de la matière grasse du beurre en fonction de sa masse, du temps de chauffe et du volume du récipient.

Tableau 8

Variations du chiffre de réfraction en fonction de la masse, du temps de chauffe et du volume du récipient			
Durée de chauffe	Quantité de matière grasse expérimentée et volume de l'rlenmeyer		
	g. 0,6; 50 cm ³	g. 0,6; 300 cm ³	3 g.; 300 cm ³
1 h.	43,8	44,0	43,8
3 h.	44,2	44,2	43,5
8 h.	45,4	45,7	44,2
22 h.	47,2	47,5	45,5

Chiffre de réfraction de la matière grasse originale : 43,5

6^e Observations critiques sur les différentes méthodes faites au cours de nos essais

a) Méthode de Fouassier.

Elle va bien lorsque les caramels ont été faits avec du lait, c'est-à-dire lorsqu'ils contiennent de la caséine. Avec des caramels à base de beurre, par exemple, la filtration est difficile et prend un temps infini.

b) Méthode de Heuser.

La matière grasse obtenue est plus ou moins colorée en brun (plus avec la méthode à l'acétate de plomb). L'élimination du solvant (trichloréthylène) est plus longue qu'avec l'éther; il en résulte qu'il faut chauffer plus longtemps, ce qui produit une modification plus importante des constantes. La filtration sur sable est peu commode; nous avons trouvé que celui-ci peut être remplacé avantageusement par du kieselguhr. Au cours de la filtration, il se produit une évaporation du solvant et le résultat obtenu est trop fort.

c) Méthode de Kuhlmann et Grossfeld et de Stoldt.

Nous n'avons aucune critique à leur faire.

7^e Résumé

On a décrit, d'une part, une méthode pour le dosage de la matière grasse dans les caramels et, d'autre part, un procédé d'extraction qui permet d'obtenir une quantité de matière grasse suffisante pour pouvoir procéder sur celle-ci aux déterminations opportunes (notamment lorsque la matière grasse n'est pas entièrement formée par du beurre et qu'il s'agit de déterminer la proportion de ce dernier).

La méthode exposée consiste à dissoudre les caramels de façon à obtenir, après addition de kieselguhr et de sulfate de sodium anhydre, une masse pulvérulente à laquelle on fait subir, préalablement à l'extraction par l'éther, un traitement par l'alcool bouillant.

Les résultats sont comparés à ceux obtenus par les principales autres méthodes et nous avons présenté quelques observations critiques à leur sujet.

Sur la matière grasse obtenue par un procédé d'extraction qui s'inspire de la méthode de dosage ci-dessus, on a déterminé quelques constantes, de même que sur la matière grasse obtenue par les autres méthodes. Nous en avons tiré la déduction que n'importe quelle méthode modifie plus ou moins la composition de la matière grasse originale et que cette observation concerne non seulement le cas particulier des caramels, mais qu'elle s'adresse à toute méthode d'analyse d'une matière grasse quelconque faisant intervenir un procédé de chauffage.

Zusammenfassung

Es wird einerseits eine Methode der Fettbestimmung in Caramels und anderseits ein Arbeitsgang für die Fettextraktion beschrieben, welcher es ermöglicht, eine genügende Menge Fett zu erhalten, um damit die nötigen Bestimmungen ausführen zu können (insbesondere wenn das Fett nicht ausschliesslich aus Butter besteht und deren Gehalt darin bestimmt werden muss).

Die Methode besteht darin, dass die Caramels aufgelöst und mit Kieselguhr und wasserfreiem Natriumsulfat so vermischt werden, dass eine pulverförmige Masse entsteht, welche vor der Aetherextraktion mit kochendem Alkohol behandelt wird.

Die Resultate werden mit den nach andern bekannten Methoden erhaltenen verglichen, und einige dieser Methoden werden etwas kritisch beleuchtet.

In Fett, das nach einem sich an die Bestimmung anlehnden Extraktionsverfahren sowie nach anderen Methoden gewonnen wurde, wurden einige Konstanten bestimmt. Wir konnten daraus den Schluss ziehen, dass jedes Verfahren, das u. a. auf Anwendung von Wärme beruht, das ursprüngliche Fett mehr oder weniger verändert. Diese Feststellung bezieht sich nicht nur auf den Spezialfall der Caramels, sondern auf jegliche Fettbestimmung.

Littérature

- 1) *J. Kuhlmann und J. Grossfeld*: Zur Untersuchung von Milch und Rahm-Zuckerwaren (Zeit. für Unters. der Nahr.- u. Genussmittel 50, 1925, 346).
- 2) *W. Stoldt*: Untersuchung von Milch und Rahm-Zuckerwaren (Zeit. für Unters. der Lebensmittel 77, 1939, 142).
- 3) *C. Heuser und E. Krapohl*: Fettbestimmung in Milch und Sahne-caramellen (Zeit. für Unters. der Lebensmittel 82, 1941, 145).
- 4) *M. Fouassier*: Une méthode pour l'analyse des caramels (An. des falsif. et des fraudes 31, 1938, 94).
- 5) *J. Terrier*: voir Trav. Chim. alim. travail et note qui précédent directement ce mémoire.
- 6) *A. Grün*: Analyse der Fette und Wachse, vol. I, 407 (Springer, Berlin, 1925).