

TRAITÉ D'ANALYSE  
des  
MATIÈRES SUCRÉES

PAR

**D. SIDERSKY**

INGÉNIEUR CHIMISTE

---

Ouvrage récompensé d'une Médaille d'Or

DE LA

SOCIÉTÉ INDUSTRIELLE DU NORD DE LA FRANCE

(Concours 1889)

---

*100 figures intercalées dans le texte.*



PARIS

E. BERNARD ET C<sup>ie</sup>, IMPRIMEURS EDITEURS

LIBRAIRIE

53<sup>ter</sup>, QUAI DES GRANDS-AUGUSTINS

IMPRIMERIE

71, RUE LA CONDAMINE, 71

1890



TRAITÉ D'ANALYSE  
DES  
MATIÈRES SUCRÉES

---

Paris. — Imp. E. BERNARD & C<sup>ie</sup>, 71, rue La Condamine

---

TRAITÉ D'ANALYSE  
DES  
MATIÈRES SUCRÉES

PAR  
D. SIDERSKY

---

Ouvrage récompensé d'une Médaille d'Or  
DE LA  
SOCIÉTÉ INDUSTRIELLE DU NORD DE LA FRANCE  
(Concours 1889)

---

Avec 100 figures intercalées dans le texte.



PARIS

E. BERNARD ET C<sup>ie</sup>, IMPRIMEURS-ÉDITEURS

LIBRAIRIE

53<sup>ter</sup>, Quai des Grands-Augustins

IMPRIMERIE

71, Rue La Condamine, 71

1890



# AVANT-PROPOS

---

L'application toujours croissante de l'analyse chimique dans le commerce et l'industrie des sucres ayant eu pour conséquence d'attirer l'attention de nombreux savants de tous pays sur les méthodes analytiques appliquées aux matières sucrées, il en résulte actuellement une vaste littérature spéciale remplie d'intéressantes études et de très utiles recherches. La *chimie sucrière* présente actuellement, à elle seule, toute une branche des sciences d'observations que nous avons essayé de résumer dans le présent volume rédigé sous forme d'un Guide pratique à la portée des Chimistes.

Notre *Traité d'analyse des matières sucrées* renferme les méthodes analytiques les plus exactes et les plus pratiques, *basées sur les résultats des études les plus récentes*, et exposées d'une façon claire et précise, de manière à guider le chimiste dans ses multiples recherches. Pour arrêter le choix de ces méthodes analytiques, nous avons examiné soigneusement les nombreuses méthodes recommandées par un grand nombre de savants français et étrangers. Nous en avons écarté sans façon les méthodes qui ne sont pas à l'abri de toute critique, et nous n'avons décrit que celles qui conduisent à des résultats toujours certains, en suivant les conditions spéciales indiquées par les auteurs, et que nous n'avons point manqué d'expliquer. De la même façon, nous avons traité nos propres travaux, dont nous n'avons reproduit dans le présent traité que les méthodes analytiques reconnues exactes et pratiques.

Notre *traité* n'est point limité à la description des méthodes analytiques appliquées seules aux matières et produits de sucrerie, raffinerie, etc.; il renferme aussi des chapitres spéciaux consacrés à l'essai de glucose, à l'analyse de lait, à l'essai saccharimétrique de vin

et de bière, au dosage du sucre diabétique, ainsi qu'à l'essai de matières et produits auxiliaires (1) employés dans les diverses industries des sucres. Outre cela, les méthodes analytiques spéciales sont précédées d'un exposé des principes scientifiques qui en font la base.

Quant à la division de notre traité, il suffit de jeter un coup d'œil sur le *sommaire* qui suit pour en saisir l'esprit général.

Notre *traité* renferme six parties différentes :

La *première partie* contient une classification chimique de différents sucres avec l'indication de leurs propriétés chimiques et physiques.

La *deuxième partie* renferme la théorie de la *saccharimétrie* en général, et son application pour le dosage de chacun des différents sucres.

La *troisième partie* donne la marche à suivre dans l'analyse des divers produits de sucrerie, raffinerie et sucraterie. Elle est divisée en plusieurs chapitres consacrés chacun à l'essai d'un produit spécial.

La *quatrième partie* est consacrée entièrement à l'essai de betteraves et de cannes, c'est-à-dire de la matière première en sucrerie indigène et coloniale. Elle est divisée également en différents chapitres, traitant chacun un cas spécial d'analyse, et se termine par un chapitre spécial traitant *de la comptabilité chimique en sucrerie*.

La *cinquième partie* renferme les chapitres traitant de l'essai de sucre réducteur, tel que glucose, lactose, maltose et sucre diabétique.

Enfin, la *sixième partie* est consacrée aux essais des matières auxiliaires employées fréquemment dans les industries sucrières, tels que : noir animal, calcaires et chaux, strontiane, baryte, gaz carbonique, etc., ainsi que de certains résidus de fabrication, tels que vinasse, etc.

A chacun de ces divers chapitres, nous avons donné le développe-

1. Pour ne pas aller au-delà d'une certaine limite, nous ne nous sommes occupés que des matières auxiliaires qui se trouvent en contact avec le sucre dans une période quelconque de la fabrication de ce dernier.

ment que comporte l'importance du sujet traité, tout en cherchant d'être aussi bref que possible.

Dans la plupart des cas, nous nous sommes guidés, d'après nos propres expériences pour décrire les détails de chaque méthode analytique, afin de faire ressortir les conditions principales dont souvent dépend la réussite de l'essai. Mais il est évident que nous avons été obligé d'emprunter quelquefois à différents auteurs la description de leurs méthodes spéciales, et nous en avons toujours indiqué la source, ainsi que le nom de l'auteur. Si une erreur quelconque s'est glissée parfois dans notre travail, nous serons très obligés à nos savants collègues qui voudront bien nous les signaler, afin que nous puissions les rectifier dans une occasion ultérieure.

Plusieurs savants distingués ont bien voulu nous aider dans notre tâche, en nous communiquant gracieusement les résultats de leurs plus récentes recherches. Nous leur exprimons à cette place nos plus vifs remerciements ainsi que notre profonde reconnaissance.

D. SIDERSKY.



# SOMMAIRE

## PREMIÈRE PARTIE

Introduction.	1
I. CLASSIFICATION DES SUCRES.	
Définition.	1
Division en 3 groupes.	2
Propriétés caractéristiques des sucres.	2-3
II. SACCHAROSE OU SUCRE DE CANNE.	
Origine.	3
(1) Composition et constitution, formules de structure.	4
(2) Cristallisation et solubilité.	4-5
Solubilité dans l'eau à différentes températures.	6
Points d'ébullition des solutions sucrées.	6-7
Solubilité du sucre dans des mélanges d'eau et d'alcool.	7
(3) Solubilité des matières étrangères dans des solutions sucrées.	8
» de la chaux.	9
» de la baryte.	9
» de la strontiane.	10
» de certains précipités insolubles.	11
(4) Propriétés mélassigènes de certains sels.	11-13
Essais de <i>Lagrange</i> .	12
» <i>Marschal</i> .	12-13
(5) Rotation, réduction et fermentation.	13-14
Influence des bases alcalines sur la rotation du sucre.	14
(6) Altération du sucre par la chaleur.	14-15
(7) Action des acides, inversion du sucre.	15-16
Opinion de <i>Behr</i> .	15
Essais de <i>Piatakoff</i> .	16
Action d'acide azotique, d'acide sulfurique, etc.	16
(8) Destruction du sucre avec formation d'acide glucique.	16-17
(9) Combinaisons du sucre.	17-22
(a) Sucrates alcalins.	17
(b) Sucrate de baryte.	18
(c) Sucrates de strontiane, bisucrate et monosucrate.	18-19
Solubilité du monosucrate de strontiane.	19
(d) Sucrates de chaux : sucrate monobasique.	20

Dédoublément du sucrate tribasique.	20
Sucrates bibasique et tribasique.	21
(e) Sucrate de magnésie.	21
(f) Sucrate de plomb.	21-22
(g) Sucrates de fer et de cuivre.	22
(h) Sucrocarbonates.	22
(10) Saccharosides.	22
(11) Parasaccharose.	23
<b>III. GLUCOSES OU SUCRES RÉDUCTEURS.</b>	
A. <i>Glucose ordinaire ou dextrose.</i>	23-26
(1) Formule chimique et constitution.	23-24
(2) Solubilité.	24
(3) Pouvoir rotatoire, phénomène de birotation.	24-25
(4) Réduction.	25
(5) Influence des alcalins.	25-26
(6) Action des ferments.	26
(7) Combinaisons du glucose.	26
B. Lévéulose ou sucre des fruits.	26-27
Préparation.	26
Pouvoir rotatoire.	27
Constitution chimique.	27
C. <i>Sucre inverti ou incristallisable.</i>	27-30
Composition.	27
Rotation.	28
Densités des solutions.	29
Réduction et décomposition.	30
D. <i>Maltose ou sucre de bière.</i>	30
E. <i>Lactose ou sucre de lait.</i>	30-31
<b>IV. DIVERS SUCRES PLUS OU MOINS ÉTUDIÉS.</b>	
A. <i>Groupe des saccharoses.</i>	32
(1) Tréhalose ou mycose.	32
(2) Mélizitose.	32
(3) Cyclamose.	32
B. <i>Groupe des glucoses.</i>	32-33
(1) Galactose ou glucose-lactique.	32-33
(2) Eucalyne.	33
(3) Sorbose.	34
(4) Inosite.	33-34
(5) Dambose.	34
C. <i>Groupe des mannites.</i>	34-36
(1) Mannite.	34-35
(2) Dulcité.	35-36
(3) Isodulcité.	36
(4) Pinite.	36
(5) Quercité.	36
D. <i>Quelques matières douées d'un pouvoir rotatoire très élevé.</i>	36-39

(1) Raffinose.	36-38
Origine.	36
Propriétés diverses.	37
Raffinosates.	37-38
(2) Mélitose.	38-39
(3) Arabinose.	39
(4) Dextran.	39
(5) Saccharine de <i>Pélicot</i> .	39
»    de <i>Fahlberg</i> .	39
V. REVUE DES MATIÈRES ORGANIQUES ET MINÉRALES RENFERMÉES DANS LA BETTERAVE A SUCRE	
A. <i>Considérations générales.</i>	40-41
Vaisseaux saccharifères	40
Vaisseaux cellulaires.	40
Parenchyme.	40
Protoplasma.	41
Matière intercellulaire.	41
B. <i>Matières insolubles.</i>	41-43
C. <i>Matières solubles</i>	43
Présence de raffinose dans la betterave	43
D. <i>Non-sucre.</i>	44-49
(a) Matières minérales, acides organiques etc.	44
(b) Matières organiques azotées : 1) bétaine	45-46
»                                  2) asparagine	46
»                                  3) glutamine	46-47
(c) Matières organiques non azotées : 1) pectose	47-48
»                                  2) fermentation pectique	48
»                                  3) gomme de betteraves	48-49
»                                  4) coniférine etc.	49

## DEUXIÈME PARTIE

Introduction	51
VI. — SACCHAROMÉTRIE BASÉE SUR LES DENSITÉS DES SOLUTIONS DE SUCRE PUR	
A. <i>Tables de concordance, explication</i>	51-56
Tables de Brix-Balling	53-54
Table de Barbet	57
Densités, degrés Vivien et degrés Brix-Dupont	58
Degrés saccharométriques, densités et degrés Baumé	59-66
B. <i>Détermination de la densité</i>	66-67
(a) picnomètre (ou flacon à densité).	66
Densités de l'eau aux températures ordinaires	67
Picnomètre de Sprengel	68

(b) balance hydrostatique de Mohr-Westpha	69-71
» Reimann	71
(c) Aréomètre ou densimètre	71-72
Tables de corrections, explication	73
Correction des densités.	74-75
» des degrés Balling.	76

VII. — SACCHARIMÉTRIE OPTIQUE BASÉE SUR LE POUVOIR ROTATOIRE DES SUCRES.

Introduction	77
A. <i>La lumière polarisée</i>	77-80
(1) polarisation par réflexion	78
(2) » » réfraction simple	78-79
(3) » » double réfraction	79
(4) » » rotative, prisme de Nicol	79-80
Quartz dextrogyre et quartz lévogyre	80
B. <i>Le pouvoir rotatoire spécifique</i>	80-84
Lois de Biot	80-81
Formule des pouvoirs rotatoire spécifique	81-82
Pouvoir rotatoire des différents sucres	82-84
C. <i>Les polarimètres et les saccharimètres à couleurs</i>	84-89
(1) Saccharimètre Soleil	90-94
Polariseur et analyseur	84
Compensateur	85
Echelle saccharimétrique et vernier	86
Régulateur ou reproducteur de la teinte sensible	87
(2) Saccharimètre Soleil-Wenzke-Scheibler	87-89
D. <i>Les saccharimètres à pénombre</i>	89
(1) Saccharimètre Jules Duboscq	90-94
Explication du prisme (polariseur) Jellet-Duboscq	91
Effet du pénombre	99
(2) Saccharimètre Laurent à la lumière jaune	94-182
Effet de la lame de quartz demi-onde	95-96
Polariseur Laurent	96
Détails de l'appareil Laurent	97-98
Manipulation du saccharimètre Laurent	98-102
Tubes saccharimétriques	102-103
Brûleur Laurent	103-105
Lampe éolypile	105-106
(3) Saccharimètre Laurent à la lumière ordinaire	106-107
(4) Saccharimètre à pénombre de Schmidt et Hensch	107-110
Lampe pour ce saccharimètre	109-110
(5) Saccharimètre à franges de Th. et A. Duboscq	110-111
Explication du phénomène des franges	110
Polaristrobomètre de Wild	112
Grand polarimètre de Landolt	112
E. <i>Emploi général du saccharimètre</i>	112-116

Manœuvre de l'instrument	112-113
Prise d'essai pour différents sucres	114-116
Sucre de canne correspondant aux degrés saccharimétriques français et allemands (table)	113
F. <i>Erreurs qui se glissent dans le dosage de sucre pour la méthode optique</i>	116-119
(1) Correction de températures	117
(2) Présence de matières optiquement actives	117-118
(3) Influence du précipité plombique	118
(4) Vérification de l'échelle saccharimétrique	118
Tube de contrôle de Schmidt et Hensch	118-119
VIII. — SACCHARIMÉTRIE CHIMIQUE BASÉE SUR LE POUVOIR RÉ- DUCTEUR DES SUCRES	
A. <i>Considérations générales</i>	119-122
Diverses liqueurs cuivriques	120-123
Liquueur cuivrique de Fehling	120
B. <i>Procédés volumétriques</i>	121-133
(1) Méthode Fehling perfectionnée par Violette	122-130
Préparation de la liqueur	123
Réaction du sucre inverti sur le cuivre	125
Diverses phases de la réduction du cuivre	126
Caractères fondamentaux et caractères secondaires	127
Terme final de la réaction	128
(2) Méthode volumétrique de Soxhlet	130-133
Observations de Soxhlet sur la réduction	133
C. <i>Procédé gravimétrique</i>	133-142
Mode opératoire	134
Tube-filtre de Soxhlet	134
Réduction par un courant d'hydrogène gazeux.	135
Dosages de différents sucres réducteurs.	136
Dosage du dextrose, table Allihn.	137-138
Dosage du sucre inverti, table Meissl.	139
»       »       » . en présence de saccharose.	140
»       »       du lait, table Soxhlet.	140
»       »       de bière (maltose).	141
D, <i>Procédés mixtes.</i>	142
(1) Procédé Mohr préconisé par Mategeczek.	142-143
(2) Procédé Ceil préconisé par Pellet.	143-147
Titrage de la liqueur du protochlorure d'étain.	144
Titrage de la liqueur cupro-potassique.	145
Dosage du sucre.	146
E. <i>Dosage du sucre inverti au moyen de la liqueur Soldaini.</i>	147-152
(1) La liqueur Soldaini, préparation, etc.	147
(2) Méthode gravimétrique de <i>Bodenbaender et Scheller.</i>	148
(3) Nouvelle méthode volumétrique.	149
F. <i>Procédés basés sur la réduction du mercure.</i>	152-154
(1) Liqueur <i>Knapp.</i>	152
(2) Liqueur <i>Sacchse.</i>	153

## TROISIÈME PARTIE

### IX.— ESSAI DE SUCRES BRUTS.

Introduction.	155-156
A. <i>Méthode commerciale.</i>	156-179
(1) Dosage du sucre cristallisable.	156
Clarification de la liqueur sucrée.	158
Filtration   »           »	159
Préparation du sous-acétate de plomb.	160
(2) Dosage du sucre inverti. Méthode volumétrique.	161
»           »           »   Méthode à la pesée.	165
(3) Dosage de l'humidité.	164
Étuve Wiesnegg.	166
Thermorégulateur Chancel,	166
Dessicateurs.	167
Dessication dans le vide, nouvelle étuve.	168-169
(4) Dosage des cendres. Préparation de cendres carbonatées.	170
Préparation des cendres sulfatées.	171
Précautions à prendre durant l'incinération.	171-172
Fourneaux à incinération.	175-178
(5) Matières organiques.	178
(6) Rendement en raffiné.	179
B. <i>Méthode de la Régie.</i>	179-189
(a) Sucre cristallisable.	180
(b) Dosage du sucre inverti.	181-184
(c) Dosage des matières salines.	184
(d) Élimination de la chaux.	186
(e) Proportion normale d'acide sulfurique, de chlore et d'acide nitrique dans les sucres de betteraves.	187-189
C. <i>Inversion optique.</i>	190-197
(a) Méthode Clerget.	190
(b) Dosage du raffinose.	191-196
Procédé Lindet.	192
D. <i>Causes d'erreurs dans l'analyse commerciale des sucres.</i>	198-199

### X. — ESSAI DE MÉLASSE

(1) Densités et degrés Baumé.	199-201
Procédé de précision.	201-203
(2) Sucre cristallisable.	204-206
(a) Polarisation directe.	204
(b) Inversion optique.	205
(c) Inversion cuivrique.	206
(3) Sucre inverti.	207
(4) Eau.	207
Procédé et appareil Courtonne.	207-209

(5) Matières salines ou cendres.	209
(6) Matières non déterminées (matières organiques).	206
(7) Alcalinité (méthode Pellet).	209-211
<b>XI. — ANALYSES DE LIQUIDES SUCRÉS</b>	
Introduction.	212
H. <i>Analyse pour cent de jus en poids.</i>	213-230
(1) Matières dissoutes.	213
(2) Sucre cristallisable.	214-222
Tables de polarisation pour les saccharimètres français.	216-217
»                  »                  »                  allemands.	218-219
Procédé Spencer.	227
(3) Non sucre.	222
(4) Quotient de pureté.	222-223
Tables de Kotmann pour les quotients de pureté.	224-227
(5) Sucre inverti.	228
(6) Quotient glucosique.	229
(7) Cendres et matières organiques.	229
(8) Quotient cendres.	230
(9) Coefficient salin.	230
B. <i>Analyse pour cent de jus en volume.</i>	230
(1) Densité et matières dissoutes.	230-231
(2) Sucre cristallisable.	231
(3) Quotient de pureté apparent, etc.	231
(4) Alcalinité.	231-232
Flacons-burettes, système Gallois et Dupont.	233
Liqueur Vivien.	234
(5) Chaux totale.	234-235
(6) Matières dissoutes réelles, etc.	235-236
(7) Méthode rapide de Barbet.	236-237
<b>XII. — ANALYSE DE MASSES-CUITES</b>	
A. <i>Prise d'échantillon.</i>	238
B. <i>Analyse détaillée.</i>	238-242
(a) Sucre cristallisable.	239
(b) Sucre inverti.	239-240
(c) Eau et matières dissoutes réelles.	240-241
(d) Cendres	241
(h) Coefficient salin.	242
(e-f) Alcalinité et chaux totale	242
(i) Matières organiques	242
C. <i>Nouvelle méthode.</i>	242-245
Marche à suivre dans l'analyse des masses-cuites.	243
Détermination de la densité des masses cuites.	245
<b>XIII. — ESSAI DE SUCRATES.</b>	
Introduction.	245-246
(1) Sucrate. Dosage du sucre et de l'alcali-terreux.	246

(2) Préparation de l'acide acétique titré.	247
(3) Quotient apparent de pureté.	248
(4) Coefficient salin.	249
(5) Alkali-terreux combiné avec les acides organiques.	249
(6) Perte de sucre dans les eaux-mères de sucraterie.	250
Acide titré au 3/4 du normal.	251

XIV. — ESSAI DE PRODUITS D'OSMOSE.

A. <i>Analyses générales.</i>	251-254
B. <i>Essais comparatifs.</i>	254-256
C. <i>Calcul de rendement.</i>	256-257
D. <i>Contrôle du travail de l'osmose (Leplay)</i>	257-258

XV. — DOSAGE DU SUCRE PERDU DANS DIVERS RÉSIDUS DE FABRICATION.

A. Résidus de l'extraction de jus.	258-263
(1) Pulpes de presses hydrauliques.	258
(2) Cossettes épuisées de la diffusion.	259
Tables supprimant les calculs.	260-261
(3) Eaux de presses à pulpes.	262
(4) Eaux de vidange des diffuseurs.	262
B. <i>Résidus de la défécation.</i>	263-264
(1) Ecumes carbonatées (sucre à l'état de jus et à l'état de sucrate)	263
(2) Ecumes non carbonatées.	264
C. <i>Résidus de la filtration.</i>	265-266
(1) Noir animal.	265
(2) Eaux de dégraissage des filtres.	265
Table supprimant les calculs.	266

QUATRIÈME PARTIE

Introduction.	267
---------------	-----

XVI. — ESSAI DE BETTERAVES

A. <i>Prise d'échantillon, trois cas différents.</i>	267-269
B. <i>Préparation du jus de betteraves.</i>	269-277
Râpes à tambour, etc.	272
Râpe conique Pellet et Lomont.	272
Râpe centrifuge Le Docte.	278
Hache-viande perfectionné, système Gallois et Dupont.	278
Presse à vis ou à levier.	272
Presse Vlasto et Jean, à manomètre.	288
Presse sterhydraulique.	270
Eprouvette à robinet et soutirage du jus.	297
C. <i>Analyse du jus.</i>	278-288
(1) Densité	281
(2) Matières dissoutes.	286
Nouvelles tables saccharimétriques.	280-254
(3) Sucre cristallisable.	267

(4) Sucre 0/0 de betteraves.	288
D. <i>Quantité de jus contenue dans les betteraves.</i>	289-290
(1) Méthode indirecte.	289
(2) Méthode directe.	290
E. <i>Valeur industrielle des betteraves.</i>	290-293
Valeur proportionnelle de Stammer.	290
Formule de MM. Gallois et Dupont.	291-292
Méthode nouvelle.	293
<b>XVII. — DOSAGE DIRECT DU SUCRE DE BETTERAVES.</b>	
Introduction	293-295
<i>Groupe I. — Extraction alcoolique.</i>	295-305
(a) Ancien procédé Scheibler.	295
Extracteur Scheibler.	296
(b) Procédé Sickel-Soxhlet et nouveau procédé Scheibler.	297
(1) Procédé Sickel-Soxhlet.	298
Appareil Sickel-Soxhlet.	299
Manière d'opérer.	300-301
(2) Nouveau procédé Scheibler.	302
<i>Groupe II. — Digestion alcoolique.</i>	305-310
(a) Procédé Rapp-Degener.	305
Manière d'opérer des auteurs.	306
» du D <sup>r</sup> Bourkhardt.	307
(b) Procédé Stammer.	307
Moulin à cossettes Souckow et C <sup>o</sup> .	309
<i>Groupe III. — Digestion aqueuse.</i>	311-319
(a) Procédé Pellet de digestion à chaud.	311
Manière d'opérer.	313
Remarques.	316
(b) Digestion aqueuse à froid et instantanée.	317
Observations sur les différents procédés.	318
<b>XVIII. — SÉLECTION CHIMIQUE DE BETTERAVES DESTINÉES A LA PRODUCTION DE GRAINES.</b>	
Introduction.	319-320
(A) <i>Procédé Violette</i>	320-325
Pratique de la sélection	322
Sonde Olivier-Lecq	322
Bain-marie thermo-siphon, système Despez	323
Bain de sable tournant (Olivier Lecq)	324
Appareil-analyseur (Olivier Lecq)	324
(B) <i>Procédé saccharimétrique</i>	325-326
(C) <i>Diffusion aqueuse et instantanée</i>	326-330
Foret-râpe Keil	327
Manière d'opérer	328
<b>XIX. — ESSAI DE CANNES</b>	
Introduction	
(A) <i>Analyse indirecte des cannes.</i>	330

Relation entre la densité du vesou et sa richesse saccharine	332
B. <i>Analyse directe par lessivage à l'eau</i>	333
C. <i>Analyse des cannes par extraction alcoolique.</i>	334
Observation.	335

XX. — DE LA COMPTABILITÉ CHIMIQUE EN SUCRERIE.

A. <i>Considérations générales.</i>	335-338
B. <i>Sucre en suspension au cours de la fabrication.</i>	338-339
C. <i>Sucre entré à l'usine sous forme de betteraves.</i>	339-345
Comptes établis avec la quantité et la richesse des betteraves.	340
Comptes établis avec le volume et la richesse du jus.	341
Contrôleur-mesureur automatique (Horsin-Déon).	342
Réduction de la feuille du compteur (Horsin-Déon).	343
Echantillonneux automatique du jus (Horsin-Déon).	344
D. <i>Quantité de sucre sorti de l'usine.</i>	345-347
Détermination de la quantité de masse-cuite.	346
E. <i>Calcul des pertes connues.</i>	347-349
Pulpe épuisée.	348
Eau de vidange.	348
Écumes de défécation.	348
F. <i>Perte inconnue.</i>	349
G. <i>Perte de sucre par l'inversion.</i>	349-350

CINQUIÈME PARTIE

XXI. — ESSAI DE GLUCOSES DE COMMERCE.

(1) Glucose cristallisé. Dosage du dextrose.	351
(2) Glucoses impurs. Dosage de la dextrine.	352
(3) Sirops de glucoses. Dosages de dextrose, maltose et dextrine, ( <i>Procédé Wiley</i> ).	352-353
Solution de cyanure de mercure ( <i>Procédé Wiley</i> ).	353
Composition des sirops de glucoses.	354
(4) Essai de fermentation.	354
(5) Essai de miel.	355

XXII. — DOSAGE DU SUCRE DANS LE LAIT.

(1) Méthode optique.	355
Clarification au sous-acétate de plomb (Landolt).	355
Clarification à l'iodure mercurique (Harvey et Wiley).	356
(2) Méthode chimique.	356

XXIII. — ESSAI DE VIN ET DE BIÈRE.

A. <i>Dosage du sucre dans les vins naturels</i>	357
B. <i>Essai de vins suspects.</i>	358
a) Essai de vin blanc.	358
b) Essai de vin rouge.	358

Interprétation des résultats.	359
1) Vin dextrogyre ; 2) vin lévogyre ; 3) vin optiquement inactif.	359
<i>Essai de maltose et de bière.</i>	360

XXIV. — DOSAGE DU SÈCRE CONTENU DANS LES URINES DIABÉTIQUES.

Essai qualificatif.	360
A. <i>Dosage du glucose par la liqueur cuivrique.</i>	361-362
B. <i>Dosage du glucose par le saccharimètre.</i>	363-364
Élimination de l'albumine.	363
Décoloration de l'urine.	364
Procédé Landolt.	364
C. <i>Dosage du glucose par fermentation.</i>	364-365
Procédé Robert et Manasein.	365
Procédé Antweiler et Breitenband.	365
D. <i>Dosage du glucose au moyen du glucosomètre Fiebig.</i>	365-367

SIXIÈME PARTIE

XXV. — ESSAI DE NOIR ANIMAL.

Introduction.	368
A. <i>Essai physique de noir.</i>	368-373
(1) Humidité.	368
(2) Folle-farine.	368
(3) Examen de l'état physique.	368
(4) Densité.	369
(5) Pouvoir absorbant pour la chaux.	370
(6) Pouvoir décolorant.	370
Colorimètre Laurent.	371
Marche de la lumière.	372
Usage de l'instrument.	373
B. <i>Essai chimique du noir.</i>	374-379
Composition du noir neuf.	374
(a) Dosage du carbonate de chaux.	374
(b) Explication théorique de la méthode calcimétrique.	375
(c) Description du calcimètre Sidersky.	375-377
(d) Essai de noir.	377
Table LI pour l'analyse calcimétrique du noir.	378
(e) Observations.	379
C. <i>Analyse complète du noir.</i>	379-381
(1) Eau et carbonate de chaux.	379
(2) Carbone, sable, etc.	379
(3) Sulfate de chaux.	380
(4) Sulfure de calcium.	380
(5) Sesquioxydes de fer et d'alumine.	381
(6) Chaux.	381
(7) Magnésie.	381
(8) Acide phosphorique.	381

XXVI. — ESSAI DE CALCAIRES, DE CHAUX VIVE ET DE LAIT DE CHAUX.

Introduction.	381-382
A. <i>Pierres calcaires.</i>	382-388
(1) Prise d'échantillon.	382
(2) Humidité.	382
(3) Carbonate de chaux.	382
(a) Dosage pondéral.	382-383
(b) Dosage volumétrique (calcimétrique).	384
(c) Dosage alcalimétrique.	384-387
Table LII donnant l'acine carbonique.	385
Table LIII donnant le carbonate de chaux.	386
(4) Sable, acide silicique soluble et sesquioxydes de fer et d'alumine.	387
(5) Sulfate de chaux.	387
(6) Magnésie.	388
(7) Alcalins.	388
B. <i>Chaux vive.</i>	388-390
(1) Essai physique.	388
(2) Dosage de chaux totale et de chaux hydratée.	388
Procédé Degener.	389
C. <i>Lait de</i>	389-391
Table donnant les densités et richesses de lait de chaux.	390

XXVII. — ESSAI DE MATIÈRES CONTENANT DE LA STRONTIANE

A. <i>Introduction.</i>	391-394
Solubilité de la strontiane à différentes températures.	393
B. <i>Essai de cristaux de strontiane hydratée.</i>	394
C. <i>Essai de strontianite et d'écumes de carbonatation.</i>	394-397
Méthode Strohmayr et Rose.	395
Méthode indirecte.	396
Table donnant SrO et CaO au moyen de CO <sup>2</sup> .	398
D. <i>Résidus de l'extinction.</i>	397-401
Dosage approximatif mais rapide de strontiane soluble.	399
Dosages séparés de silicates, carbonates et hydrates de strontiane et de chaux.	400-401

XXVIII. — ESSAI DE MATIÈRES CONTENANT DE LA BARYTE

A. <i>Introduction.</i>	401-402
Densité des solutions de baryte à 70° C.	402
B. <i>Essai de cristaux, lessives, etc.</i>	402-403
C. <i>Essai de minerai.</i>	403-405
Dosage de l'insoluble, fer et alumine et baryte.	403
Dosage de strontiane et chaux.	404
Essai de spate ou sulfate de baryte.	404

XXIX. — ESSAI DE GAZ CARBONIQUE

Introduction.	405
(1) Eprouvette Stammer.	405-406

(2) Carbonimètre Raffy.	406-407
(3) Carbonimètre Sidersky.	407-408
(4) Dosage de l'oxyde de carbone.	408
(5) Hydrogène sulfureux.	409
(6) Acide sulfureux.	409
<b>XXX. — ESSAI DE VINASSE ET DE POTASSE BRUTE.</b>	
(1) Humidité.	409
(2) Résidu insoluble, charbon et matières organiques.	409-410
(3) Acide carbonique.	410
(4) Acide sulfurique.	410
(5) Chlore.	410
(6) Acide phosphorique.	410
(7) Silice.	410
(8) Potasse et soude.	410-411
Représentation des résultats.	411
<b>XXXI. — PRÉPARATION DE LIQUEURS TITRÉES ET DE DIVERS RÉACTIFS</b>	
Introduction.	411-412
A. <i>Liqueurs titrées.</i>	412-418
Trois groupes de liqueurs titrées.	412
Liqueurs normales, arbitraires et azotométriques.	413
Préparation des liqueurs normales.	414
(1) Liqueur acide.	414
(2) Liqueur alcaline.	414
(3) Proportion entre les deux liqueurs.	415
(4) Vérification au moyen du carbonate de soude.	415
(5) Fixation du titre exact de la liqueur acide normal.	416
(6) Titrage de la liqueur alcaline.	417
(7) Préparation de la liqueur azométrique.	417
Corps saturés par les liqueurs titrées.	418
<i>Remarques.</i>	419
B. <i>Liqueur hydrométrique.</i>	419-421
Solutions diverses.	419
Mode opératoire.	420
Essai d'eau selon <i>Boutron et Boudet.</i>	420
Tableau hydrotimétrique	421
C. <i>Réactifs divers.</i>	421
(1) Sous-acétate de plomb.	421
(2) Hydrate d'alumine.	421
(3) Liqueur de tannin.	421
Poids atomiques des corps simples.	422-423



TRAITÉ D'ANALYSE  
DES  
MATIÈRES SUCRÉES

---

1<sup>re</sup> Partie. — 2<sup>m</sup>e Partie  
3<sup>m</sup>e Partie. — 4<sup>m</sup>e Partie. — 5<sup>m</sup>e Partie  
6<sup>m</sup>e Partie



# PREMIÈRE PARTIE

---

Les méthodes analytiques appliquées aux recherches de matières sucrées étant basées sur les propriétés physiques et chimiques des sucres, nous donnerons un aperçu général de ces derniers avant d'aborder les questions analytiques, afin d'en saisir plus facilement les principes théoriques.

Dans les quatre premiers chapitres nous passerons en revue les différents sucres, leurs constitutions, leurs propriétés physiques et leurs réactions chimiques, envisagés principalement au point de vue analytique ; cette étude se terminera par une revue des matières organiques et minérales renfermées dans la betterave à sucre, ce qui fera l'objet du chapitre V.

---

## I

### Classification des sucres.

Sous le nom collectif de *sucres*, on désigne certains corps cristallins extraits de plantes végétales, qui sont solubles dans l'eau et communiquent au liquide une saveur agréable, dite *sucrée*. Ils sont transparents ou blancs, se brunissant sous l'action de la chaleur, mais ils ne se volatilisent pas.

Par leur constitution chimique, les sucres sont considérés comme des alcools polyatomiques plus ou moins modifiés ; ils renferment presque tous 6 atomes de carbone, ou un multiple de 6, alors que l'hydrogène et l'oxygène se trouvent dans la même proportion que dans l'eau ; certains sucres renferment cependant un excès d'hydrogène.

Suivant leurs formules chimiques, on les divise ordinairement en trois groupes distincts (selon Berthelot) :

MATIÈRES SUCRÉES

1

(1) *Sucres renfermant un excès d'hydrogène sur l'oxygène, par rapport aux proportions de l'eau :*

Groupe des mannites { (a) mannite, dulcité, isodulcité et sorbite, répondant à la formule  $(C^9 H^{14} O^5)$  ;  
(b) Pinite et quercite, répondant à la formule  $(C^6 H^{12} O^5)$ .

(2) *Sucres ayant 6 atomes de carbone, l'hydrogène et l'oxygène dans les proportions de l'eau, et répondant tous à la formule  $(C^6 H^{12} O^6)$  :*

Groupe des glucoses { dextrose, lévulose, sucre inverti, galactose, eucalyne, sorbose, inosite et dambose.

(3) *Sucres ayant au moins 12 atomes de carbone, l'oxygène et l'hydrogène en proportion de l'eau :*

Groupe des saccharoses { saccharose, lactose, maltose, mélizitose, tréhalose (ou mycose) et parasaccharose, répondant à la formule  $(C^{12} H^{22} O^{11})$  ou  $(C^{12} H^{22} O^{11} + H^2O)$ .

Outre ces matières, il y en a d'autres, d'une composition un peu différente, telles que la saccharine (de Péligot), le raffinose, l'arabinose, etc., que nous étudierons plus loin.

Outre le goût sucré, les sucres possèdent encore d'autres propriétés particulières très caractéristiques, que nous allons passer en revue.

(a) Presque tous les sucres sont optiquement actifs, c'est-à-dire qu'ils déplacent le plan de la lumière polarisée qui traverse la matière en dissolution. Sous ce rapport, on divise les sucres en *dextrogyres* et *lévogyres*, selon qu'ils dévient à *droite* ou à *gauche* le plan de la lumière polarisée.

(b) Les solutions de la plupart des sucres ont la propriété de réduire certains oxydes métalliques en solution alcaline, surtout lorsqu'on chauffe le mélange des deux solutions ; les sucres qui ne réduisent pas directement, peuvent être transformés, par l'action d'un acide, en sucres réducteurs ; ces derniers se colorent en jaune par l'addition d'un alcali,

(c) Certains sucres fermentent en présence de levure de bière, et se décomposent en alcool et en acide carbonique ; les sucres qui ne fermentent pas directement peuvent acquérir la fermentescibilité alcoolique après un traitement à l'acide (inversion).

(d) Certains sucres forment des *sucrates* avec les bases minérales, dont ceux des alcalis-terreux sont presque insolubles dans l'eau.

(e) Certains sucres forment des combinaisons insolubles très caractéristiques avec une dissolution de chlorhydrate de phenylhydrazine dans de l'acétate de soude ; le précipité obtenu se compose de nombreux cristaux en aiguilles, d'une couleur jaune d'or très belle.

(f) Chauffés avec de l'acide azotique, les sucres s'oxydent et se transforment, les uns en acide mucique ( $C^6 H^{10} O^8$ ) et les autres en acide saccharique ( $C^6 H^{10} O^8$ ) deux corps isomères qui se distinguent l'un de l'autre par leurs différentes propriétés chimiques.

Le saccharose et le dextrose jouent un rôle très important dans l'industrie, l'agriculture et les aliments. Le saccharose ou sucre prismatique, forme à lui seul, dans la plupart des pays européens et exotiques, des industries de premier ordre ; le dextrose ou sucre de raisin, est également un produit industriel de grande importance. Viennent ensuite le lactose ou sucre de lait, et le maltose ou sucre de bière, comme produits industriels d'importance secondaire ; les autres sucres ne présentent qu'un intérêt scientifique dont l'importance est quelquefois très grande, par suite de la présence de ces sucres dans les produits industriels.

Dans les chapitres qui suivent nous étudierons les principaux sucres qui offrent de l'intérêt au double point de vue industriel et analytique ; ensuite, nous passerons en revue les autres sucres.

---

## II

### **Saccharose ou sucre de canne.**

Le saccharose, sucre prismatique, sucre de canne ou sucre cristallisable, est le plus souvent désigné par le mot *sucré* seul, parcequ'il est le seul sucre directement extrait de plantes pour être consommé comme aliment. Il se trouve tout formé dans un grand nombre de plantes tropicales, telles que la canne à sucre, le sorgho, l'érable, le palmier, etc., ainsi que dans certaines racines telles que la betterave, la carotte et le melon. Il y est souvent accompagné de glucose, ce qui est le cas général de la canne et du sorgho, ainsi

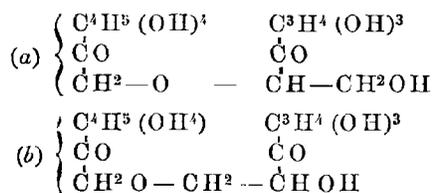
que d'autres plantes plus ou moins étudiées ; la betterave cependant ne renferme que rarement du glucose à côté du sucre cristallisable, ce qui rend plus facile l'extraction industrielle de ce dernier.

La canne et la betterave sont jusqu'à présent les seules plantes saccharifères servant de matières premières dans la fabrication du sucre, et on les cultive spécialement pour les besoins de cette industrie. La fabrication de sucre du Sorgho, essayée dans certaines contrées de l'Amérique du Nord, est encore à l'état d'études, les grandes proportions de glucose contenu dans cette plante rendant difficile l'extraction du sucre cristallisable.

### PROPRIÉTÉS DU SUCRE.

(1) *Composition et constitution.* — Le sucre est composé de 42.1 % carbone, 6.4 % hydrogène et 51.5 % oxygène, répondant à la formule chimique  $C^{12} H^{22} O^{11}$  établie par *Guy-Lussac, Thénard, Berzélius, Dumas, Péligot et Liebig* ; son poids atomique est de 342 et l'équivalent — 171. Sa constitution de structure n'a pas encore été déterminée d'une manière certaine et toutes les données des différents auteurs ne reposent que sur des hypothèses.

*Zincke et Tollens* ont indiqué (1) les deux formules suivantes exprimant la constitution du sucre.



Ces formules répondent bien aux propriétés chimiques du sucre.

(2) *Cristallisation et solubilité.* — Le sucre de canne forme des cristaux bien développés du système clinorhombique (\*), qui sont quel-

1. V. Bulletin de l'Association des chimistes, t. V. 1887, p. 188.

2. La proportion des axes est :  $a : b : c = 0,7952 : 1 : 0,7$  ; angles des faces  $101^{\circ},32$   $98^{\circ},50'$ , et  $64^{\circ},30'$ .

quefois hémédriques (fig. 1) ; ils sont transparents, à surfaces brillantes, mal-térables à l'air ; ils deviennent phosphorescents, même sous l'eau, lorsqu'ils sont soumis à des chocs.

Lorsque le sucre est extrait des mélasses par les procédés de sucrates, les cristaux prennent souvent un aspect singulier, et se présentent sous forme de tablettes aplaties et prolongées en aiguilles.

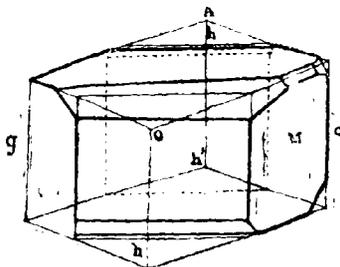


FIG. 1

La densité du sucre est de 1.5951 d'après *Maumené*, de 1.5893 d'après *Biot* et de 1.5800 d'après *Kopp*. En dissolution dans l'eau, le sucre possède une densité variable par suite de la contraction et de la dilatation que produit sa dissolution ; des tables indiquant les densités différentes des solutions de sucre pur ont été établies très exactement par *Balling*, *Vivien*, *Barbet* et d'autres ; nous y reviendrons dans le chapitre VI.

Le sucre de canne se dissout très facilement dans l'eau ; une partie d'eau dissout deux parties de sucre à la température ordinaire et beaucoup plus avec l'augmentation de la température.

*Scheibler* (\*) *Flourens* (†) et *Courtonne* (‡) ont étudié la solubilité du sucre dans l'eau à différentes températures et ils ont publié des chiffres ne s'accordant pas bien entre eux.

Voici la table I publiée par *Flourens*, qui paraît être la plus exacte ; elle indique les richesses saccharines, densités et degrés Baumé des solutions saturées à différentes températures.

Le point d'ébullition d'une solution sucrée est d'autant plus élevé qu'elle contient plus de sucre (‡).

1. *Scheibler*, Deutsche chem. Gesellsch., t. V, p. 343.

2. *Flourens*, Etudes sur la cristallisation du sucre, p. 9.

3. *Courtonne*, Journal des fabricants de sucre du 5 novembre 1877.

4. *V. Gerlach*, Zeitschrift des Vereins für Zuckerindustrie, t. XIII, p. 283.

*Flourens* a également étudié cette question dans son ouvrage sur la cristallisation du sucre, p. 11.

TABLE I

Température Degrés centigrades	SUCRE pour 100	DEGRÉ BAUMÉ		DENSITÉ GAY-LUSSAC	
		à la température observée	à + 15° C.	Température observée	à + 15° C.
0°	64.70	35.30	34.60	132.35	131.50
5	65.00	35.35	34.90	132.43	131.90
10	65.50	35.45	35.20	132.55	132.25
15	66.00	35.50	35.50	132.60	132.60
20	66.50	35.60	35.75	132.75	132.90
25	67.20	35.80	36.25	133.00	133.55
30	68.00	36.00	36.70	133.25	134.05
35	68.80	36.20	37.10	133.50	134.60
40	69.75	36.40	37.50	133.75	135.10
45	70.80	36.75	38.10	134.10	135.90
50	71.80	37.10	38.70	134.60	136.60
55	72.80	37.50	39.30	135.10	137.40
60	74.00	37.90	39.90	135.60	138.20
65	75.00	38.30	40.55	136.15	139.10
70	76.10	38.60	41.10	136.50	139.80
75	77.20	39.00	41.70	137.00	140.60
80	78.35	39.30	42.20	137.40	141.30
85	79.50	39.65	42.80	137.90	142.20
90	80.60	39.95	43.30	138.20	142.90
95	81.60	40.10	43.70	138.50	143.40
100	82.50	40.30	44.10	138.75	144.00

Ainsi une solution.

de 10 p. cent	entre en ébullition à	100.4° C.
» 20	—	100.6 »
» 30	—	101.0 »

de 40 p. cent	entre en ébullition	à 101.5° C.
» 50	—	102.0 »
» 60	—	103.0 »
» 70	—	106.5 »
» 80	—	112.0 »
» 90.8	—	130.0 »

Dans l'alcool absolu et dans l'éther, le sucre de canne est insoluble ; en ajoutant de l'alcool absolu à une solution sucrée, le sucre en est précipité en partie sous forme d'une masse amorphe qui devient cristalline après quelque temps. Dans un mélange d'eau et d'alcool le sucre se dissout d'autant plus qu'il y a moins d'alcool, ce qui résulte de la table II publiée par *Scheibler* (1).

TABLE II.

*Solubilité du sucre dans des mélanges d'eau et d'alcool.*

RICHESSE du dissolvant en alcool	à 0° C.		à 14° C.		à 40° C.
	DENSITÉS à 17° 5	SUCRE dans 100 cc.	DENSITÉS à 17° 5	SUCRE dans 100 cc.	SUCRE dans 100 cc.
0	1.3248	85.5	1.3258	87.5	105.2
10	1.2991	80.7	1.3000	81.5	95.4
20	1.2360	74.2	1.2662	74.5	90.0
30	1.2293	65.5	1.2327	67.9	82.2
40	1.1823	56.7	1.1848	58.0	74.9
50	1.1294	45.9	1.1305	47.1	63.4
60	1.0500	32.9	1.0582	33.9	49.9
70	0.9721	18.2	0.9746	18.8	31.4
80	0.8931	6.4	0.8953	6.6	13.3
90	0.8369	0.7	0.8376	0.9	2.3
97.4	0.8062	0.08	0.8082	0.30	0.5

1. *Scheibler*, même revue, XXII, [p. 246.

La solubilité du sucre dans l'eau à la température ordinaire n'est, selon *Scheibler*, que fort peu influencée par la présence de certains sels alcalins, tels que les nitrates, sulfates, chlorures et carbonates de soude ou de potasse ; ces solutions salines dissolvent un peu moins de sucre que l'eau ordinaire et les sels de potasse dissolvent plus de sucre que les sels de soude.

En refroidissant une solution sucrée saturée à une température élevée, une partie de sucre se sépare en cristaux ; la cristallisation peut aussi être obtenue par l'évaporation d'une partie d'eau d'une solution saturée de sucre, mais dans ce cas, la partie cristallisée ne correspond pas à la quantité d'eau enlevée (\*), le sucre ayant la propriété de former des solutions sursaturées.

La cristallisation du sucre des solutions pures s'obtient très facilement ; mais la présence de certaines matières organiques et salines exerce une influence notable sur la cristallisation, qui est quelquefois complètement empêchée. Ce phénomène joue un grand rôle dans l'industrie, où on élimine, autant que possible, la majeure partie de matières étrangères contenues dans le jus de betteraves ou de cannes, afin de faciliter la cristallisation du sucre ; mais celle-ci est incomplète et on obtient à la fin une mélasse, c'est-à-dire une solution sursaturée de sucre et d'impuretés, d'où le sucre ne cristallise plus.

(3) *Solubilité de matières étrangères dans les solutions sucrées.* Certaines matières difficilement solubles ou insolubles dans l'eau distillée se dissolvent facilement dans des solutions sucrées. Ainsi par exemple, le plâtre se dissout 2,8 fois plus dans une solution concentrée de sucre que dans l'eau distillée ; la chaux, la strontiane et la baryte se dissolvent facilement dans des solutions sucrées et d'autant plus que les solutions contiennent plus de sucre ; la même chose a lieu avec la magnésie.

*Berthelot* (\*) et *Péligot* (3) ont étudié la solubilité de la chaux dans les solutions sucrées, et ils ont consigné leurs observations dans le petit tableau suivant :

1. Observation de *Flourens*. Voir Comptes-Rendus T, LXXXIII, p. 150.
2. *Berthelot*, Annales de chimie et de physique, t. XLVI, p. 176.
3. *Péligot*, » » t. DIV, p. 377.

TABLE III.  
*Solubilité de la chaux dans les solutions sucrées.*

SUCRE dans 100 p. eau	DENSITÉ du sirop	DENSITÉ après saturation par la chaux	100 p. du résidu séché à 120° contiennent	
			CHAUX	SUCRE
40	1.122	1.179	21. »	79. »
35	1.110	1.166	20.5	79.5
30	1.096	1.148	20.1	79.9
25	1.082	1.128	19.8	80.2
20	1.068	1.104	18.8	81.2
15	1.052	1.080	18.5	81.5
10	1.036	1.053	18.1	81.9
5	1.018	1.026	15.3	84.7

*Pellet* (1) a étudié la solubilité de la baryte dans des solutions sucrées à la température de 24° C. Voici les résultats obtenus :

TABLE IV

SUCRE % cc.	BARYTE 0/0 cc.	BARYTE 0/0 de sucre
2.5	4.59	18.3
5. »	5.46	10.9
7.5	6.56	8.7
10. »	7.96	7.7
12.5	9.41	7.5
15. »	10.00	6.6
20. »	0.90	5.4
25. »	2.90	5.1
30. »	14.68	4.9

1. *Pellet et Sencier. La fabrication du sucre, t. I, p. 186.*

De notre côté, nous avons étudié (1) la solubilité de la strontiane dans des solutions sucrées à différentes températures et nous avons constaté que cette solubilité varie avec les richesses saccharines et les températures, mais que, pour chaque température, elle est directement proportionnelle au sucre dissout. Voici les résultats obtenus.

TABLE V

SUCRE 0/0	STRONTIANE (SrO) 0/0 de solution				SUCRE 0/0	STRONTIANE (SrO) 0/0 de solution			
	à 3° C.	à 15° C.	à 24° C.	à 40° C.		à 3° C.	à 15° C.	à 24° C.	à 40° C.
1	0.45	0.65	0.70	1.68	11	1.30	1.57	2.01	3.75
2	0.53	0.75	0.83	1.89	12	1.38	1.66	2.14	3.96
3	0.62	0.84	0.96	2.09	13	1.47	1.75	2.28	4.16
4	0.70	0.93	1.09	2.30	14	1.55	1.84	2.41	4.37
5	0.79	1.03	1.22	2.51	15	1.64	1.94	2.55	4.58
6	0.87	1.12	1.35	2.72	16	1.72	2.03	2.69	4.79
7	0.96	1.21	1.48	2.92	17	1.81	2.12	2.83	4.99
8	1.04	1.30	1.61	3.13	18	1.90	2.21	2.97	5.20
9	1.13	1.39	1.74	3.33	19	1.99	2.30	3.11	5.41
10	1.21	1.48	1.87	3.55	20	2.08	2.39	3.25	5.62

En appelant  $p$  le sucre % grammes de solution et  $S$  la quantité de strontiane dissoute, on aura :

$$\begin{array}{ll}
 \text{pour la température de } 3^{\circ} \text{ C.} & S = 0.37 + 0.086 p, \\
 \text{— } & 15^{\circ} \text{ C.} & S = 0.55 + 0.096 p, \\
 \text{— } & 24^{\circ} \text{ C.} & S = 0.57 + 0.133 p, \\
 \text{— } & 40^{\circ} \text{ C.} & S = 1.47 + 0.207 p.
 \end{array}$$

1. V. notre *Etude sur certaines relations qui existent entre la strontiane et le sucre de canne* (Bulletin de l'Association des chimistes 1885, p. 239-249.)

Les chiffres invariables contenus dans ces formules s'accordent assez bien avec les quantités de SrO qui se dissolvent dans l'eau distillée à ces températures (1).

La dissolution en présence de sucre de certains précipités insolubles dans l'eau a été l'objet de nombreuses études faites dans le but de rechercher l'influence de ces corps en dissolution sur la cristallisation du sucre et sur la formation des mélasses. Naturellement ces études ont été portées de préférence sur les précipités formés industriellement à la carbonatation du jus, dont une partie se redissout dans le liquide sucré et accompagne le sucre dans toutes les autres phases de la fabrication.

Voici les résultats obtenus par *Jacobsthal* (2).

DISSOLUTION DANS 100 cc d'une solution sucrée de	5 0/0	10 0/0	15 0/0	20 0/0	25 0/0
	Sulfate de chaux en grammes . . . .	2.095	1.946	1.593	1.539
Carbonate » » . . . .	0.027	0.036	0.024	0.022	0.008
Oxalate » » . . . .	0.033	0.047	0.012	0.008	0.001
Phosphate » » . . . .	0.029	0.028	0.014	0.018	0.005
Citrate » » . . . .	1.813	1.578	1.505	1.454	1.454
Carbonate de magnésie » . . . .	0.317	0.199	0.194	0.213	0.284

(4) *Propriétés mélassigènes de certains sels.* Bien que les essais de *Feltz* (3) ont démontré que la formation de mélasse a pour cause principale la viscosité de certaines matières gélatineuses placées autour des molécules de sucre, il n'est pas moins vrai, que certains sels, dissouts dans une solution de sucre, empêchent dans une proportion déterminée ce dernier de cri-

1. Voir la table indiquant la solubilité de la strontiane à différentes températures (chapitre XXVI), ainsi que dans notre brochure *Contrôle chimique du travail des mélasses*, p. 31-32.

2. V. *Jacobsthal*, *Zeitschrift des Vereins für Rübenzuckerindustrie*, t. XVIII, p. 649.

3. *Feltz*, *Journal des fabricants de sucre* 10<sup>e</sup> année, n° 51.

stalliser, ce qui a été démontré par les essais de *Lagrange* (1) dont voici les résultats.

Le chlorure de sodium est sans influence sur la cristallisation du sucre

1 partie de chlorure de calcium empêche la cristallisation de	0.5 p	de sucre
1 partie de sulfate de soude	2. p	»
1 » de chlorure de potassium	3. p	»
1 » de sulfate de potasse	3.5 p	»
1 » de carbonate de soude	3.5 p	»
1 » » de potasse	3.5 p	»
1 » de phosphate de soude	5.0 p	»
1 » d'azotate de potasse	5.5 p	
1 » » de soude	6.5 p	»

*Marschall*, (2) ayant fait des études plus étendues sur cette question, divise les sels en trois catégories :

(a) PREMIÈRE CATÉGORIE, *comprenant les sels mélassigènes positifs*, c'est-à-dire qui empêchent plus ou moins la cristallisation du sucre. Ce sont :

- (1) Carbonate de potasse (coefficient salin = 3.8) ;
- (2) Acétate » ( » = 0.9) ;
- (2) Butyrate » ( » = 0.9) ;
- (4) Citrate » ( » = 0.6) ;

(b) DEUXIÈME CATÉGORIE, *comprenant les sels indifférents*. Ce sont :

- (1) Sulfate de potasse ;
- (2) Azotate »
- (3) Chlorure de potassium ;
- (4) Carbonate de soude ;
- (5) Chaux hydratée ;
- (6) Chlorure de sodium ;
- (7) Valérienate de potasse ;
- (8) Oxalate de potasse ;
- (9) Succinate de potasse ;
- (10) Oxalate de soude
- (11) Citrate de soude, et
- (12) Aspartate de soude.

1. *Lagrange*, *Sucrierie Indigène*, t. X, p. 11.

2. *Marschall*, *Zeitschrift des Vereins für Zuckereindustrie*, t. XX, p. 328 et 619 et t. XXI, p. 57.

(c) TROISIÈME CATÉGORIE, *comprenant les corps mélassigènes négatifs*, c'est-à-dire des sels qui favorisent la cristallisation du sucre, en empêchant la formation de liquides sucrés sursaturés. Ce sont :

- (1) Sulfate de soude ;
- (2) Sulfate de magnésie ;
- (3) Azotate de soude ;
- (4) Azotate de magnésie ;
- (5) Chlorure de magnésie ;
- (6) Chlorure de calcium ;
- (7) Azotate de chaux ;
- (8) Aspartate de potasse ;
- (9) Acétate de soude ;
- (10) Butyrate de soude ;
- (11) Valérianate de soude, et
- (12) Succinate de soude.

1 partie d'azotate de chaux favorise la cristallisation de 4 parties de sucre; 1 partie de chlorure de calcium fait cristalliser 7,5 parties de sucre; 1 partie de sulfate de magnésie — 10 parties de sucre, et 1 partie de chlorure de magnésium — 17 parties de sucre. Des résultats analogues ont été obtenus par *Durin*.

Ces résultats confirment l'opinion de *Feltz*, disant que la formation de la mélasse en sucrerie provient uniquement de causes physiques, ou plutôt mécaniques, les matières visqueuses empêchant les molécules de sucre de former des cristaux.

(5) *Rotation, réduction et fermentation*. — Le sucre de canne est dextrogyre, et son pouvoir rotatoire spécifique est  $[\alpha]_D = 66^{\circ}5$  en solution de concentration moyenne; il ne varie que fort peu avec les températures<sup>(1)</sup>, mais il n'est pas tout à fait proportionnel à la concentration du liquide, ce que nous allons voir dans le chapitre VII. La présence d'un alcali caustique

I. M. Dubrunfaut a, en 1846, constaté le premier que le pouvoir rotatoire spécifique du sucre de canne diminue avec l'augmentation de la température (v. *Annales de chimie et de physique*, t. 18, p. 101). Depuis, plusieurs savants ayant fait la même observation, un chimiste américain, *M. Andrew*, a fait des nombreuses expériences pour étudier la relation entre le pouvoir rotatoire du sucre de canne et la température de l'observation, et il en a déduit le coefficient de 0,00017 pour la diminution de  $[\alpha]_D$  par degré centigrade (V. *Technology Quarterly*, vol. 2, n° 4).

dans le liquide sucré produit une diminution notable du pouvoir rotatoire. Ainsi, par exemple :

1	partie	CaO	fait disparaître la rotation de	1.12	p. sucre
1	»	BaO	»	0.43	»
1	»	SrO	»	0.60	»
1	»	KOH	»	0.50	»
1	»	NaOH	»	0.45	»
1	«	AzH <sup>3</sup>	»	0.08	»

lorsqu'on opère sur une solution sucrée de 16 gr. 20 par 100 centimètres cubes (1).

Quelques sels neutres diminuent également la rotation du sucre, mais dans des proportions fort variables, et surtout lorsque la solution contient beaucoup de sel par rapport au sucre dissout.

Une solution de sucre pur ne réduit pas la liqueur cupropotassique de Fehling; elle ne fermente pas directement sous l'influence de la levure de bière. En présence de matières albumineuses et de la levure, le sucre commence par s'invertir, c'est-à-dire se décompose en dextrose + lévulose (voir plus bas), et ceux-ci se transforment ensuite en alcool et en acide carbonique.

(6) *Altération du sucre par la chaleur* (2). — Le sucre ne contient pas d'eau de cristallisation; chauffé jusqu'à 100° C., son poids ne varie donc pas. Chauffé avec précaution à 160° C., il devient visqueux, et, après refroidissement, dur (vitreux), transparent. C'est le sucre amorphe ou sucre d'orge qui est plus hygroscopique, et qui fond plus facilement que le sucre ordinaire. Peu à peu ce sucre redevient cristallin et se fendille en petits cristaux avec dégagement de calorique.

Le sucre pur à l'état sec, ou en dissolution dans l'eau pure, est très stable; mais, sous l'influence de la chaleur, ou en présence de substances étrangères, notamment d'acides et de matières organiques en décomposition, il est facilement décomposé en donnant naissance à des produits très variés, dont nous ne citerons que les plus importants.

Le sucre, maintenu pendant quelque temps à 160° C., se décompose en glucose et lévulosane; à une température plus haute (jusqu'à 180° C.), la masse brunit en se caramélisant. Au-dessus de 200° C., la masse se bour-

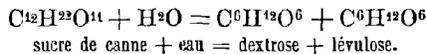
1. *Bodenbaender*, Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie, 1865, p. 167; ainsi que *Pellet*, Bulletin de la Société chimique de Paris, t. XXVIII, p. 250.

2. *Stammer*, *Sucre et non sucre* (brochure) Bruxelles 1888, p. 7-8.

soufle, perd de l'eau et un peu d'acide acétique, et fournit un résidu de sucre caramélisé de composition variable, selon la durée du chauffage; elle contient du caramel et des substances congénères, de même qu'un élément amer, l'assamar. Si l'on continue de chauffer, il y a calcination avec formation de produits acides, d'acide carbonique, d'hydro-carbures, et il en reste un résidu charbonneux.

Lorsqu'on fait bouillir pendant quelque temps une solution de sucre, celui-ci s'altère et se transforme peu à peu en *sucre inverti* (voir plus loin). Cette inversion est facilitée par la présence des acides et de certains sels; elle est ralentie par celle des alcalis et de la chaux.

(7) *Action des acides, inversion du sucre.* — Les acides étendus, et notamment l'acide sulfurique, transforment le sucre de canne en *sucre inverti*, un mélange de *dextrose* et de *lévulose* en parties égales, selon l'équation



Cette inversion se produit déjà à la température ordinaire, mais très lentement; à la température de 60° à 70° C., elle est complète en peu de temps. Dans cette réaction, l'acide employé ne subit aucune transformation.

Le *sucre inverti*, formé n'a plus du tout les propriétés du sucre de canne dont il provient; il ne cristallise pas, dévie à gauche le plan de la lumière polarisée, réduit facilement les oxydes métalliques, et fermente directement sous l'influence de la levure. Comme il est composé d'un mélange de deux sucres appartenant au groupe de glucoses, on le désigne vulgairement, en sucrerie, par le nom de *glucose*, alors que dans le commerce on donne ce nom au *sucre de féculé* (dextrose, sucre de raisin).

Les acides minéraux et organiques, quoique qu'ils invertissent tous le sucre à toute température et après un contact prolongé, n'ont pas tous le même pouvoir inversif. *Behr* a étudié l'influence de différents acides et leurs pouvoirs inversifs (1), et il est arrivé aux conclusions suivantes :

(a) L'action des acides sur le sucre de canne est très faible à proximité de 0° C.; elle augmente avec l'élévation de la température, mais elle n'est pas proportionnelle à la température. Elle devient subitement très forte à une température circonscrite dans des limites étroites, et qui est différente suivant la nature de l'acide.

(b) Relativement à leur action à la température ordinaire, on peut grouper les acides en une série dans laquelle l'acide azotique et l'acide chlorhydrique

sont ceux qui invertissent le plus, tandis que les acides gras volatils (excepté l'acide formique) sont ceux qui invertissent le moins.

*Piatakoff* <sup>(2)</sup>, ayant étudié la même question en faisant agir 1 partie d'acide sur 100 parties de sucre dans des solutions titrant 100° au saccharimètre, a constaté que le pouvoir inversif le plus fort appartient à l'acide chlorhydrique, et que les autres acides se suivent dans l'ordre suivant :

1	acide chlorhydrique	9	acide lactique
2	» azotique	10	» citrique
3	» sulfurique	11	» malique
4	» sulfureux	12	» succinique
5	» oxalique	13	» acétique
6	» phosphorique	14	» butyrique
7	» formique	15	» valérianique
8	» tartrique	16	» benzoïque

L'acide carbonique sec est sans action sur le sucre ; en présence d'eau, l'acide carbonique exerce une action invertissante très lente ; l'action est plus rapide à une pression supérieure. A la température de l'ébullition, et à une certaine pression, le sucre est inversé très rapidement.

L'acide azotique exerce une action oxydante sur le sucre, en formant de l'acide oxalique, saccharique et tartrique. L'acide sulfurique concentré forme de l'acide sulfo-saccharique à la température ordinaire ; chauffé, il carbonise le sucre avec formation d'acide carbonique et d'acide sulfureux.

Par un mélange d'acides sulfurique et azotique concentrés, le sucre est transformé en nitrosaccharose, substance très explosive.

(8) *Destruction du sucre avec formation d'acide glucique et d'autres corps* <sup>(3)</sup>. — En faisant bouillir du saccharose avec de l'acide chlorhydrique ou de l'acide sulfurique dilué, il se produit d'abord de l'acide glucique incristallisable, incolore, très soluble dans l'eau et dans l'alcool, ayant pour formule :  $C^{12} H^{18} O^2$ , et qui, sous l'influence prolongée d'un acide minéral, devient de l'acide apoglucique brun,  $C^{14} H^{26} O^{13}$ , soluble dans l'eau, assez soluble dans l'alcool. L'acide apoglucique, sous la même influence, encore plus pro-

1. *Behr*, Journal des fabricants de sucre du 3 mai 1876, et Zeitschrift für Zuckerindustrie, 1874, p. 778.

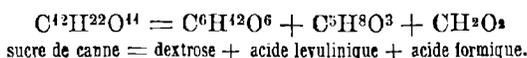
2. *V. Piatakoff*, Zapiski, Revue de la Section Kiévienne de la Société Impériale Technique de la Russie (1875, p. 183), ainsi que dans son *Manuel pour l'analyse des matières et produits de sucrerie* (Kiév 1878), p. 8.

3. *V. Pellet et Sencier*, La fabrication du sucre, p. 98.

longée, brunit de plus en plus, en formant des corps bruns ou noirs, tels que l'*acide ulmique*,  $C^{47}H^{34}O^{17}$ , insoluble dans les solutions salines ou acides, soluble dans les alcalis et même dans l'eau pure; l'*ulmine*  $C^{67}H^{38}O^{16}$ , neutre et insoluble dans toutes les liqueurs, et d'autres substances ulmiques encore peu étudiées.

La plupart des acides concentrés attaquent le sucre assez rapidement. En chauffant pendant une semaine un mélange formé de 400 grammes de sucre candi, 400 grammes d'acide sulfurique concentré et 4300 grammes d'eau on obtient, non du dextrose et du lévulose, mais du dextrose, de l'acide lévulinique et de l'acide formique, ces deux derniers corps résultant d'une décomposition du lévulose (1).

La réaction est représentée par la formule :



(9) *Combinaisons du sucre.* — Les combinaisons que le sucre de canne forme avec les oxydes basiques prennent naissance directement, par le mélange des deux liquides; elles sont pour la plupart solubles dans l'eau et précipitées par l'alcool en masse plus ou moins cristalline; les sucrates de baryte, de strontiane et de chaux sont insolubles dans l'eau, surtout en présence d'un excès d'alcali-terreux. Quelques métaux forment des sucrates par le seul contact avec le sucre et l'eau; on connaît aussi des sucrates doubles des alcalins et des métaux, qui sont colorés et solubles dans un excès d'alcali.

Les sucrates les plus étudiés sont :

(a) *Sucrates alcalins*,  $C^{12}H^{11}KO^{11}$  et  $C^{12}H^{11}NaO^{11}$ .

On les obtient en ajoutant une lessive concentrée de potasse ou de soude à une solution alcoolique de sucre; ce sont des masses gélatineuses, sans saveur sucrée, très solubles dans l'eau et insolubles dans l'alcool de haut degré.

Le gaz d'ammoniaque est absorbé par une solution sucrée, à froid, en forte proportion; sur 171 parties du sucre on a 44 à 46 parties d'ammoniaque, ce qui fait supposer l'existence d'une combinaison  $C^{12}H^{22}O^{11} + 3AzH^3$ .

Avec le chlorure de sodium, le sucre forme deux combinaisons, dont l'une répondant à la formule  $C^{12}H^{22}O^{11} + NaCl$ , a été obtenue, en beaux cristaux, par *Péligot*, *Maumené* (2) et d'autres, et la combinaison potassique correspondante fut obtenue par *Violette* (3); l'autre, ayant pour formule 2 ( $C^{12}H^{22}O^{11}$ )

1. V. *Grotte et Tollens*, *Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft*, t. VII, p. 1375.

2. *Maumené*, *Bulletin de la Société chimique de Paris*, t. XV, p. 1.

3. V. *Violette*, *Comptes-Rendus* (t. LXXVI, p. 485).

+ 3 (NaCl) a été obtenue par *Gill* (1) au moyen de l'évaporation d'une solution sucrée renfermant un grand excès de chlorure de sodium.

(b) *Sucrate de baryte*. — En dissolvant dans une solution sucrée de l'hydrate de baryte, on obtient, après quelque repos, un précipité cristallin répondant à la formule  $C^{12}H^{22}O^{11} + BaO$  ; la précipitation est plus rapide lorsqu'on opère à une température élevée. Ce sucrate se dissout très peu dans l'eau (dans 41,6 fois d'eau froide et 43,4 fois d'eau chaude); il est insoluble en présence d'un excès de baryte, insoluble dans l'alcool, mais décomposable par l'acide carbonique. On en fait usage dans l'industrie pour extraire le sucre des mélasses.

Une réaction analogue a lieu lorsqu'on mélange une solution sucrée avec du sulfure de barium (BaS); il se forme du sucrate de baryte, avec dégagement d'hydrogène sulfuré.

(c) *Sucrates de strontiane*. — Le sucre forme avec la strontiane deux sucrares différents, monosacrique et bisacrique ; on en fait usage dans l'industrie pour l'extraction du sucre de mélasses.

Lorsqu'on chauffe une solution sucrée avec de l'hydrate de strontiane en excès, jusqu'à la dissolution complète de celui-ci, et l'on porte le mélange à l'ébullition, il y a précipitation d'un sucrate bisacrique de strontiane répondant à la formule  $C^{12}H^{22}O^{11} + 2SrO$ , qui contient presque intégralement tout le sucre de la solution, surtout lorsqu'on a ajouté un excès de strontiane, voir 3 molécules sur 1 de sucre, sans que cet excès entre dans le précipité. Le bisucrate forme des grumeaux, qui se séparent facilement du liquide (2).

Ce bisucrate humide, en refroidissant lentement se dédouble en cristaux d'hydrate de strontiane et sesqui-sucrate soluble ; la solution de ce dernier, après un séjour prolongé, laisse déposer sous forme de masse cristalline à l'aspect de choux-fleurs, le monosucrate  $C^{12}H^{22}O^{11} + SrO + 5H^2O$ . On obtient la même combinaison en laissant refroidir lentement un mélange de solution concentrée de sucre avec une solution saturée bouillante de strontiane hydratée ; le précipité contient, après 24 heures, 60 à 70 % du sucre dissout. La formation du sucrate est favorisée, si l'on amorce par une addition de monosucrate (Scheibler).

Il est indispensable de bien agiter le mélange, sans cela il ne se forme pas de sucrate, mais l'hydrate de strontiane cristallise seul peu à peu (3).

1. *V. Gill*, *Chemical News* (t. XXIII, p. 300).

2. Selon nos propres essais, 1 partie de bisucrate de strontiane se dissout dans 84 parties d'eau distillée.

3. *V. Scheibler*, *Neue Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie*, t. IX, p.83.

La solubilité du monosucrate dans l'eau à différentes températures, est établie dans le tableau suivant (Scheibler) qui contient les températures jusqu'à 58° C., ce sucrate se décomposant à 60° C.

TABLE VI

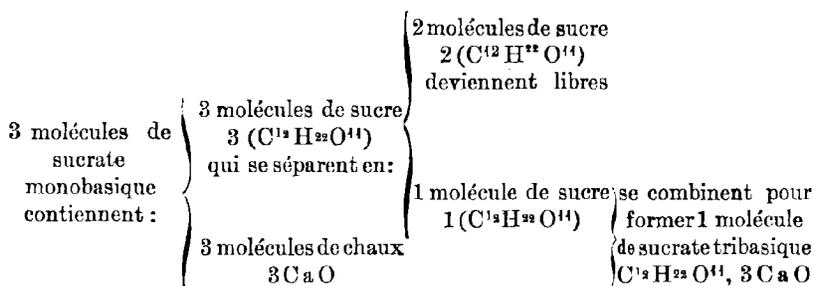
TEMPÉRATURE	LE LITRE CONTIENT (GRAMMES)				DENSITÉ de la solution de monosucrate à 17°5C.	DEGRÉ Balling correspondant
	Monosucrate $C^{12}H^{22}O^{11}SrO$	Sucré	Strontiane anhydre $SrO$	Strontiane hydratée cris- tallisée $Sr(OH)_2 + 8H_2O$		
0	28.4	21.80	6.60	16.93	1.01775	4.51
2	30.2	23.18	7.02	18.00	1.01892	4.81
4	32.0	24.56	7.44	19.07	1.02000	5.08
6	33.9	26.03	7.87	20.21	1.02119	5.37
8	35.7	27.41	8.29	21.28	1.02231	5.65
10	37.5	28.79	8.71	22.35	1.02344	5.93
12	39.5	30.32	9.18	23.54	1.02469	6.24
14	41.6	31.93	9.67	24.79	1.02600	6.56
16	43.8	33.62	10.18	26.10	1.02738	6.90
18	46.2	35.45	10.74	27.53	1.02888	7.27
20	48.6	37.31	11.29	28.96	1.03038	7.64
22	51.2	39.31	11.89	30.51	1.03200	8.03
24	53.9	41.38	12.52	32.12	1.03369	8.44
26	56.7	43.53	13.17	33.79	1.03544	8.87
28	59.7	45.83	13.87	35.58	1.03731	9.32
30	62.7	48.13	14.57	37.37	1.03919	9.77
32	65.8	50.51	15.29	39.21	1.04113	10.24
34	69.3	53.20	16.10	41.30	1.04331	10.76
36	73.2	56.18	17.02	43.62	1.04575	11.34
38	77.5	59.49	18.01	46.19	1.04844	11.98
40	82.3	63.18	19.12	49.05	2.05144	12.69
42	87.8	67.40	20.40	52.33	1.05488	13.50
44	93.8	72.01	21.79	55.90	1.05863	14.37
46	100.7	77.31	23.39	60.01	1.06294	15.37
48	109.7	84.21	25.49	65.38	1.06856	16.67
50	121.9	93.58	28.32	72.65	1.07619	18.40
52	134.3	103.10	31.20	80.04	1.08394	20.14
54	147.0	112.85	34.15	87.61	1.09188	21.91
56	162.9	125.05	37.85	97.08	1.10181	24.08
58	185.1	142.10	43.00	110.31	1.11569	27.06

(d) *Sucrates de chaux.* — Le sucre forme avec la chaux plusieurs sucrates dont voici les mieux étudiés (1) :

(1) Le *sucrate monobasique* ( $C^{12} H^{22} O^{11}$ ,  $CaO + 2 H^2O$ ) est obtenu en précipitant une solution de sucre et de chaux hydratée en excès par le chlorure de magnésium ; il se forme de l'hydrate de magnésie insoluble qu'on sépare par filtration, et l'on précipite le sucrate par l'addition d'alcool. Il forme une masse blanche, résineuse, très soluble dans l'eau froide, coagulant quand elle est chauffée lentement, se dissolvant au refroidissement et se dédoublant à l'ébullition en trisucrate, ou sucrate tribasique, et en sucre, d'après la formule :



Voici comment on peut se représenter ce dédoublement :



Ce dédoublement est très sensiblement subordonné à l'état physique de la chaux.

Si l'on ajoute de la chaux hydratée à une solution sucrée diluée, la dissolution de la chaux et la formation subséquente de sucrate monobasique ne se produisent qu'aux températures au-dessous de 15° C. et au moyen d'une agitation continuelle de 12 à 16 heures.

Si au lieu de chaux hydratée, on emploie de la chaux vive (anhydre) en gros morceaux, la chaux s'hydratise en élevant la température mais sans former du sucrate.

Mais si l'on ajoute la chaux vive sous forme de poudre impalpable et qu'on remue fortement, le sucrate monobasique se produit de suite, aux températures au-dessous de 50° C. Si à la poudre impalpable il se trouve mêlé des grains moins fins, ceux-ci n'entrent pas en combinaison, ne se dissolvent

1. V. *Stammer*, Sucre et non sucre, p. 12.

point, mais s'hydratisent plus tard et, dans certaines circonstances extérieures, en s'échauffant fortement. L'hydrate de chaux contient alors des quantités variables de sucre, à l'état de sucrate plus ou moins soluble.

(2) Le sucrate bibasique ou bisucrate,  $C^{12}H^{10}O^{11} + 2 CaO$ , s'obtient en précipitant une solution aqueuse de 12 parties de chaux et d'une partie de sucre au moyen de l'alcool, ou en refroidissant fortement une solution de sucre avec de la chaux en excès (1)

Il forme des cristaux blancs, solubles dans 33 p. d'eau et un un peu plus dans l'eau sucrée. A l'ébullition la solution se dédouble en sucrate bibasique soluble, en sucrate tribasique insoluble et en sucre libre.

(3) Le trisucrate ou sucrate tribasique,  $C^{12}H^{10}O^{11} + 3 CaO$ , s'obtient comme nous l'avons dit, en faisant bouillir les solutions de mono- ou de bisucrate; on l'obtient également en ajoutant de la chaux vive en poudre impalpable à une solution étendue de sucre, en agitant vivement pendant quelque temps et en abaissant artificiellement la température. Cette manière de préparer, imaginée par *Steffen* et appliquée industriellement pour l'extraction du sucre de mélasse, permet d'obtenir un sucrate granuleux, facile à filtrer et très difficilement soluble dans l'eau froide; ce sucrate tribasique est toujours additionné d'un excès de chaux en quantité variable, selon l'état de finesse de la poudre de chaux, ainsi que de la pureté et le degré de calcination des pierres calcaires.

Tous les sucrales de chaux sont décomposés par les acides qui forment des sels de chaux en mettant le sucre en liberté. Les solutions aqueuses de sucrales dissolvent beaucoup de matières insolubles dans l'eau et dans une solution sucrée, telles que les oxydes métalliques, les carbonates, sulfates et phosphates de chaux et d'autres sels.

(e). L'existence d'une combinaison de sucre avec la *magnésie* est douteuse; celle-ci se dissout peu dans une solution sucrée, et un peu plus dans solution de sucrate.

(f) *Sucrate de plomb*. — En ajoutant à une solution sucrée du sous-acétate de plomb additionné d'ammoniaque, on obtient un précipité répondant à la formule  $C^{12}H^{10}Pb^3O^{11}$ ; on l'obtient également en ajoutant de l'alcool à une solution sucrée additionnée d'acétate de plomb neutre. Ce sucrate tribasique est insoluble dans l'eau froide, un peu soluble dans l'eau chaude et très soluble dans l'eau sucrée; il se décompose très vite par l'acide carbo-

1. V. *Boivin et Loiseau*, Comptes Rendus, t. IX, p. 1073.

nique, et lentement par l'hydrogène sulfuré (1). En abandonnant à l'air une dissolution aqueuse du trisucrate de plomb, il en cristallise un bisucrate de plomb,  $C^{12}H^{18}Pb^2O^{11}$ , insoluble dans l'eau, l'alcool et les liquides sucrés (2), on l'obtient également en faisant bouillir une solution sucrée avec de l'oxyde de plomb (selon Berzélius), ainsi qu'en ajoutant de l'acétate de plomb à une solution aqueuse de sucrate de chaux (3).

(g) Le fer et le cuivre se dissolvent, au contact de l'air, dans des solutions sucrées, et en évaporant ces dernières, on obtient des corps amorphes considérés comme étant des sucrales de ces métaux. On obtient aussi le sucral de cuivre en dissolvant dans une solution sucrée l'hydrocarbonate de cuivre, et en évaporant le liquide.

L'existence de sucrales de métaux explique pourquoi le sucre empêche la précipitation de certains oxydes métalliques par l'addition d'alcalis.

(h) *Sucrocarbonates*. — Lorsqu'on fait passer un courant lent de gaz carbonique à travers la solution d'un sucral de chaux, de strontiane ou de baryte, le gaz est pendant longtemps entièrement absorbé, sans que le liquide change d'aspect. Au bout d'un certain temps, cependant, l'absorption est moins vive, le liquide louchit, puis soudain s'épaissit, et enfin, si le liquide est d'une certaine concentration, se prend en masse gélatineuse demi-transparente, à laquelle MM. *Boivin* et *Loiseau* ont donné le nom de *sucrocarbonate* (4). L'acide carbonique n'est pas le seul qui produit ce phénomène; beaucoup d'autres acides se comportent de même vis-à-vis d'un sucral de chaux (Felz).

(10) *Saccharosides*. — Le sucre de canne entre quelquefois en combinaison avec des acides, en formant des saccharosides. En chauffant à 100-120° C. du sucre sec avec de l'acide tartrique, acétique, butyrique, stéarique ou autres acides volatils appartenant au groupe des matières grasses, on obtient des saccharosides bien définis, à proportion variable d'acide (5). Les saccharosides des acides minéraux sont obtenus à froid; parmi ceux-là on peut ranger le nitrosaccharose et l'acide sulfosaccharique, cités plus haut.

1. V. les mêmes auteurs, *Comptes Rendus*, 1865, p. 60.

2. Selon *Péligot*.

3. Selon *Dubrunfaut*, voir *Comptes Rendus* XXXII, p. 498.

4. V. *Iforsin-Déon*, *Traité théorique et pratique de la fabrication du sucre* p. 11 et 12, qui donne sur ce sujet des renseignements très intéressants.

5. V. *Schützenberger* et *Naudin*, *Bulletin de la Société chimique de Paris*. 1869. p. 107 et 204.

(10) *Parasaccharose*. Lorsqu'on ajoute un peu de phosphate d'ammoniaque à une solution sucrée et qu'on abandonne celle-ci à l'air, il s'y produit, selon *Jodin* (1), une espèce de ferment qui transforme ensuite le saccharose en *parasaccharose* ou sucre cristallisable, répondant à la formule ( $C^{12}H^{22}O^{11}$ ), et en sucre amorphe d'une composition répondant à la formule ( $C^6H^{12}O^6 + H^2O$ ).

Les cristaux de parasaccharose se dissolvent facilement dans l'eau, mais pas dans l'alcool. Ils sont dextrogyres,  $[\alpha]_D = 108^\circ$  à  $10^\circ$  C, augmentant un peu avec la température. La solution de parasaccharose réduit la liqueur cuivrique, environ de moitié de la réduction produite par le dextrose. Le parasaccharose n'est pas attaqué par l'acide sulfurique, mais bien par l'acide chlorhydrique étendu qui en diminue la rotation et en augmente le pouvoir réducteur.

Le sucre amorphe qui se produit à côté du parasaccharose, reste en dissolution ; étant desséché dans le vide, il a la composition ( $C^6H^{12}O^6 + H^2O$ ) ; son pouvoir rotatoire est un peu plus faible que celui du parasaccharose et il réduit la liqueur cuivrique dans les proportions du lactose (voir plus loin).

---

### III

#### Glucoses ou sucres réducteurs.

##### A. *Glucose ordinaire ou dextrose.*

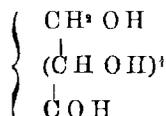
On désigne sous les noms de *glucose ordinaire*, *dextrose*, *sucré de raisin*, *sucré de féculé*, etc., un produit cristallin d'une saveur sucrée, qu'on obtient industriellement par le traitement de l'amidon avec de l'acide sulfurique étendu. Ce produit est cependant rarement pur, la saccharification de l'amidon donnant lieu à la formation du *glucose* et de la *dextrine* en proportions très variables.

Le glucose est très répandu dans la nature ; il se trouve tout formé dans le jus de raisins ainsi que dans un grand nombre de plantes ; il s'y trouve rarement tout seul, et il est ordinairement accompagné d'autres sucres, tels que *lévulose*, *saccharose*, etc.

(1) *Formule chimique et constitution*. Le glucose anhydrique répond à

1. *Jodin*, Comptes Rendus LIII, p. 1252.

la formule  $C^6 H^{12} O^6$  ; il cristallise avec un molécule d'eau ( $C^6 H^{12} O^6, H^2 O$ ) qu'il perd à  $100^\circ C$ . La formule de structure du dextrose est (1) :



ce qui explique ses propriétés aldehydiques.

Le dextrose anhydride est obtenu en cristaux en refroidissant une solution alcoolique.

(2) *Solubilité.* Le dextrose se dissout facilement dans l'eau et dans l'alcool, surtout à haute température ; 100 parties d'eau dissolvent à  $15^\circ C$ . 81,68 parties de dextrose ; la dissolution est moins visqueuse que celle du sucre de canne de même concentration.

Pendant la dissolution, il y a absorption de chaleur ; 12 parties de dextrose dissoutes dans 25 parties d'eau abaissent la température de  $6^\circ C$ .

Les densités des solutions glucosiques ne diffèrent que fort peu de celles de sucre de canne. *Salomon* donne les chiffres suivants :

TABLE VII

1 % dextrose = 1.00375 densité	8 % dextrose = 1.0305 densité
2 % » = 1.0075 »	9 % » = 1.0342 »
3 % » = 1.0115 »	10 % » = 1.0381 »
4 % » = 1.0153 »	20 % » = 1.0762 »
5 % » = 1.0192 »	30 % » = 1.1130 »
6 % » = 1.0230 »	40 % » = 1.1494 »
7 % » = 2.0267 »	

La solubilité du dextrose dans l'alcool est d'autant plus grande que l'alcool est plus faible et la température plus élevée. Le dextrose est insoluble dans l'éther sulfurique.

Pour le goût sucré, le dextrose équivaut à  $1/3$  environ de celui du sucre de canne.

(3) *Pouvoir rotatoire.* Les solutions de dextrose sont, comme le nom l'indique, dextrogyres, c'est-à-dire qu'elles tournent à droite le plan de la

1. V. *Maquenne*, Conférence sur la constitution des sucres (*Revue Scientifique* du 25 juillet 1888.

2. V. *Salomon*, *Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft*, T. XIV, p. 2711.

lumière polarisée ; le pouvoir rotatoire spécifique est  $[\alpha]_D = 53.0^\circ$ , un peu variable avec les concentrations, mais pas avec les températures. Cependant, les solutions récemment préparées présentent un pouvoir rotatoire presque deux fois plus grand, qui revient peu à peu au pouvoir normal (après 24 heures) ; l'ébullition fait disparaître toute rotation anormale. On appelle ce phénomène : *birotation*.

(4) *Réduction*. Le glucose enlève l'oxygène à beaucoup d'oxydes métalliques en les réduisant plus ou moins complètement.

Le glucose empêche la précipitation des sels de cuivre et de fer par les alcalis.

Le sulfate de cuivre, additionné à froid de glucose, fournit avec l'alcali caustique, une solution bleu foncé, qui produit, à froid après quelque temps, à chaud immédiatement, un précipité de protoxyde rouge ou d'hydrate de protoxyde jaune, 0,00001 partie de glucose s'accuse ainsi par un précipité, et même 0,000001 partie par une coloration rougeâtre de la solution. Cette réaction distingue le glucose du sucre ordinaire.

Le cyanure rouge de fer et de potassium en solution aqueuse avec 1/2 partie de potasse hydratée se décolore à 60-80° C. quand on y ajoute du glucose.

Si l'on chauffe le nitrate basique de bismuth avec une solution concentrée de carbonate de soude et qu'on ajoute du glucose, le précipité et la solution prennent une couleur foncée. Ces deux réactions recommandées pour reconnaître la présence du glucose ne peuvent être employées qu'avec des produits non colorés et sont en outre moins sensibles que l'épreuve cuivrique.

L'oxyde d'argent pur ou carbonaté est facilement réduit à chaud par le glucose, en produisant de l'argent métallique ; le nitrate d'argent subit la même réduction par le glucose avec ou sans ammoniaque.

(5) En chauffant le glucose avec de la lessive de potasse ou de soude, on obtient une solution brune foncée, contenant de l'acide glucinique et saccharique, qui neutralisent une partie équivalente d'alcali, ce qui produit une diminution de l'alcalinité.

Les carbonates alcalins et d'alcalis terreux se comportent d'une façon analogue.

Ainsi, par exemple, une dissolution de glucose dans l'eau de chaux perd peu à peu sa réaction alcaline, et n'est plus alors précipitée par l'acide carbonique.

La chaux hydratée se dissout aisément dans une solution à 15 à 20 % de glucose ; après un certain temps l'alcalinité et le pouvoir rotatoire diminuent ;

il se précipite un sel basique de l'acide glucinique et un sel neutre reste en dissolution. Dans les eaux mères de l'acide glucinique se trouve alors la *saccharine* (1), qu'on peut obtenir en cristaux brillants et dont le pouvoir rotatoire est assez prononcé. La saccharine possède la composition  $C^6 H^{10} O^5$  ; elle est volatile, sans saveur douce et infermentescible. Elle se trouve en petite quantité dans le sucre produit par l'osmose.

A chaud, le glucose réduit l'indigo en solution alcaline ; il se produit le blanc d'indigo.

(6) Sous l'action des ferments le glucose donne naissance à divers produits, selon la température, etc. Avec la levure de bière il fournit directement l'alcool et l'acide carbonique, accompagnés de quelques produits secondaires (glycérine, acide succinique). A une température un peu supérieure et en présence d'alcalis et de certains ferments, le glucose subit la fermentation lactique et souvent butyrique (2).

(7) Le dextrose forme des combinaisons avec les acides (glucosides), avec les bases (glucosates) et avec des sels neutres (sels doubles).

### B. — *Lévulose ou sucre de fruits.*

Le lévulose se trouve dans le jus d'un grand nombre de fruits, où il est toujours accompagné de dextrose. Comme ce dernier, il a la composition répondant à la formule  $C^6 H^{12} O^6$ , il réduit fortement la liqueur cuivrique, mais il cristallise beaucoup plus difficilement que le dextrose et il tourne à gauche le plan de la lumière polarisée.

Par l'inversion du sucre de canne on obtient, non-seulement du dextrose, mais aussi du lévulose, comme l'a constaté le premier, *M. Dubrunfaut* (3).

Pour obtenir du lévulose pur, on prépare une dissolution de 10 grammes de sucre inverti dans 100 centimètres cubes d'eau, qu'on refroidit à  $-5^{\circ} C.$  ; on ajoute 6 grammes de chaux vive en poudre impalpable et on agite toute la masse, qui devient compacte, alors que la température monte à  $+2^{\circ} C.$  Il y a formation de lévulosate de chaux insoluble, et du dextrosate de chaux soluble, qu'on sépare par expression à travers une toile fine ; après lavage répété à l'eau froide, on décompose le lévulosate de chaux par une addition

1. Découverte par *Péligot*, Comptes Rendus, XC, p. 918, et étudiée par *Scheibler*, *Cuisinier*, *Liebermann* et *Killiani*.

2. *V. Stammer*, Sucre et non sucre, p. 15.

3. *V. Dubrunfaut*, Annales de physique et de chimie, 3<sup>e</sup> série, XXI, p. 169.

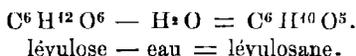
d'acide oxalique en proportion équivalente à la chaux, on filtre, on évapore le liquide jusqu'à la consistance de sirop, on ajoute de l'alcool absolu qui enlève l'eau et les impuretés, on décante plusieurs fois et on abandonne le résidu, d'où cristallise le lévulose en aiguilles très fines (1). On les redissout dans l'alcool et on répète la cristallisation, afin d'obtenir des cristaux bien développés et très purs.

Le lévulose se dissout facilement dans l'eau et dans l'alcool étendu, mais il est insoluble dans l'alcool absolu et dans l'éther. Les solutions de lévulose ont une saveur sucrée plus prononcée que celles du dextrose.

Le pouvoir rotatoire du lévulose, à 15° c, est  $[\alpha]_D = -106^\circ$  ou  $[\alpha]_D = 92^\circ$  à  $93^\circ$ , et il diminue à mesure que la température s'élève. *Jungfleisch* et *Grimbert* (2), en indiquent les valeurs suivantes :

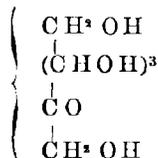
à 0° C	$[\alpha]_D = -101^\circ 22,$
à 5° C	$[\alpha]_D = -98^\circ 42,$
à 10° C	$[\alpha]_D = -95^\circ 62,$
à 14° C	$[\alpha]_D = -93^\circ 33,$
à 20° C	$[\alpha]_D = -90^\circ 02,$

Chauffé à 170° C, le lévulose perd un molécule d'eau et se transforme en lévulosane, selon l'équation.



Le lévulose entre en fermentation avec la levure de bière et ressemble, dans la plupart de ses autres propriétés, au dextrose.

Quant à la formule de structure du lévulose, on la suppose être composée comme suit :



### C. Sucre inverti ou incristallisable.

La composition du sucre inverti est également représentée par la formule  $\text{C}^6\text{H}^{12}\text{O}^6$ . Comme il a été dit plus haut, il est formé par le dextrose et le lé-

1. Selon *Jungfleisch et Lefranc*, *Comptes Rendus*, XCIII, p. 547.
2. *Jungfleisch et Grimbert*, *Comptes Rendus*, etc., séance du 21 janvier 1889.

vulose en parties égales, et il est produit par l'action des acides ou de la levure sur le sucre de canne. Le nom *inverti* provient du fait que ce sucre dévie le rayon polarisé en *sens inverse* que le sucre de canne ; son pouvoir rotatoire spécifique est exprimé par  $[\alpha]_D = - 26.6$  à  $14^\circ \text{C}$ . Ce pouvoir diminue fortement avec la température croissante, de sorte qu'il devient zéro à  $85^\circ$  environ.

Une solution de sucre de canne déviant le rayon polarisé de  $100^\circ$  à droite, tourne, après inversion complète à  $42.4$  à gauche. La présence de l'acétate basique de plomb exerce une influence considérable sur la force de cette déviation.

Le sucre inverti se trouve à l'état naturel, soit seul soit mélangé de sucre de canne, dans le miel et dans beaucoup de fruits, de fleurs et de feuilles. Il forme un sirop incolore, d'une saveur plus agréable que celle du sucre de canne. Il ne change pas son état dans l'obscurité, mais, sous l'influence de la lumière, il s'y forme des cristaux de dextrose. Si donc on veut désigner l'inverti comme *incristallisable*, il n'y aurait pas d'objection ni de contradiction avec la vérité ; nous préférons cependant le nom d'*inverti* qui désigne beaucoup plus clairement la composition et les propriétés du sucre en question (').

Le sucre inverti est très soluble dans l'eau et dans l'alcool.

*Herzfeld* (2) a déterminé les densités des solutions aqueuses de sucre inverti, qu'il a consignées dans la table suivante calculée par la formule ;

$$d = 1 + 0.00362999 p + 0.000030187 p^2 + 0.00000031208 p^3$$

dans laquelle  $p =$  la quantité de sucre inverti.

1. V. *Stammer*, Sucre et non sucre, p. 17.

2. V. *Herzfeld*, Sur le sucre inverti, Bulletin de l'Association des Chimistes, t. V, p. 465.

TABLE VIII

SUCRE INVERTI POUR 100	DENSITÉ	SUCRE INVERTI POUR 100	DENSITÉ	SUCRE INVERTI POUR 100	DENSITÉ
10	1.03901	16.0	1.06453	21.8	1.09024
10.2	1.03984	16.2	1.06540	22.0	1.09114
10.4	1.04067	16.4	1.06627	22.2	1.09204
10.5	1.04109	16.5	1.06671	22.4	1.09294
10.6	1.04150	16.6	1.06715	22.5	1.09339
10.8	1.04233	16.8	1.06802	22.6	1.09384
11.0	1.04316	17.0	1.06889	22.8	1.09474
11.2	1.04401	17.2	1.06978	23.0	1.09566
11.4	1.04484	17.4	1.07066	23.2	1.09656
11.5	1.04527	17.5	1.07109	23.4	1.09747
11.6	1.04569	17.6	1.07154	23.5	1.09792
11.8	1.04653	17.8	1.07242	23.6	1.09838
12.0	1.04737	18.0	1.07330	23.8	1.09928
12.2	1.04821	18.2	1.07418	24.0	1.10019
12.4	1.04906	18.4	1.07507	24.2	1.10110
12.5	1.04949	18.5	1.07551	24.4	1.10201
12.6	1.04991	18.6	1.07596	24.5	1.10246
12.8	1.05076	18.8	1.07684	24.6	1.10292
13.0	1.05160	19.0	1.07772	24.8	1.10382
13.2	1.05246	19.2	1.07861	25.0	1.10474
13.4	1.05331	19.4	1.07950	25.2	1.10565
13.5	1.05374	19.5	1.07995	25.4	1.10656
13.6	1.05416	19.6	1.08040	25.5	1.10702
13.8	1.05502	19.8	1.08128	25.6	1.10747
14.0	1.05588	20.0	1.08218	25.8	1.10839
14.2	1.05672	20.2	1.08307	26.0	1.10930
14.4	1.05759	20.4	1.08396	26.2	1.11021
14.5	1.05802	20.5	1.08441	26.4	1.11113
14.6	1.05845	20.6	1.08486	26.5	1.11158
14.8	1.05931	20.8	1.08575	26.6	1.11204
15.0	1.06018	21.0	1.08665	26.8	1.11295
15.2	1.06105	21.2	1.08755	27.0	1.11387
15.4	1.06192	21.4	1.08845	27.2	1.11478
15.6	1.06279	21.5	1.08889	27.4	1.11570
15.8	1.06366	21.6	1.08934	27.5	1.11616

A l'ébullition prolongée de la solution de l'inverti, celui-ci se décompose la rotation à gauche diminue, passe à droite jusqu'à ce que le sucre soit détruit et la rotation nulle.

Les alcalis dilués décomposent le sucre inverti, la solution cuivrique se réduit, de même que la solution ammoniacale de nitrate d'argent, comme par le dextrose. La levure provoque la fermentation alcoolique, en attaquant d'abord le dextrose, et ensuite le lévulose.

#### D. *Maltose ou sucre de bière.*

Par la germination de grains d'orge (maltage) dans des conditions déterminées, l'amidon se transforme en sucre, sous l'influence d'un ferment particulier, *la diastase*, contenu dans l'orge. Comme ce sucre réduit la liqueur cuivrique et dévie à droite le plan de la lumière polarisée, on l'a confondu, pendant longtemps, avec le dextrose ; mais *Dubrunfaut* a démontré que dans ce cas il se forme un sucre particulier auquel il a donné le nom de *Maltose* et la formule  $C^{12}H^{22}O^{11} + H^2O$ , soit un hydrate de saccharose. Il perd l'eau à 100° C. dans le vide.

Le maltose cristallise en aiguilles très fines, transparentes ou blanches, très solubles dans l'eau et dans l'alcool étendu.

Le pouvoir rotatoire du maltose est très élevé, mais il varie un peu avec les températures ; le sous-acétate de plomb modifie sensiblement la rotation.

La solution de maltose réduit aussi la liqueur cuivrique, mais dans une proportion plus faible que celle de dextrose.

Sous l'influence de la levure, le maltose entre facilement en fermentation alcoolique, ce qui a lieu dans la fabrication de la bière.

Le maltose forme des composés avec les bases, les acides, etc.

#### E. *Lactose ou sucre de lait.*

Le lactose ou sucre de lait,  $C_{12}H_{22}O_{11} + H^2O$ , existe dans le lait des mammifères. Quand on a séparé le beurre du lait, c'est-à-dire quand on a enlevé les globules butyreux et la matière caséuse insoluble qu'il contient, il reste du petit-lait, qui n'est autre chose qu'une solution de caséine, de sels divers et de lactose. Pour isoler le lactose, on ajoute au petit-lait quelques gouttes d'acide sulfurique dilué ; la caséine se trouve précipitée. Le liquide restant est concentré, puis abandonné à lui-même, et l'on obtient une cristallisation de lactose impur qu'on purifie par de nouvelles cristallisations entremêlées de traitements par le noir animal.

Le lactose cristallise en prismes rhomboïdaux droits, blancs ou incolores,

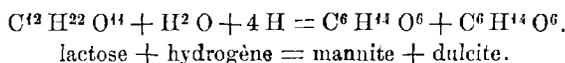
durs et craquant sous la dent, d'une saveur faiblement sucrée. Dextrogyre, il a pour pouvoir rotatoire :  $[\alpha]_D = 52^{\circ},53$ . Quand on opère sur des dissolutions fraîchement préparées, le pouvoir rotatoire est double (birotation).

Les acides étendus, transforment le lactose, ou sucre de lait, en galactose, ou glucose lactique, et en dextrose, et modifient naturellement le pouvoir rotatoire.

Le lactose perd son eau de cristallisation à  $+ 150^{\circ}$  C. Il se dissout dans cinq à six fois de son poids d'eau froide et dans deux à trois fois de son poids d'eau bouillante. Il est soluble dans l'acide acétique et insoluble dans l'alcool et dans l'éther.

Traité par la levure de bière, le lactose fermente moins facilement que le glucose ordinaire. Outre la fermentation alcoolique, il est susceptible d'éprouver les fermentations lactique et butyrique.

Mis en présence de l'amalgame de sodium, c'est-à-dire de l'hydrogène naissant, le lactose se transforme en un mélange de dulcite et de mannite associés à équivalents égaux.



Le lactose réduit la liqueur cupro-potassique, mais exerce sur ce réactif une action moins énergique que celle du glucose ordinaire. L'acide azotique l'oxyde à la température de l'ébullition avec formation d'acides mucique  $\text{C}^6\text{H}^{10}\text{O}^8$ , saccharique  $\text{C}^6\text{H}^{10}\text{O}^8$ , tartrique  $\text{C}^4\text{H}^6\text{O}^6$ , oxalique  $\text{C}^2\text{H}^2\text{O}^4$ , etc.

Avec les bases énergiques le lactose forme des composés facilement altérables. Avec les acides il donne des lactosides correspondant aux saccharosides.

---

#### IV

### Divers sucres plus ou moins étudiés.

Outre les principaux sucres étudiés dans les deux chapitres précédents, on connaît encore toute une série de corps cristallins ayant les propriétés et la saveur des sucres. Nous allons les passer en revue aussi brièvement que possible, ces sucres n'étant contenus que très rarement dans les produits industriels.

A. — Groupe de saccharoses.

Outre le sucre de canne, le lactose et le maltose, on connaît encore trois autres sucres ayant la composition des saccharoses, c'est-à-dire la formule  $C^{12}H^{22}O^{14}$ .

(1) Le *tréhalose* ou *mycose*,  $C^{12}H^{22}O^{14} + H^2O$ , se rencontre dans le seigle ergoté (selon *Wiggers* et *Mitscherlich* (1), dans certains champignons (selon *Muntz*) et dans l'espèce particulière de manne qu'on appelle *manna tréhalade de Syrie* (*Berthelot*) (2). Il cristallise en octaèdres rectangulaires, brillants et durs, craquant sous la dent et d'une saveur fortement sucrée. Il est soluble dans l'eau et dans l'alcool bouillant, et presque insoluble dans l'alcool froid. Il perd son eau de cristallisation à la température de 100° C.

Son pouvoir rotatoire est  $[\alpha]_D = 197^{\circ}28$  ; il ne réduit pas la liqueur cuivrique. Les acides le transforment très lentement (après cinq heures) en dextrose.

(2) Le *mélizitose*,  $C^{12}H^{22}O^{14} + H^2O$ , extrait par *Berthelot* (3) de la *manne de Briançon*, cristallise en petits prismes clinorhombiques, durs et brillants, d'une saveur faiblement sucrée, solubles dans l'eau et moins facilement dans l'alcool. Son pouvoir rotatoire est  $[\alpha]_D = 88^{\circ}85$ , il ne fermente pas facilement, et ne réduit pas la liqueur Fehling. Les acides le transforment en dextrose.

(3) Le *cyclamose*,  $C^{12}H^{22}O^{14}$  ; sucre peu étudié, extrait de *cyclamen europeum* (4). Il est lévogyre,  $[\alpha]_D = -11^{\circ}40$ , et après traitement par les acides, sa rotation est augmentée dans le même sens,  $[\alpha]_D = -66^{\circ}54$ .

B. — Groupe des glucoses.

Les sucres ayant la composition  $C^6H^{12}O^6$  sont :

(1) Le *galactose* ou *glucose lactique*,  $C^6H^{12}O^6$ , est obtenu, avec du dextrose, par l'action des acides sur le lactose, et par l'hydrolyse de toute une série de matières. D'une solution chaude, il cristallise plus facilement que le dextrose, se dissout facilement dans l'eau, mais très peu dans l'alcool. Il est dextrogyre, son pouvoir rotatoire est

1. V. *Journal für praktische chemie*, t. LXXIII, p. 70.

2. *Annales de chimie et de physique* 3<sup>e</sup> série, LV, p. 272.

3. » » » XLVI, p. 85.

4. V. *Michaud*, *Bulletin de la Société chimique de Paris*, 2<sup>e</sup> ei. XLsér VI, p. 305.

$$[\alpha]^D = 83883 + 0.0785 P - 0.209 t \text{ (voir chapitre VII).}$$

il varie donc avec les concentrations et les températures ; après la dissolution, il possède la propriété de birotation. Dans toutes ses autres propriétés, le *galactose* ressemble au dextrose.

(2) *L'eucalyne*,  $C^6H^{12}O^6 + H^2O$ , s'obtient en faisant fermenter le méli-tose,  $C^{12}H^{22}O^{11}$ , qui est, selon *Berthelot* (1), un mélange d'eucalyne et de raffinose. L'eucalyne est une masse siropeuse, d'une saveur faiblement sucrée, d'un pouvoir rotatoire dextrogyre,  $[\alpha]_j = 65^{\circ}0$ , réduisant la liqueur cui-vrique, mais non fermentescible ; l'acide nitrique la transforme en acide oxalique.

(3) Le *sorbose* (ou *sorbine*),  $C^6H^{12}O^6$ , extrait par *Pelouze* (2) du jus fermenté des baies de sorbier, *sorbus aucuparia*. Il n'y existe pas naturel-lement, mais s'y développe par destruction de l'acide malique  $C^4H^6O^3$  que contenait ce jus frais.

Il est incolore, d'une saveur franchement sucrée, et cristallise en beaux prismes orthorhombiques, transparents et durs, craquant sous la dent. Il est très soluble dans l'eau et peu soluble dans l'alcool. Son pouvoir rotatoire, lé-vogyre, est  $[\alpha]_j = -46^{\circ}9$ . Non fermentescible, il réduit à chaud le tartrate cupro-potassique. Les alcalis bouillants le détruisent, l'acétate de plomb ammoniacal le précipite et il forme avec les acides une série de combinaisons correspondant aux glucosides.

(4) *L'inosite*,  $C^6H^{12}O^6 + H^2O$ , se trouve dans la chair musculaire, le pou-mon, le rein, le foie, la rate, le pancréas et le cerveau des grands mammi-fères, tels que l'homme et le bœuf ; on le rencontre également dans certaines urines pathologiques.

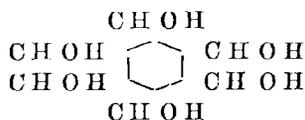
On aurait aussi rencontré l'inosite, ou du moins un corps isomère et lui ressemblant de bien près, dans les haricots verts, les pois, les lentilles, la partie aérienne des pommes de terre, et dans beaucoup d'autres végétaux.

L'inosite est un peu soluble dans l'eau, faiblement dans l'alcool étendu et insoluble dans l'éther et l'alcool absolu. Il cristallise en prismes rhomboïdaux efflorescents ; sa saveur est franchement sucrée. Il n'a pas de pouvoir rota-toire, n'est pas fermentescible, ne réduit pas le tartrate cupro-potassique, et ne s'altère pas lorsqu'on le chauffe, à des températures ne dépassant pas  $+100^{\circ} C.$ , avec des alcalis ou des acides étendus. Avec l'acide nitrique

1. V. *Berthelot*, Comptes Rendus CIII, p. 533.  
2. V. *Pelouze*, » » XXXIV, p. 377.

concentré il donne l'*inosite hexanitrique*,  $C^6H^5(AzO^3)^6$ , corps explosif, et *trinitroïnosite*,  $C^6H^5(AzO^3)^3$ .

*Maquenne* (1) a extrait l'inosite des feuilles des noix; il a étudié sa formule de structure qu'il a trouvée :



et il l'a classé dans le groupe de mannites, malgré sa formule de glucose. Ce savant a constaté que l'inosite forme des composés aromatiques, et qu'il possède encore quelques autres réactions très intéressantes.

(5) Le *dambosse* ou *sucré de caoutchouc*,  $C^8H^{12}O^8$ , extrait de la dambonite par *Aimé Girard* (2); il est identique avec l'inosite, comme l'a démontré *Maquenne* (3).

### C. — Groupe de mannites.

Les sucres de ce groupe renferment un excès d'hydrogène sur l'oxygène, par rapport à la composition de l'eau.

(1) La *mannite* ou *sucré de manne*,  $C^6H^{14}O^6$ , est un alcool hexatomique (4). Elle existe toute formée dans la racine de grenadier, dans l'écorce de certains frênes de la famille des jasminées, et principalement dans celle du *Fraxinus ornus* et du *Fraxinus rotundifolia*, dans les feuilles d'olivier, dans les graines du *Laurus persea*, dans le céleri ordinaire et le céleri-rave, dans le seigle ergoté et dans la racine de chiendent. Quelques champignons, tels que le *cantharellus esculentus* et le *clavallaria coralloïdes*, ainsi que certaines algues, parmi lesquelles la *laminaria saccharinta*, en renferment également. On en trouve aussi dans la cannelle blanche, dans le cidre et dans les fruits frais du *cactus opuntia*.

Elle prend naissance dans les fermentations visqueuses des sucres, par hydrogénation des glucoses; c'est ainsi qu'on la rencontre dans les jus fer-

1. V. *Maquenne*, Bulletin de la Société chimique de Paris, 2<sup>e</sup> série, XLVII p. 291.

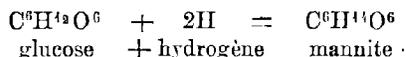
2. V. *Aimé Girard*, Comptes Rendus, LXVII, p. 820,

3. *Maquenne*, Bulletin de la Société chimique de Paris, II, t. XLVIII, p. 58 et 162.

4. V. *Pellet et Sencier*, La fabrication du sucre, p. 38.

m entés de betteraves, d'oignons, de carottes et dans les miels altérés; *Frémy* l'a constaté dans la fabrication de glucose ordinaire.

En traitant du glucose (dextrose ou lévulose) avec l'amalgame de sodium, on obtient la mannite suivant l'équation :



La mannite cristallise en prismes rhomboïdaux droits très déliés et brillants. Elle est soluble dans l'eau et très peu dans l'alcool; la solution a un goût faiblement sucré, elle est sans action sur la lumière polarisée, ni sur la liqueur cuivrique.

Mélangée avec de la craie et une matière azotée tels que le fromage blanc, l'albumine, etc., la mannite subit la fermentation alcoolique, avec dégagement d'hydrogène (1) et d'acide carbonique, selon l'équation

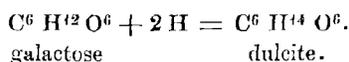


En même temps que l'alcool il se forme de petites quantités d'acide lactique, d'acide butyrique et d'acide acétique. Dans ces conditions, la mannite donne de 13 à 33 % de son poids d'alcool.

Laissée longtemps en contact avec les tissus du testicule, la mannite se transforme partiellement, à la longue, en un glucose particulier, fermentescible et déviant à gauche le plan de polarisation.

Par déshydratation la mannite fournit une série de dérivés dont nous citerons seulement la *mannitane*  $\text{C}^6\text{H}^{12}\text{O}^5$ . Avec les acides, la mannite, en sa qualité d'alcool hexatomique, donne des éthers composés et des dérivés mannitaniques qui sont en quelque sorte les anhydrides de ces éthers. Avec les alcools, elle forme des éthers mixtes. Elle fournit également des combinaisons ammoniacales, des combinaisons obtenues par réduction et d'autres corps produits par oxydation. Enfin, elle se combine à la plupart des bases, aux acides, etc.

(2) La *dulcite*, isomère de la mannite, a pour formule  $\text{C}^6\text{H}^{14}\text{O}^6$ . On la rencontre dans certains végétaux et notamment le *melapyrum nemorosum* et le fusain. On l'obtient en hydrogénant le galactose (ou glucose lactique) au moyen de l'amalgame de sodium :



1. V. *Berthelot*, *Annales de chimie et de physique*, t. L, p. 334.

La dulcité cristallise en prismes rhomboïdaux obliques, assez volumineux, durs et brillants. Elle a une saveur douce et ne possède pas de pouvoir rotatoire. Assez soluble dans l'eau, elle est très peu soluble dans l'alcool bouillant. Elle fond à 182° C., se change en dulcitane (C<sup>6</sup>H<sup>12</sup>O<sup>5</sup>) à + 200° C., et se détruit vers 300° C.

Comme la mannite, la dulcité forme des composés avec les bases, etc.

(3) *L'isodulcité*, C<sup>6</sup>H<sup>14</sup>O<sup>6</sup> + H<sup>2</sup>O, est extraite de *quercitrine* et de *xanthoramnine* par l'hydrolyse au moyen de l'acide sulfurique étendu; elle cristallise très bien, elle est soluble dans l'eau, et possède un goût sucré. La solution réduit la liqueur cuivrique, à peu près comme le dextrose, auquel elle ressemble un peu. Elle est dextrogyre  $[\alpha]_D = 8^{\circ}1$  à  $9^{\circ}4$ .

(4) La *pinite*, C<sup>6</sup>H<sup>12</sup>O<sup>5</sup>, a été trouvée dans les sécrétions du *pinus lambertiana*. Elle cristallise en mamelons hémisphériques radiés et très durs, de densité 1.52 et d'une saveur franchement sucrée. Très soluble dans l'eau, et peu soluble dans l'alcool, elle est dextrogyre et possède un pouvoir rotatoire  $[\alpha]_D = 58^{\circ}6$  non modifiable par les acides étendus. Elle ne fermente pas et n'a aucune action sur la liqueur cupro-potassique.

(5) La *quercite*, C<sup>6</sup>H<sup>12</sup>O<sup>5</sup>, existe dans les glands de chêne. Elle cristallise en prismes rhomboïdaux obliques, très durs, d'une saveur faiblement sucrée. Elle est soluble dans l'eau, presque insoluble dans l'alcool absolu. Elle est dextrogyre et son pouvoir rotatoire est égal à  $[[\alpha]_D = 24^{\circ}27$ . Non fermentescible, elle n'exerce aucune action sur la liqueur cuivrique.

#### D. — Quelques matières doués d'un pouvoir rotatoire très élevé.

(1) *Raffinose*, C<sup>18</sup>H<sup>32</sup>O<sup>16</sup> + 5H<sup>2</sup>O, extrait par *Loiseau* (1) de mélasses de raffinerie, par *Berthelot* (2) — de la manne d'Australie et par *Béhm* et *Ritthausen* (3) — de tourteaux des graines du cotonnier. Il se trouve aussi dans le jus de betteraves et dans certains produits de la fabrication du sucre, notamment dans les sucres et sirops provenant du travail de mélasses. Il cristallise en aiguilles allongées, blanches et transparentes, s'agglomérant souvent en boule. Chauffé modérément et graduellement jusqu'à 100° C., le raffinose perd son eau de cristallisation; mais en chauffant brusquement, à une température élevée, les cristaux se fondent dans l'eau de cristallisation et alors

1. *Loiseau*, Comptes-Rendus, t. LXXXII, p. 1058.

2. *Berthelot*, Comptes-Rendus, t. CIII, p. 533.

3. *V. Journal für praktische chemie*, II, t. XXX, p. 37.

celle-ci n'est plus facile à éliminer. Il est très soluble dans l'eau et dans l'alcool méthylique, peu soluble dans l'alcool éthylique absolu et froid et insoluble dans l'éther.

Le raffinose est dextrogyre et son pouvoir rotatoire spécifique est de  $[\alpha]_D = 105^\circ$  ; il n'attaque pas la liqueur cuivrique.

Théoriquement, le raffinose est composé de dextrose, lévulose et galactose. Par l'inversion avec de l'acide chlorhydrique on le décompose partiellement ; le lévulose se trouve séparé, alors que les deux autres sucres tiennent, pour ainsi dire, ensemble ; dans ce cas, la solution de raffinose inversi est encore dextrogyre, mais son pouvoir rotatoire est alors tombé à  $[\alpha]_D = 53^\circ$  et il diminue avec l'augmentation de la température. Cette solution réduit la liqueur Fehling ; *Tollens* et *Beythien* ont trouvé que 1 centimètre cube de liqueur Fehling est réduit par 0 gr. 0077 de raffinose inversi.

Sous l'action de la levure, le raffinose fermente très rapidement, mais cette fermentation n'est complète qu'en présence d'une levure de bière issue de la *fermentation basse*, tandis qu'avec la levure de brasseries travaillant avec la *fermentation haute*, il n'y a qu'un tiers de raffinose transformé en alcool et acide carbonique, et il y reste une substance particulière qui résiste à la fermentation et qui agit sur la liqueur Fehling dans la proportion de dextrose correspondant à la moitié du raffinose mis en fermentation. Ces faits, observés par *Berthelot* et par *Loiseau* (1), jettent un rayon de lumière sur la constitution chimique de ce corps intéressant. En effet, on voit dans la fermentation incomplète, comme dans l'inversion faible à l'acide chlorhydrique, la séparation du *levulose*, alors qu'il y reste un sucre dextrogyre composé de *dextrose et galachose*, le raffinose étant combiné de ces trois sucres.

Avec les alcalins et les alcalis terreux, le raffinose forme des combinaisons chimiques (raffinates) qui offrent quelques analogies avec les sucrates, ce qui explique la présence de raffinose dans les produits de sucraterie. Toutefois, la formation des raffinates diffère sensiblement de celle des sucrates, et MM. *Tollens et Beythien* en ont rendu compte dans une très intéressante étude qu'ils viennent de publier tous récemment (2). Ces savants ont constaté que le raffinose forme bien plus difficilement que le sucre de canne ses combinaisons avec les alcalis-terreux et dont celles de baryte ne sont point insolubles. Avec la strontiane à froid, le raffinose n'entre pas en combinai-

1. V. journal des fabricants de sucre du 30 octobre 1889.

2. V. *Tollens et Beythien*, Liebigs Annalen der chemie, t. 255, p. 195-213.

son monobasique et c'est ainsi que le sucrate monobasique de strontiane ( $C^{12}H^{22}O^{11} + SrO + 5 H^2O$ ), obtenu industriellement des mélasses de sucrerie, est exempt de raffinose. Ce fait, constaté par Scheibler en 1882, a servi à ce savant pour extraire le raffinose de mélasse de sucraterie et le Dr. v. Lippmann s'en est servi pour extraire le raffinose du jus de betteraves.

Pour obtenir des raffinates, il faut chauffer pendant plusieurs heures la solution de raffinose additionnée de l'alcalin ou de l'alcali-terreux ; on obtient ainsi des composés cristallins dont ceux des alcalis-terreux sont insolubles. Tellens et Beythien ont préparé et étudié les raffinates suivants :

1. Bi-raffinate de strontiane...  $C^{18}H^{32}O^{16} + 2 SrO + H^2O$ ,
2. Tri-raffinate de chaux...  $C^{18}H^{32}O^{16} + 3 CaO + 2 H^2O$ ,
3. Tri-raffinate de plomb...  $C^{18}H^{32}O^{16} + 3 PbO$ ,
4. Monorraffinate de sodium...  $C^{18}H^{32}O^{16} + Na$ ,
5. Biraffinate de sodium...  $C^{18}H^{32}O^{16} + Na + NaOH$ .

Les raffinates de strontiane et de chaux peuvent être obtenues à l'état anhydride, en les chauffant à 100° C. avec précaution.

L'addition de l'alcool et du sous-acétate de plomb à une solution de raffinose y provoque un précipité volumineux et on peut séparer ainsi la moindre trace de raffinose, à condition que la solution ne renfermât pas de sucre de canne, dont la présence empêche totalement la précipitation du plomb (1).

Chauffé avec de l'acide azotique, le raffinose se transforme en acide mucique (22 à 23 %).

Nous verrons plus loin quels sont les moyens pratiques employés pour le dosage du raffinose en présence du sucre de canne.

*Nota.* — Nous n'avons pas indiqué les raffinates de baryte, ces combinaisons n'étant pas encore suffisamment étudiées. D'ailleurs, ces raffinates n'offrent pas grand intérêt au point de vue pratique, car on n'obtient pas de précipité en chauffant une solution sucrée avec l'addition de baryte, même lorsqu'on continue le chauffage pendant plusieurs jours.

(2) *Mélitose*, extrait par Berthelot de la manne d'Australie ; il cristallise en aiguilles très fines et entrelacées, qu'on ne peut distinguer que sous le microscope.

Selon les derniers travaux de Berthelot, le mélitose est un composé de *raffinose* et d'*eucllyne* ; on l'obtient par extraction alcoolique, en première

1. V. Tollens, Sur la précipitation du raffinose par l'alcool et le sous acétate de plomb (*Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie*, 1889, p. 748-753).

crystallisation ; en dissolvant les cristaux pour les faire cristalliser de nouveau, le méltose se décompose et on n'obtient que du raffinose, l'*eucalyne* restant dans les eaux mères.

(3) *Arabinose*,  $C^5H^{10}O^5$ , extrait par *Scheibler* de l'acide métapectique et de la gomme arabique, en les traitant avec de l'acide sulfurique. Il cristallise en beaux prismes solubles dans l'eau, et insolubles dans l'alcool, Il est fort dextrogyre,  $[\alpha]_D = 105$  à  $105^\circ$  ; il possède toutes les propriétés du dextrose mais il ne fermente pas sous l'action de la levure.

(4) *Dextran*,  $C^6H^{10}O^5$ , extrait par *Scheibler* de la gomme de betterave, etc. Il se forme également dans les fermentations lactiques. Il ne cristallise pas, et l'alcool le précipite en masse amorphe ; il n'attaque pas la liqueur cuivrique, mais il est fort dextrogyre,  $[\alpha]_D = 200^\circ$  d'après *Scheibler*, et  $= 223^\circ$  d'après *Bunge*.

Les acides le transforment en dextrose.

(5) *Saccharine*  $C^6H^{10}O^5$  et *acide saccharinique*  $C^6H^{12}O^6$ , découverts par *Péligot* (1) et étudiés par lui et par *Scheibler* (2). La saccharine est obtenue en traitant les glucoses par la chaux, filtrant et décomposant le sel de chaux par l'acide oxalique. L'acide saccharinique n'existe qu'en solution ou à l'état de sels, et devient anhydride aussitôt qu'il est soumis à la cristallisation.

La saccharine cristallise en prismes rhomboïdaux, solubles dans l'eau, inattaquables par les acides et sans action sur la liqueur cuivrique. La solution aqueuse possède un goût amer et salé.

La saccharine est dextrogyre,  $[\alpha]_D = 93^{\circ},5$ , elle n'est pas fermentescible.

L'acide saccharinique forme avec les différentes bases des sels qui cristallisent fort bien et qui sont tous lévogyres.

*Nota.* — Il ne faut pas confondre la *saccharine de Péligot* avec une certaine matière azotée, douée d'une saveur très sucrée, qu'on a introduit récemment dans le commerce sous le nom de *saccharine de Fahlberg*.

Cette matière, contenant du *souffre* et de l'*azote*, et un dérivé de la benzine et n'a aucune des propriétés caractéristiques des sucres.

1. *Péligot*, Comptes Rendus, t. XXXIX, p. 918.

2. *Scheibler*, Neue Zeitschrift, t. v. p. 261.

## Revue des matières organiques et minérales renfermées dans la betterave à sucre.

### A. — *Considérations générales.*

La chair de la betterave à sucre est formée d'un tissu organique, composé d'innombrables cellules de formes diverses, renfermant le jus sucré.

En coupant transversalement une betterave, on observe un certain nombre de zones (1) concentriques de vaisseaux, et plus la betterave est riche en sucre, plus les distances entre ces zones sont égales entre elles, et le tissu utriculaire intermédiaire peu volumineux ; le pivot central est fibreux, très dur et très accentué ; il est formé par une agglomération de petits filets réunis en faisceaux et qui mettent en relation avec chaque feuille les radicules extrêmes et les plus profondes de la racine, afin de faire remonter du fond de la terre les suc nutritifs et de faire descendre jusqu'aux vaisseaux saccharifères, pour y emmagasiner le sucre formé dans les feuilles sous l'influence de la lumière (\*).

Il y a donc deux tissus distincts, l'un cellulaire, servant de voies de transport pour la nourriture de la plante et favorisant ainsi sa végétation ; l'autre saccharifère, servant simplement comme vase pour enfermer le sucre formé et l'excès de nourriture reçu par la plante ; on pourra encore y ajouter un troisième tissu, celui qui forme la peau extérieure de la betterave, qui est beaucoup plus serré que les autres et qui contient quelquefois des matières colorantes.

Pour la fabrication du sucre, c'est le tissu saccharifère, appelé souvent *parenchyme*, qui présente l'intérêt principal, car il présente dans ses nombreuses cellules un jus très riche en sucre et pauvre en matières minérales. Ces principes ne sont point distribués uniformément dans toute la racine ; tandis que les principes minéraux, très peu répandus dans la pointe de la

1. Selon Vivien, ces zones sont toujours au nombre de sept. V. son *Traité complet de la fabrication du sucre*, t. I, p. 141.

2. Il en résulte des très remarquables travaux de M. Aimé Girard, confirmant l'opinion émise par M. Péligot, en 1839, que les limbes de betteraves jouent le rôle de laboratoire où le sucre est formé pendant le jour, et d'où il est transporté, à travers les pétioles, jusqu'à la souche et il s'emmagasine peu à peu dans les vaisseaux saccharifères. (V. *Comptes-Rendus*, 21 et 28 juin 1886).

racine augmentent proportionnellement vers la tête, le sucre suit une direction inverse et très peu abondant sous les feuilles, il va en augmentant progressivement vers la pointe de la racine, où il atteint les proportions maxima (\*).

Les vaisseaux saccharifères sont fermés extérieurement par une membrane solide et très élastique, jouant le rôle d'un parchemin pour l'entrée par voie osmotique du jus sucré ; l'intérieur des cellules est tapissé d'une couche mince d'une masse gélatineuse qu'on désigne sous le nom de *protoplasma*. Les vaisseaux saccharifères, ayant des formes bizarres, se touchent à leurs surfaces extérieures, en formant un tissu très serré, mais en laissant aussi des petites lacunes ; ces espaces sont remplies d'air, de gaz carbonique et d'azote. Les cellules sont liées solidement ensemble, dans tous les points de contact, au moyen d'une substance particulière qu'on appelle *matière intercellulaire*.

#### B. --- *Matières insolubles.*

Lorsqu'on réduit une betterave, au moyen d'une bonne râpe, en râpure fine et qu'on traite ensuite celle-ci par l'eau distillée, on obtient un extrait aqueux de toutes les matières solubles, et il en reste une pulpe épuisée, insoluble, composée principalement des différents tissus organiques de la racine, de la membrane cellulaire avec plus ou moins de protoplasma et de matières intercellulaires ; on désigne sous le nom de marc l'ensemble de ces matières insolubles dans l'eau. L'extrait aqueux représentera en quelque sorte un jus normal renfermé dans les cellules saccharifères de la racine.

La quantité de ces matières insolubles pour 100 parties de betteraves ne varie que dans des limites fort étroites, entre 4 et 5 %, ce qui résulte de très nombreuses déterminations faites par MM. *Stammer*, *Holtrung*, *Pagnoul*, *Petermann* et d'autres, qui se sont servi de deux méthodes différentes pour doser les quantités de marc et de jus ; nous reviendrons sur ce sujet dans le chapitre XVI.

Quelques chimistes ayant cependant émis l'opinion que les betteraves

1. Selon les observations de M. *Violette* (voir Comptes Rendus du 19 octobre 1874) qui a remarqué de plus que, si le tissu saccharifère et le tissu cellulaire sont à peu près également riche en jus sucré, ce dernier tissu contient des sels minéraux en énorme quantité.

Ces observations de l'éminent savant français n'ont pas été confirmées par les recherches de certains savants étrangers, et notamment par celles de M. *Mareck*.

riches en sucre sont pauvres en jus et, par conséquent, riches en matières insolubles, de sorte qu'il existe, selon eux, des betteraves n'ayant que 88 % de jus (1), M. le Dr E. de Lippmann s'est donné la peine de vérifier ces dosages en opérant sur des betteraves plus ou moins anormales (2).

Comme MM. Stammer et Hollrung, il a dosé la quantité des matières insolubles pour 100 de betteraves, en épuisant la râpüre avec de l'eau chaude, en chassant celle-ci par l'alcool et l'éther et en desséchant le résidu, d'abord entre 80 et 90° C., ensuite à 100° C., jusqu'à la constance du poids.

Voici les résultats obtenus, exprimés en tant pour 100 de matières insolubles :

	p. 100
Betteraves fanées (4 essais).....	4.16 à 5.00
» très fanées (6 essais).....	3.66 à 4.66
» montées en graines (9 essais) 4.03 à 5.31	
» très ligneuses (1 essai).....	à 4.17
» 5 semaines sans pluie (6 essais) 3.92 à 5.02	
» à très grand collet (6 essais). 4.09 à 5.06	
» semées tardivement (4 essais) 4.29 à 4.84	
» non encore mûres (2 essais). 4.25 à 7.70	
Très grosses betteraves, le collet (4 essais) 4.12 à 4.62	
« » le restant (4 essais) 4.22 à 4.60	

Une betterave normale, fraîche, contenait 4,02 % d'insolubles ; après 4 jours, 4,22 % : après 6 jours, 4,52 % et après 8 jours, 5,18 %.

Ces chiffres démontrent de la manière la plus évidente, que la quantité de matières insolubles contenues dans les betteraves ne dépasse guère le chiffre de 5 %.

La quantité de jus normal renfermé dans les cellules de la betterave sera donc d'environ 95 % ; car outre le marc insoluble et le jus, la betterave ne renferme qu'un poids insignifiant de gaz remplissant les espaces intercellulaires (3).

Le marc insoluble et les substances solides en dissolution dans le jus forment ensemble la totalité de matières sèches de la betterave, dont la propor-

1. La cause d'erreur de cette hypothèse consiste dans les conclusions tirées des analyses comparatives faites sur la betterave elle-même en même temps que sur le jus qu'on en a extrait par expression de la râpüre.

2. Voir Sucrierie Indigène, t. XXIX, p.31.

3. Comme poids, les gaz renfermés dans les betteraves sont insignifiants, mais leur volume est quelquefois notable; il faut en tenir compte dans les constatations de la densité d'une betterave pour en tirer quelque conclusion sur la densité du jus qu'elle renferme.

tion est très variable, de 15 à 23 % du poids de la betterave ; le reste de 77 à 85 %, représente l'eau renfermée dans les cellules et tenant en dissolution les différentes matières organiques et minérales, dont le sucre représente la majeure partie.

L'insolubilité du marc n'est que relative, certaines matières qui y sont contenues ayant la propriété de se gonfler dans l'eau pour se transformer dans un état gélatineux et se dissoudre plus ou moins. La matière intercellulaire se transforme en acides pectique et métapectique ; le protoplasme donne naissance à une matière gommeuse dont *Scheibler* a extrait une matière sucrée désignée sous le nom de *dextran* et dont nous avons parlé dans le chapitre précédent.

### C. — *Matières solubles.*

La principale matière dissoute dans le jus de la betterave est le *saccharose* ou *sucre cristallisable*, dont la proportion très variable détermine la valeur industrielle de la plante ; le sucre seul a une valeur réelle pour le fabricant, alors que les matières non sucrées renfermées dans le jus sont, au point de vue industriel, plutôt nuisibles qu'utiles.

Nous n'avons plus à revenir sur les propriétés du saccharose, ni sur sa formation dans la souche de la racine. Remarquons seulement que le saccharose est à peu près la seule matière sucrée qui existe dans le jus de betterave, lorsque celle-ci se trouve à l'état normal ; il n'y a aucun sucre réducteur, quoique les feuilles de la plante en renferment souvent (1). Seules les betteraves altérées contiennent souvent du sucre inverti, résultant de la transformation partielle du sucre cristallisable.

Le jus de betteraves renferme quelquefois, en petite quantité, du *raffinose* ( $C^{18}H^{32}O^{16} + 5H^2O$ ), comme l'a démontré le D<sup>r</sup> E. de Lippmann (2). Cette matière accompagne le sucre cristallisable dans les produits de fabrication, et comme elle cristallise plus difficilement que celui-ci, elle s'accumule dans les mélasses. C'est ainsi qu'on en trouve principalement dans les produits de sucraterie et dans les sucres osmosés, où elle se manifeste par la cristallisation particulière du sucre obtenu, dont les cristaux sont de forme aplatie et prolongés en aiguilles ; ces cristaux ne diffèrent cependant de ceux du sucre pur, ni par le goût, ni par leur composition chimique.

1. V. dans le *Journal des fabricants de sucre* du 6 février 1884, les très belles recherches de M. Aimé Girard sur la Saccharogenie dans la betterave.

2. *Journal des fabricants de sucre*, 1885, n° 51.

D. — *Non-sucre*

Les matières non sucrées contenues dans le jus de betteraves peuvent être divisées en trois classes :

- (a) Matières minérales ;
- (b) Matières organiques azotées ;
- (c) Matières organiques exemptes d'azote.

(a) Les *matières minérales* sont de deux natures différentes : des sels minéraux incombustibles et des sels organiques à bases minérales se transformant, par la combustion, en carbonates alcalins.

Les bases minérales sont : potassium, sodium, rubidium, vanadium (1), calcium, magnésium, fer et manganèse ; elles sont combinées avec le chlore et les acides sulfurique, nitrique, phosphorique et silicique. Les mêmes bases se trouvent aussi en combinaison avec les acides organiques suivants : oxalique ( $C^2H^2O^4 + 2H^2O$ ), formique ( $CH^2O^2$ ), citrique ( $C^6H^8O^7$ ), malonique ( $C^3H^4O^4$ ), succinique ( $C^4H^6O^4$ ), aconitique ( $C^8H^6O^6$ ), tricarballique ( $C^6H^8O^6$ ), oxycitrique ( $C^8H^8O^8$ ), malique ( $C^4H^6O^5$ ) et tartrique ( $C^4H^6O^6$ ) (2).

Dans les mélasses de betteraves on a constaté la présence de l'acide glutamique ( $C^5H^9AzO^4$ ) et l'acide aspartique ( $C^4H^7AzO^4$ ) ; tous les deux dérivant probablement des amides correspondants qui sont contenus dans la betterave.

Les acides organiques contenus dans les betteraves, appartiennent tous à la série des matières grasses ; nous n'avons donc pas besoin d'en donner les propriétés chimiques et physiques, dont on trouvera la description dans tous les traités de chimie organique.

La plupart de ces acides formant des combinaisons insolubles avec la chaux, on les élimine industriellement par la défécation et la carbonatation du jus sucré ; il en reste seulement des traces, ces combinaisons se dissolvant un peu dans une solution sucrée.

Au point de vue analytique, la présence dans la betterave de ces acides organiques, n'influence pas sensiblement le dosage du sucre par voie optique. En effet, la plupart des acides optiquement actifs sont précipités par le sous-

1. Selon M. *Wachtel*, voir *Revue universelle des progrès de la fabrication du sucre*, par F. *Sacchs*, 1<sup>re</sup> année, p. 529.

2. Les derniers 8 acides ont été constatés par le Dr E. v. *Lippmann*. Voir *Deutsche Zuckerindustrie VIII*, p. 403, et *Neue Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie XIV*, p. 31.

acétate de plomb (tartrates, succinates etc.), ou par l'alcool (acide malique et ses combinaisons), ou bien par les deux réactifs ensemble (acide aspartique etc.).

(b) *Matières organiques azotées.* Comme toutes les plantes végétales, la betterave renferme des quantités variables de *matières protéiques* (albumine) et plasmatiques (protagone) qui s'y trouvent en partie en dissolution dans le jus sucré, alors qu'une autre partie est renfermée dans le protoplasma qui se transforme en combinaisons solubles par le contact avec l'eau chaude et la présence d'un alcali. En fabrication, ces matières azotées subissent des décompositions ou des modifications (1) par l'action de la chaux vive, ce qui donne naissance à une notable quantité d'ammoniaque pendant la carbonatation et l'évaporation. Une partie de ces matières, restant intacte, accompagne le sucre dans toutes les phases de la fabrication et se caractérise par sa propriété mélassigène, en empêchant la cristallisation du sucre.

Les matières albumineuses sont optiquement lévogyres; le sous-acétate de plomb ou l'alcool les précipite en majeure partie, de sorte qu'il n'y a pas à craindre leur action sur la lumière polarisée dans les essais de betteraves.

Outre ces matières, la betterave renferme une série de bases organiques dont voici les principales :

1. La *bétaïne* ou (*triméthylglycocolé*),  $C^3H^{11}AzO^2 + H^2O$ , un alcaloïde, extrait par *Scheibler* (en 1866) (2) du jus de betteraves et de mélasses. On l'obtient de la manière suivante: Le jus de betteraves est défécqué avec du sous-acétate de plomb filtré, l'excès de plomb est enlevé par addition d'acide sulfurique et filtré de nouveau; le liquide filtré est additionné d'une solution daqueuse très concentrée de phospho-tungstate de soude ( $P^2Tu^6O^{31}Na^5H^{11} + 13H^2O$ ), et on abandonne le tout pendant quelques jours; durant ce temps les parois et le fond du vase contenant le liquide se recouvrent de nombreux cristaux prismatiques très fins, très peu solubles dans l'eau froide. Après lavage et filtration, on décompose ces cristaux, qui présentent une combinaison de phospho-tungstate de soude avec la bétaïne, par une addition de lait de chaux, en formant un précipité calcaïque qui laisse en liberté la bétaïne, qu'on sépare par filtration, évaporation et cristallisation.

*Frühling* et *Schultz*, ayant reconnu que le chlorhydrate de bétaïne,

1. Le Dr von Lippmann a constaté dans les mélasses de sucrerie la présence de la *leucine* ( $C^6H^{13}AzO_2$ ) et de la *tyrozine* ( $C^9H^{14}AzO_2$ ) qui sont des produits de réduction de matières albumineuses. (V. Neue Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie, t. XIV, p. 31.

2. V. Zeitschrift des Vereins für Rübenzuckerindustrie 1886, p. 259 et 253.

( $C^3H^4AzO^2Cl$ ) se dissout très peu dans l'alcool, ont extrait la bétaine, en traitant par un courant d'acide chlorhydrique gazeux une dissolution de mélasse. (1)

La bétaine cristallise très bien des solutions alcooliques, et les cristaux perdent l'eau à 100° C. Elle n'a aucune action sur la lumière polarisée, n'a aucune odeur, est très soluble dans l'eau et communique à la solution une saveur un peu douce et rafraîchissante. En traitant la bétaine avec de la potasse caustique, on obtient du triméthylamine et d'autres matières volatiles peu étudiées; il en reste une base non volatile, d'une composition répondant à la formule  $C^8H^{11}AzO^3$ . Envers les acides, la bétaine se comporte comme une base, quoique elle ne bleuit pas le papier de tournesol.

2. L'*asparagine* ( $C^4H^8Az^2O^3 + H^2O$ ), un amide d'acide malique, que Scheibler a extrait du jus de betteraves, en chauffant celui-ci à 80° C. pour coaguler les matières albuminoïdes, filtrant, défécquant le jus par le sous-acétate de plomb, filtrant, enlevant l'excès de plomb au moyen de l'hydrogène sulfuré, filtrant de nouveau, évaporant jusqu'à la consistance sirupeuse, et abandonnant le tout à la cristallisation. L'*asparagine* cristallise en rhomboédres; est difficilement soluble dans l'eau froide et dans l'alcool chaud, insoluble dans l'alcool froid et dans l'éther, mais se dissout facilement dans l'eau chaude ou dans les liquides alcalins. En solution alcaline, l'*asparagine* tourne à gauche le plan de la lumière polarisée,  $[\alpha]_D = -13^{\circ}3'$ ; en solution acide, elle est dextrogyre,  $[\alpha]_D = +35^{\circ}$ ; en présence d'acide acétique, elle semble être optiquement inactive.

Le sous-acétate de plomb ne précipite pas cette matière, mais la rend dextrogyre; en revanche, elle est complètement précipitée par l'alcool.

A la carbonation, l'*asparagine* se décompose, sous l'influence de la chaux, en ammoniaque et en un sel d'*acide aspartique* ( $C^4H^7AzO^4$ ), ce qui explique la présence de ce dernier dans les mélasses de sucrerie. L'*acide aspartique* est également optiquement actif, lévogyre en solution alcaline et dextrogyre en solution acide; en ajoutant du sous-acétate de plomb et de l'alcool, on le précipite complètement.

3. La *glutamine* ( $C^5H^{10}Az^2O^3$ ) a été extraite du jus de betteraves par *Schultze* et *Bosshard* (1), en clarifiant celui-ci avec du sous-acétate de plomb, filtrant, ajoutant au liquide filtré du nitrate de mercure qui précipite la glutamine, le précipité, lavé, fut décomposé par l'hydrogène sulfureux, le liquide

1. V. Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie, 1877. p. 469.

2. V. Neue Zeitschrift für Zuckerindustrie, t. X, p. 298.

filtré fut neutralisé par l'ammoniaque, évaporé et exposé à la cristallisation de la glutamine.

Analogue à l'asparagine, la glutamine se décompose, par l'action de la chaux, en ammoniaque et en acide glutamique ( $C^5H^9AzO^4$ ), dont la présence dans les mélasses de sucrerie a été constatée par Scheibler en 1869 (1).

L'acide glutamique est dextrogyre  $[\alpha]_D = 10.2^\circ$ ; l'addition d'un peu de potasse, diminue la rotation, et la présence de sous acétate de plomb la rend lévogyre.

(c) *Matières organiques non azotées.* Outre certaines matières neutres plus ou moins décomposables par la chaux, telles que les chromogènes, chlorophylles, graisses etc, le jus de betteraves renferme certaines modifications du *pectose* insoluble contenu dans le tissu cellulaire. Ces matières *pectiques* jouent un rôle important dans la formation de la mélasse, et elles sont en outre optiquement actives, de sorte que leur étude présente le double intérêt industriel et analytique.

1. Le *pectose* insoluble forme la chair tendre de la plupart des végétaux, alors que la partie fibreuse est composée de cellulose. Par suite de la présence dans la betterave de la *pectase*, matière ayant les caractères d'un ferment, le pectose insoluble se transforme en *pectine* soluble, ayant la formule ( $C^{39}H^{48}O^{32}$ ) selon M. Frémy. La pectine est neutre, et précipitée complètement par l'alcool, ainsi que par le sous-acétate de plomb, mais l'acide tannique ne la précipite pas. Mélangé avec de l'eau, elle forme une masse gélatineuse. Chauffée avec de l'eau, elle se transforme en *parapectine* ( $C^{32}H^{46}O^{31}$ ); les acides la transforment en *acide métapectique* ( $C^6H^{14}O^6$ ) les alcalis en *acides pectique* et *parapectique* et enfin la *pectase* transforme la *pectine* en acide *pectosique*. La *pectine* et la *parapectine* sont dextrogyres et leur pouvoir rotatoire est d'environ 2.7 fois plus fort que celui du sucre de canne.

L'acide pectique ( $C^{12}H^{16}O^{11}$ ) forme avec les alcalis des sels amorphes solubles, avec la chaux etc., des pectates insolubles; en ajoutant du chlorure de calcium à l'acide pectique, on obtient également un précipité insoluble de pectate de chaux. Sous l'influence de la chaleur, des acides ou de la pectase, l'acide pectique est transformé en acide *parapectique* ( $C^4H^3O^3$ ) (2) et celui-ci se transforme ensuite en acide métapectique. Ce dernier a été étudié par Scheibler qui lui donne la formule ( $C^{12}H^{22}O^{11}$ ) en le trouvant identique avec l'acide contenu dans la gomme arabique. Il est doué d'un pouvoir rotatoire

1. V. *Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft*, t. II, p. 296.

2. Cet acide est précipité par l'eau de baryte alors que l'acide *métapectique* ne l'est pas.

lévogyre ; il forme des sels solubles avec les alcalis, qui ne sont plus gélatineux et qui ne sont précipités ni par l'alcool, ni par le sous-acétate de plomb.

En chauffant longtemps l'acide métapectique avec de l'acide sulfurique étendu, saturant le liquide avec de l'eau de baryte, filtrant, évaporant le liquide clair et en l'exposant ensuite à la cristallisation, on obtient un sucre particulier, auquel *Scheibler* a donné le nom d'*Arabinose* et la formule ( $C^6H^{12}O^6$ ) (1) qui cristallise en rhomboédres un peu allongés, solubles dans l'eau, d'une saveur très sucrée ; il est dextogyre  $[\alpha]_D = +109^{\circ}90'$  (selon *Scheibler*), et varie un peu avec les températures ; il réduit la liqueur cuivrique dans la proportion 2.25 CuO pour 1 d'arabinose.

L'extrait aqueux de betteraves renferme aussi bien de la pectine que ses différents dérivés, selon la température à laquelle on a fait macérer la râpüre de la betterave. Lorsqu'on traite par l'eau bouillante la râpüre de betterave épuisée par l'alcool, on obtient un liquide fort dextogyre, comme l'ont démontré *Scheibler*, *Chevron* et d'autres. Si l'on ajoute à ce liquide de la chaux en excès, seule ou avec un alcali, on amène la précipitation complète de la pectine et de ses dérivés ; le liquide perd alors son pouvoir rotatoire et le précipité formé est indécomposable par l'acide carbonique, ce qui résulte d'un remarquable travail de *Battut* (2). Selon *Pellet* on obtient le même effet avec l'addition de sous-acétate de plomb en excès. Il paraît que le marc de la betterave peut fournir par l'hydrolyse plusieurs substances glucosiques.

2. Lorsqu'on fait séjourner à l'air, pendant un temps prolongé, du jus brut de betteraves, il s'y forme une matière gélatineuse résultant de l'influence d'un ferment sur le saccharose, c'est-à-dire d'une *fermentation pectique*, qu'on observe également dans les betteraves altérées.

3. *Gomme de betteraves*. Le jus de betteraves non mûres renferme souvent une certaine matière gélatineuse appelée vulgairement *frais de grenouilles*, qui s'augmente rapidement aux dépenses du sucre cristallisable (3). Cette matière caractéristique a l'aspect d'une gelée demi-transparente, elle est insoluble dans l'eau froide et se gonfle dans l'eau chaude, elle se dissout difficilement dans les acides à froid, mais presque complètement à chaud, ainsi qu'à l'ébullition avec des alcalis ou avec du lait de chaux.

La constitution chimique de cette matière, considérée par *Scheibler* (4)

1. Cette formule a été récemment changée, par M. *Kiliani*, en ( $C^6H^{10}O^5$ ), comme nous l'avons indiqué dans le chapitre précédent.

2. V. *Battut*, Contribution à l'étude des matières pectiques etc. (Bulletin de l'Association des chimistes, t. VI, p. 243.

3. Il se forme en même temps du sucre inverti.

4. *Scheibler*, Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie, 1874, p. 309.

comme un mélange de *protagone*, *mannite* et un autre *hydrate de carbone* se transforment en *dextrose* par le chauffage avec de l'acide sulfurique, a été reconnue plus tard par *Bunge* (1) comme un isomère de cellulose (C<sup>6</sup>H<sup>10</sup>O<sup>5</sup>), ne contenant qu'accidentellement des matières azotées. Cette matière se dissout facilement dans une dissolution de potasse caustique; en chauffant cette solution au bain-marie pendant plusieurs jours, on obtient une substance amorphe qui se dissout dans l'eau, qui dévie la lumière polarisée à droite  $[\alpha]_D = + 200^\circ$ , mais ne réduit pas la liqueur Fehling; elle est précipitée par l'alcool ainsi que par le sous-acétate neutre. *Scheibler* a donné à cette dernière matière le nom de *dextran*, à cause de sa propriété dextrogyre et sa transformation en dextrose par l'action des acides, et il l'a trouvée identique avec la gomme de fermentation.

4. Le tissu cellulaire contient fréquemment de la *coniférine* (C<sup>16</sup>H<sup>18</sup>O<sup>8</sup>) qui donne une coloration bleue très caractéristique avec du phénol et de l'acide chlorhydrique; le D<sup>r</sup> E. de *Lippmann* l'a récemment extraite de la betterave. Sous l'action de matières oxydantes, la *coniférine* se transforme en *vanilline* (C<sup>8</sup>H<sup>8</sup>O<sup>3</sup>), un aldéhyde aromatique qui se trouve dans la *vanille*, et qui forme des sels cristallisés avec quelques bases. Cela explique la présence de la *vanilline* dans les mélasses de sucrerie, constatée déjà en 1880 par *Scheibler* (2), et par de *Lippmann* (3).

Ce dernier a constaté (4) dans les mélasses la présence de la *choléstérine* (C<sup>28</sup>H<sup>48</sup>O), matière très répandue dans le règne animal et dans quelques végétaux; elle forme des cristaux sans couleur, ni odeur, ni saveur, insolubles dans l'eau mais solubles dans l'alcool, l'éther ou le chloroforme; la solution est lévogyre,  $[\alpha]_D = - 31^\circ 59$ .

*Nota.* — Cette étude rédigée au point de vue tout spécial des méthodes analytiques est forcément très sommaire. Nous renvoyons le lecteur au *Traité théorique et pratique de la fabrication de sucre*, par *Paul Horsin-Déon*, pour l'étude approfondie des principales matières contenues dans la betterave et des transformations qu'elles subissent au cours de la fabrication

1. *V. Bunge*, *Sucrerie Indigène*, t. XII, p. 200-202.
2. *Scheibler*, *Neue Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie*, t. II p. 110.
3. *Lippmann*, *Neue Zeitschrift etc.*, t. X, p. 43.
4. *Lippmann*, *Neue Zeitschrift, etc.*, t. 14, p. 31.



## DEUXIÈME PARTIE

---

La *saccharimétrie* comprend l'ensemble des procédés analytiques permettant le dosage quantitatif des sucres; ces procédés sont divisés en trois groupes distinctifs suivant leurs principes théoriques:

I. Méthodes basées sur les *densités des solutions sucrées* de différentes concentrations; on les désigne sous le nom collectif de *saccharométrie*, afin de les distinguer des deux autres groupes.

II. Méthodes basées sur le *pouvoir rotatoire des sucres*; elles sont désignées sous le nom général de *saccharimétrie optique*.

III. Méthodes basées sur le *pouvoir réducteur des sucres*, c'est-à-dire sur leur propriété de réduire en solution alcaline les oxydes de certains métaux; c'est de la *saccharimétrie chimique*.

L'étude de chacune de ces méthodes avec tous leurs détails ainsi que leur application pour le dosage de chacun des principes sucrés, fera l'objet de la *deuxième partie* de notre Traité; elle formera par conséquent trois chapitres traitant chacun séparément un des trois groupes de *saccharimétrie*.

---

### VI

#### **Saccharométrie basée sur les densités des solutions de sucre pur**

##### A. — Tables de concordance

Les corps en dissolution dans l'eau distillée semblent obéir, comme les corps solides insolubles, au principe d'Archimède; ils perdent une partie de leur poids égale au poids du volume d'eau qu'ils déplacent. Les densités des

dissolutions, c'est-à-dire le rapport de leurs poids absolus au poids de leur propre volume d'eau distillée, pris comme unité, pourront être aisément établies par le calcul basé sur les poids respectifs de l'eau et du corps en dissolution. Il y a cependant de nombreuses exceptions pour les substances qui se dissolvent dans l'eau en produisant soit une dilatation, soit une contraction du mélange, probablement par suite d'un changement d'état moléculaire. Dans ces cas les densités sont au-dessous ou au-dessus de celles qui résultent de l'addition des poids primitifs du corps dissout et du dissolvant.

La densité du sucre de canne cristallisé étant, selon Maumené <sup>(1)</sup>, égale à 1.595 à 15° C., celle de l'eau distillée à la même température égale à 0.99916 les solutions de sucre pur sont d'autant plus denses que leur teneur en sucre est plus élevée, mais ces densités ne peuvent pas être établies par le calcul direct, la dissolution du sucre dans l'eau distillée donnant lieu à une certaine contraction du mélange. Mais ces densités ont été établies directement par l'expérience et il suffit de consulter l'une des tables de concordance suivantes pour constater les rapports qui existent entre la richesse saccharine d'une dissolution de sucre pur et sa densité par rapport à celle de l'eau distillée prise comme unité. En d'autres termes, il suffit de déterminer la densité d'une solution sucrée pour en déduire très exactement la teneur en sucre pour 100 de liquide.

Les premières expériences tentées avec succès pour déterminer les densités de solutions préparées avec du sucre pur, sont celles de *Balling*, qui rapportait ses densités observées à la température normale de 17.5°C. à celle de l'eau de la même température, prise comme unité. Ses chiffres ont servi comme base pour une table de concordance très complète, calculée par *Brix*, *Mategezeck* et *Scheibler*, dont nous donnons ici un extrait dans les tables IX et X, la première étant construite dans l'ordre des richesses saccharines pour 100 du poids des solutions, qu'on appelle généralement *Degrés Balling* ou *Degrés Brix*; la seconde — suivant l'ordre des degrés de l'aréomètre Baumé. Ces tables sont usitées principalement en Allemagne et en Amérique.

1. La densité du sucre cristallisé est de 1.590 selon *Marignac*, de 1.589 selon *Biot* et de 1.580 selon *Kopp* et *Gerlach*. Nous préférons nous tenir au chiffre de *Maumené*.

TABLE IX

% Ball.	Degrés Baumé	Densité	% Ball.	Degrés Baumé	Densité	% Ball.	Degrés Baumé	Densité
1	0,56	1,0089	35	19,23	1,1541	68	36,41	1,3384
2	1,11	0078	36	19,77	1591	69	36,91	3416
3	1,67	0117	37	20,30	1641	70	37,40	3509
4	2,23	0157	38	20,84	1692	71	37,90	3572
5	2,78	0197	39	21,37	1743	72	38,39	3636
6	3,34	0237	40	21,91	1794	73	38,89	3700
7	3,89	0278	41	22,44	1846	74	39,38	3764
8	4,45	0319	42	22,97	1898	75	39,87	3829
9	5,00	0360	43	23,50	1950	76	40,36	3894
10	5,56	0401	44	24,03	2003	77	40,84	3959
11	6,11	0443	45	24,56	2056	78	41,33	4025
12	6,66	0485	46	25,09	2110	79	41,81	4092
13	7,22	0528	47	25,62	2164	80	42,29	4159
14	7,77	0570	48	26,14	2218	81	42,78	4226
15	8,32	0613	49	26,67	2273	82	43,25	4293
16	8,87	0657	50	27,19	2328	83	43,73	4361
17	9,42	0700	51	27,71	2383	84	44,21	4430
18	9,97	0744	52	28,24	2439	85	44,68	4499
19	10,52	0787	53	28,75	2495	86	45,15	4568
20	11,07	0833	54	29,27	2552	87	45,62	4638
21	11,62	0878	55	29,79	2609	88	46,09	4708
22	12,17	0923	56	30,31	2666	89	46,56	4778
23	12,72	0969	57	30,82	2724	90	47,02	4849
24	13,26	1015	58	31,34	2782	91	47,48	4920
25	13,81	1061	59	31,85	2840	92	47,95	4992
26	14,35	1107	60	32,36	2899	93	48,40	5064
27	14,90	1154	61	32,87	2958	94	48,86	5136
28	15,44	1201	62	33,38	3018	95	49,32	5209
29	15,99	1249	63	33,89	3078	96	49,77	5281
30	16,53	1297	64	34,40	3138	97	50,22	5355
31	17,07	1345	65	34,90	3199	98	50,67	5429
32	17,61	1393	66	35,40	3260	99	51,12	5504
33	18,15	1442	67	35,90	3322	100	51,56	5578
34	18,69	1491						

TABLE X

Degrès Baumé	% Ball.	Densité	Degrès Baumé	% Ball.	Densité	Degrès Baumé	% Ball.	Densité
0	0.00	1,0000	17.5	31.79	1.1383	35	65.20	0.3211
0.5	0.90	0035	18	32.72	1429	35.5	66.19	3272
1	1.80	0070	18.5	33.65	1474	36	67.19	3333
1.5	2.69	0105	19	34.58	1520	36.5	68.19	3395
2	3.59	0141	19.5	35.50	1566	37	69.19	3458
2.5	4.49	0177	20	36.44	1613	37.5	70.20	3521
3	5.39	0213	20.5	37.37	1660	38	71.20	3585
3.5	6.29	0249	21	38.30	1707	38.5	72.22	3649
4	7.19	0286	21.5	39.24	1755	39	73.23	3714
4.5	8.09	0323	22	40.17	1803	39.5	74.25	3780
5	9.00	0360	22.5	41.11	1852	40	75.27	3846
5.5	9.90	0397	23	42.05	1901	40.5	76.29	3913
6	10.80	0435	23.5	42.99	1950	41	77.32	3981
6.5	11.70	0473	24	43.94	2000	41.5	78.35	4049
7	12.61	0511	24.5	44.88	2050	42	79.39	4118
7.5	13.51	0549	25	45.83	2101	42.5	80.43	4187
8	14.42	0588	25.5	46.78	2152	43	81.47	4267
8.5	15.32	0627	26	47.73	2203	43.5	82.51	4328
9	16.23	0667	26.5	48.68	2255	44	83.56	4400
9.5	17.14	0706	27	49.63	2308	44.5	84.62	4472
10	18.05	0746	27.5	50.59	2361	45	85.68	4545
10.5	18.96	0787	28	51.55	2414	45.5	86.74	4619
11	19.87	0827	28.5	52.51	2468	46	87.81	4694
11.5	20.78	0868	29	53.47	2522	46.5	88.88	4769
12	21.69	0909	29.5	54.44	2576	47	89.96	4845
12.5	22.60	0951	30	55.47	2632	47.5	91.03	4922
13	23.52	0992	30.5	56.37	2687	48	92.12	5000
13.5	24.43	1034	31	57.34	2743	48.5	93.21	5079
14	25.35	1077	31.5	58.32	2800	49	94.30	5158
14.5	26.27	1120	32	59.29	2857	49.5	95.40	5238
15	27.19	1163	32.5	60.27	2915	50	96.51	5319
15.5	28.10	1206	33	61.25	2973	50.5	97.62	5401
16	29.03	1250	33.5	62.23	3032	51	98.73	5484
16.5	29.95	1294	34	63.22	3091	51.5	99.85	5568
17	30.87	1339	34.5	64.21	3151			

En France, ayant l'habitude de jauger les volumes mesurés à la température de 15° C., adoptée comme température normale, on préfère rapporter les densités à cette température. Comme unité, on prend la densité de l'eau distillée, non à 15° C., mais à 4° C., parce que cette densité est prise comme unité dans le système métrique. De cette façon, la densité d'un liquide exprime le poids en grammes de 100 c. cubes de ce liquide, mesurés à la température de 15° C.

Comme les densités de Balling se rapportent à l'eau distillée de 17°5 C., il a fallu construire d'autres tables de concordance, dont les densités se rapportent à l'eau de 4° C. Cette lacune a été remplie par les soins de deux chimistes français de grande compétence, MM. Barbet et Vivien, qui ont pris pour base de leur calcul, non les tables de Balling et Brix, mais l'expérience directe très soignée, faite avec du sucre pur.

Barbet (1) a publié 3 tables dont nous n'en reproduisons qu'une seulement (table XI). Ce savant a tenu compte de la contraction et de la dilatation de mélanges d'eau et de sucre, et il a rapporté ses densités aux richesses saccharines exprimées en grammes par 100 c. cubes de liquide, parce qu'on exprime habituellement en *hectolitres* la quantité d'un liquide. La colonne 2 indique les densités résultant du calcul ordinaire, la colonne 4 donne les densités réelles, différant avec les précédentes par la contraction et la dilatation qui se produisent par la dissolution. Ces différences sont indiquées par la colonne 3. Enfin, la colonne 5 indique la différence de densité produite par chaque degré de sucre.

Comme on le voit, cette table est à peu près la plus parfaite. Cependant on fait usage en France, très souvent, de la table Vivien, que nous reproduisons sous sa nouvelle forme que lui ont donné MM. Gallois et Dupont, en rapportant les densités à celle de l'eau à 4° C., prise comme unité (2), et en y ajoutant les richesses pour 100 grammes de liquide (table XII). Cette table est construite dans l'ordre des densités.

Une autre table plus étendue, publiée également par Gallois et Dupont (3), est construite dans l'ordre des richesses saccharines % de poids, qu'on appelle *Degrés Brix-Dupont*, analogues aux *Degrés Balling-Brix* usités en Allemagne. La deuxième colonne indique les richesses % de volume (De-

1. *Barbet*, voir *Sucre Indigène* du 5 janvier 1879.

2. Les densités de la table primitive de Vivien se rapportent à celle de l'eau à 15° C. prise comme unité.

3. V. *Gallois-Dupont*, *Manuel Agenda*, p. 125-133.

grés Vivien) et la troisième colonne — les densités correspondantes. Nous reproduisons cette table XIII également, en recommandant son usage fréquent en sucrerie à la place de la table Balling qui n'est pas en rapport avec les densités françaises. Les différences entre les chiffres de Barbet et ceux de Vivien sont insignifiants.

Il va sans dire que ces tables de concordance ne sont établies que pour des solutions de sucre pur ; pour des liquides sucrés contenant en dissolution quelques matières étrangères, tels que les jus de sucrerie, ces tables ne peuvent donner que *la totalité des matières en dissolution*, en supposant que les matières étrangères augmentent autant la densité que leur poids égal de sucre. Bien que cette hypothèse est loin d'être exacte, on s'en sert néanmoins de ces tables, pour des raisons particulières que nous exposerons plus loin, à l'occasion de l'analyse des jus sucrés.

TABLE XI

Donnant le poids réel du litre à 15° C. d'une solution de sucre pur dont le titre pour cent centimètres cubes est connu, d'après Barbet.

Suc. par 100 cc.	Poids calculé du litre à 15°	Écart avec le poids réel	Poids réel du litre à 15°	Différences	Suc. par 100 cc.	Poids calculé du litre à 15°	Écart avec le poids réel	Poids réel du litre à 15°	Différence
1	1002.88	0.11	1002.99	3.84	46	1170.97	3.29	1174.26	3.69
2	1006.62	0.21	1006.83	3.84	47	1174.71	3.24	1177.95	3.69
3	1010.35	0.32	1010.67	3.84	48	1178.45	3.18	1181.63	3.68
4	1014.09	0.42	1014.51	3.84	49	1182.19	3.11	1185.30	3.67
5	1017.82	0.53	1018.35	3.84	50	1185.93	3.03	1188.96	3.66
6	1021.56	0.65	1022.21	3.84	51	1189.66	2.95	1192.61	3.65
7	1025.29	0.76	1026.05	3.84	52	1193.40	2.86	1196.26	3.65
8	1029.03	0.86	1029.89	3.84	53	1197.13	2.77	1199.90	3.64
9	1032.77	0.96	1033.73	3.84	54	1200.87	2.68	1203.55	3.65
10	1036.50	1.07	1037.57	3.84	55	1204.60	2.59	1207.19	3.64
11	1040.24	1.18	1041.42	3.85	56	1208.34	2.49	1210.83	3.64
12	1043.98	1.28	1045.26	3.84	57	1212.08	2.39	1214.47	3.64
13	1047.71	1.39	1049.10	3.84	58	1215.81	2.28	1218.09	3.62
14	1051.45	1.49	1052.94	3.84	59	1219.55	2.17	1221.72	3.63
15	1055.18	1.60	1056.78	3.84	60	1223.29	2.07	1225.36	3.64
16	1058.92	1.70	1060.62	3.84	61	1227.02	1.96	1228.98	3.62
17	1062.66	1.79	1064.45	3.83	62	1230.76	1.85	1232.61	3.63
18	1066.39	1.89	1068.28	3.83	63	1234.49	1.74	1236.23	3.62
19	1070.13	1.98	1072.11	3.83	64	1238.23	1.63	1239.86	3.63
20	1073.87	2.08	1075.95	3.84	65	1241.96	1.52	1243.48	3.62
21	1077.60	2.18	1079.78	3.83	66	1245.70	1.41	1247.11	3.63
22	1081.34	2.27	1083.61	3.83	67	1249.44	1.30	1250.74	3.63
23	1085.07	2.36	1087.43	3.82	68	1253.17	1.19	1254.36	3.62
24	1088.81	2.45	1091.26	3.83	69	1256.91	1.07	1257.98	3.62
25	1092.54	2.54	1095.08	3.82	70	1260.65	0.96	1261.61	3.63
26	1096.28	2.62	1098.90	3.82	71	1264.38	0.85	1265.23	3.62
27	1100.01	2.70	1102.71	3.81	72	1268.12	0.74	1268.86	3.63
28	1103.75	2.78	1106.53	3.82	73	1271.85	0.63	1272.48	3.62
29	1107.48	2.86	1110.34	3.81	74	1275.59	0.51	1276.10	3.62
30	1111.22	2.94	1114.16	3.82	75	1279.32	0.40	1279.72	3.62
31	1114.95	3.01	1117.96	3.80	76	1283.06	0.29	1283.35	3.63
32	1118.69	3.07	1121.76	3.80	77	1286.79	0.18	1286.97	3.62
33	1122.42	3.13	1125.55	3.79	78	1290.53	0.06	1290.59	3.62
34	1126.15	3.19	1129.34	3.79	79	1294.26	-0.05	1294.21	3.62
35	1129.89	3.24	1133.13	3.79	80	1298.00	-0.16	1297.84	3.63
36	1133.62	3.29	1136.91	3.78	81	1301.73	-0.27	1301.46	3.62
37	1137.36	3.33	1140.69	3.78	82	1305.47	-0.38	1305.09	3.63
38	1141.09	3.37	1144.46	3.77	83	1309.20	-0.48	1308.72	3.63
39	1144.83	3.40	1148.23	3.77	84	1312.94	-0.58	1312.36	3.64
40	1148.56	3.42	1151.98	3.75	85	1316.67	-0.68	1315.99	3.63
41	1152.30	3.42	1155.72	3.74	86	1320.41	-0.77	1319.64	3.65
42	1156.04	3.41	1159.45	3.73	87	1324.15	-0.86	1323.29	3.65
43	1159.77	3.40	1163.17	3.72	88	1327.88	-0.95	1326.93	3.64
44	1163.51	3.37	1166.88	3.71	89	1331.62	-1.03	1330.59	3.66
45	1167.24	3.33	1170.57	3.69	90	1335.36	-1.10	1334.26	3.67

TABLE XII

*Table de concordance entre la densité réelle ou poids du litre à 15° C.  
les degrés Vivien et les degrés Brix-Dupont à 15° C.*

Densité réelle ou poids du litre à 15° C.	Degrés Vivien ou sucre pour % cc.	Degrés Brix-Dupont ou sucre pour 100 gr.	Densité réelle ou poids du litre à 15° C.	Degrés Vivien ou sucre pour % cc.	Degrés Brix-Dupont ou sucre pour 100 gr.	Densité réelle ou poids du litre à 15° C.	Degrés Vivien ou sucre pour % cc.	Degrés Brix-Dupont ou sucre pour 100 gr.
99.916	0.000	0.000	3.3	8.819	8.565	6.7	17.753	16.638
100 »	0.219	0.219	3.4	9.110	8.809	6.8	18.016	16.869
100.1	0.480	0.479	3.5	9.371	9.054	6.9	18.280	17.090
0.2	0.742	0.738	3.6	9.633	9.298			
0.3	1.003	0.997	3.7	9.894	9.541	107 »	18.544	17.330
0.4	1.265	1.255	3.8	10.155	9.783	7.1	18.810	17.562
0.5	1.526	1.518	3.9	10.416	10.026	7.2	19.076	17.794
0.6	1.788	1.776				7.3	19.342	18.025
0.7	2.049	2.034				7.4	19.608	18.257
0.8	2.311	2.291	104 »	10.678	10.267	7.5	19.874	18.487
0.9	2.572	2.548	4.1	10.939	10.508	7.6	20.140	18.716
			4.2	11.200	10.748	7.7	20.406	18.945
			4.3	11.461	10.988	7.8	20.672	19.174
101 »	2.834	2.805	4.4	11.722	11.227	7.9	20.938	19.403
1.1	3.097	3.064	4.5	11.984	11.467			
1.2	3.360	3.320	4.6	12.245	11.706			
1.3	3.623	3.576	4.7	12.506	11.944	108 »	21.204	19.663
1.4	3.885	3.832	4.8	12.767	12.182	8.1	21.467	19.858
1.5	4.147	4.085	4.9	13.028	12.420	8.2	21.730	20.083
1.6	4.410	4.338				8.3	21.993	20.307
1.7	4.675	4.590				8.4	22.256	20.530
1.8	4.932	4.842	105 »	13.290	12.658	8.5	22.519	20.754
1.9	5.194	5.093	5.1	13.552	12.895	8.6	22.782	20.977
			5.2	13.814	13.131	8.7	23.045	21.199
			5.3	14.076	13.367	8.8	23.308	21.421
102 »	5.453	5.346	5.4	14.338	13.602	8.9	23.571	21.642
2.1	5.714	5.596	5.5	14.600	13.838			
2.2	5.975	5.846	5.6	14.862	14.073	109 »	23.833	21.865
2.3	6.236	6.095	5.7	15.124	14.308	9.1	24.094	22.084
2.4	6.497	6.343	5.8	15.386	14.542	9.2	24.356	22.303
2.5	6.758	6.592	5.9	15.649	14.777	9.3	24.617	22.521
2.6	7.020	6.841				9.4	24.879	22.541
2.7	7.281	7.089				9.5	25.141	22.959
2.8	7.512	7.336	106 »	15.912	15.011	9.6	25.402	23.177
2.9	7.804	7.583	6.1	16.175	15.245	9.7	25.664	23.395
			6.2	16.438	15.477	9.8	25.925	23.612
			6.3	16.701	15.710	9.9	26.187	23.829
103 »	8.066	7.831	6.4	16.964	15.943			
3.1	8.327	8.076	6.5	17.227	16.175			
3.2	8.588	8.321	6.6	17.490	16.407	110 »	26.450	24.045

TABLE XIII

Comparaison entre les degrés saccharométriques (Brix-Dupont et Vivien), les poids spécifiques et les degrés Baumé, pour les dissolutions de sucre à la température de 15° C.

Degrés Brix-Dupont sucre %/gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé		Degrés Brix-Dupont sucre %/gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé	
			Nouveaux corrigés	Anciens				Nouveaux corrigés	Anciens
0.1	0.1	0.99958	0.0	0.0	3.6	3.65	1.013	2 »	2 »
0.2	0.2	0.99989	0.1	0.1	3.7	3.76	1.014	2.1	2 »
0.3	0.3	1.000	0.2	0.2	3.8	3.86	1.014	2.1	2.1
0.4	0.4	1.000	0.2	0.2	3.9	3.97	1.014	2.2	2.2
0.5	0.5	1.001	0.2	0.2	4 »	4.07	1.014	2.2	2.2
0.6	0.6	1.001	0.3	0.3	4.1	4.18	1.015	2.3	2.3
0.7	0.7	1.002	0.3	0.3	4.2	4.28	1.015	2.4	2.3
0.8	0.8	1.002	0.4	0.4	4.3	4.38	1.016	2.4	2.4
0.9	0.9	1.003	0.4	0.4	4.4	4.48	1.016	2.5	2.45
1 »	1 »	1.003	0.5	0.5	4.4	4.48	1.016	2.5	2.45
			0.6	0.55	4.5	4.58	1.017	2.55	2.50
					4.6	4.69	1.017	2.6	2.55
1.1	1.1	1.003	0.6	0.6	4.7	4.79	1.017	2.6	2.6
1.2	1.2	1.003	0.65	0.65	4.8	4.89	1.018	2.7	2.65
1.3	1.3	1.004	0.7	0.7	4.9	4.99	1.018	2.8	2.7
1.4	1.4	1.004	0.75	0.75	5 »	5.10	1.018	2.9	2.8
1.5	1.5	1.004	0.8	0.8					
1.6	1.6	1.005	0.9	0.9	5.1	5.2	1.019	3 »	2.9
1.7	1.7	1.005	0.9	1.0	5.2	5.3	1.019	3 »	2.9
1.8	1.82	1.006	1.0	1.0	5.3	5.4	1.020	3.05	2.9
1.9	1.92	1.006	1.1	1.1	5.4	5.51	1.020	3.1	2.95
2 »	2.02	1.007	1.1	1.1	5.5	5.61	1.021	3.1	2.9
					5.6	5.72	1.021	3.2	3.1
2.1	2.12	1.007	1.2	1.2	5.7	5.83	1.022	3.25	3.1
2.2	2.22	1.008	1.2	1.2	5.8	5.93	1.022	3.3	3.2
2.3	2.32	1.008	1.3	1.3	5.9	6.03	1.023	3.4	3.3
2.4	2.42	1.008	1.3	1.3	6 »	6.13	1.023	3.45	3.3
2.5	2.52	1.009	1.4	1.4					
2.6	2.62	1.009	1.5	1.4	6.1	6.23	1.024	3.5	3.4
2.7	2.73	1.009	1.5	1.5	6.2	6.33	1.024	3.5	3.4
2.8	2.84	1.010	1.5	1.5	6.3	6.44	1.024	3.55	3.4
2.9	2.94	1.010	1.6	1.6	6.4	6.56	1.025	3.6	3.5
3 »	3.04	1.011	1.6	1.6	6.5	6.66	1.025	3.7	3.6
			1.7	1.65	6.6	6.77	1.025	3.75	3.6
3.1	3.14	1.011	1.7	1.7	6.7	6.87	1.026	3.8	3.7
3.2	3.24	1.012	1.8	1.7	6.8	6.98	1.026	3.85	3.7
3.3	3.35	1.012	1.8	1.8	6.9	7.08	1.027	3.9	3.8
3.4	3.45	1.012	1.9	1.9	7 »	7.19	1.027	3.95	3.85
3.5	3.55	1.013	1.9	1.9					

Degrés Brix-Dupont sucre % gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé		Degrés Brix-Dupont sucre % gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé	
			Nouveaux corrigés	Anciens				Nouveaux corrigés	Anciens
7.1	7.3	1.027	4 »	3.9	11.1	11.59	1.043	6.2	6.1
7.2	7.4	1.028	4.1	4 »	11.2	11.71	1.044	6.3	6.2
7.3	7.5	1.028	4.1	4 »	11.3	11.81	1.044	6.4	6.25
7.4	7.61	1.028	4.2	4.1	11.4	11.91	1.045	6.45	6.3
7.5	7.71	1.029	4.2	4.1	11.5	12.02	1.045	6.5	6.35
7.6	7.82	1.029	4.3	4.2	11.6	12.13	1.045	6.55	6.4
7.7	7.93	1.029	4.35	4.25	11.7	12.25	1.046	6.6	6.5
7.8	8.04	1.030	4.4	4.3	11.8	12.36	1.046	6.65	6.55
7.9	8.15	1.030	4.5	4.4	11.9	12.46	1.047	6.7	6.6
8 »	8.25	1.031	4.5	4.4	12 »	12.57	1.047	6.75	6.65
8.1	8.35	1.031	4.6	4.5	12.1	12.68	1.048	6.8	6.7
8.2	8.46	1.032	4.6	4.5	12.2	12.79	1.048	6.85	6.75
8.3	8.57	1.032	4.7	4.6	12.3	12.90	1.049	6.95	6.8
8.4	8.68	1.032	4.7	4.6	12.4	13.02	1.049	7 »	6.85
8.5	8.79	1.033	4.8	4.7	12.5	13.12	1.050	7.1	6.9
8.6	8.89	1.033	4.85	4.75	12.6	13.23	1.050	7.15	6.95
8.7	8.99	1.034	4.9	4.8	12.7	13.33	1.050	7.2	7 »
8.8	9.11	1.034	4.95	4.85	12.8	13.46	1.051	7.2	7.05
8.9	9.22	1.035	5 »	4.9	12.9	13.56	1.051	7.3	7.1
9 »	9.32	1.035	5.1	5 »	13 »	13.66	1.051	7.3	7.2
9.1	9.4	1.035	5.2	5.05	13.1	13.79	1.052	7.4	7.25
9.2	9.5	1.036	5.2	5.1	13.2	13.89	1.052	7.4	7.3
9.3	9.6	1.036	5.3	5.15	13.3	14.02	1.053	7.5	7.35
9.4	9.75	1.037	5.3	5.2	13.4	14.12	1.053	7.5	7.4
9.5	9.86	1.037	5.4	5.25	13.5	14.23	1.054	7.6	7.45
9.6	9.97	1.037	5.4	5.3	13.6	14.34	1.054	7.6	7.5
9.7	10.08	1.038	5.45	5.35	13.7	14.44	1.054	7.7	7.55
9.8	10.18	1.038	5.5	5.4	13.8	14.55	1.055	7.75	7.76
9.9	10.28	1.038	5.55	5.45	13.9	14.66	1.055	7.8	7.65
10 »	10.39	1.039	5.6	5.5	14 »	14.77	1.056	7.9	7.7
10.1	10.5	1.039	5.7	5.6	14.1	14.89	1.056	7.9	7.75
10.2	10.6	1.040	5.7	5.6	14.2	15 »	1.057	8 »	7.7
10.3	10.71	1.040	5.8	5.7	14.3	15.12	1.057	8.1	7.9
10.4	10.82	1.041	5.85	5.75	14.4	15.23	1.058	8.2	7.9
10.5	10.93	1.041	5.9	5.80	14.5	15.35	1.058	8.25	8 »
10.6	11.04	1.042	6 »	5.85	14.6	15.45	1.058	8.3	8 »
10.7	11.16	1.042	6.1	5.9	14.7	15.56	1.059	8.3	8.1
10.8	11.27	1.042	6.1	5.95	14.8	15.67	1.059	8.35	8.2
10.9	11.37	1.043	6.15	6 »	14.9	15.78	1.059	8.4	8.2
11 »	11.48	1.043	6.2	6.1	15 »	15.90	1.060	8.4	8.3

Degrés Brix-Dupont sucre % gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé		Degrés Brix-Dupont sucre % gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé	
			Nouveaux corrigés	Anciens				Nouveaux corrigés	Anciens
15.1	16 »	1.060	8.5	8.3	19.1	20.58	1.077	10.65	10.5
15.2	16.13	1.060	8.5	8.4	19.2	20.69	1.077	10.7	10.6
15.3	16.23	1.061	8.55	8.4	19.3	20.81	1.078	10.7	10.6
15.4	16.35	1.061	8.6	8.5	19.4	20.92	1.078	10.8	10.7
15.5	16.47	1.062	8.6	8.55	19.5	21.03	1.079	10.9	10.7
15.6	16.58	1.062	8.7	8.6	19.6	21.15	1.079	11 »	10.8
15.7	16.70	1.063	8.8	8.65	19.7	21.27	1.080	11.05	10.9
15.8	16.81	1.063	8.9	8.7	19.8	21.38	1.080	11.1	10.9
15.9	16.93	1.064	8.95	8.75	19.9	21.39	1.081	11.1	11 »
16 »	17.04	1.064	9 »	8.8	20 »	21.60	1.081	11.2	11 »
16.1	17.16	1.065	9 »	8.9	20.2	21.85	1.082	11.3	11.1
16.2	17.26	1.065	9.1	8.95	20.4	22.09	1.083	11.4	11.2
16.3	17.37	1.066	9.2	9 »	20.5	22.21	1.084	11.5	11.3
16.4	17.49	1.066	9.25	9.05	20.6	22.33	1.084	11.6	11.4
16.5	17.60	1.067	9.3	9.1	20.8	22.57	1.085	11.7	11.5
16.6	17.72	1.067	9.35	9.15	21 »	22.81	1.085	11.8	11.6
16.7	17.83	1.067	9.4	9.2	21.2	23.05	1.086	11.8	11.6
16.8	17.96	1.068	9.4	9.25	21.4	23.29	1.087	11.9	11.7
16.9	18.07	1.068	9.5	9.3	21.5	23.40	1.088	12 »	11.8
17 »	18.18	1.069	9.55	9.35	21.6	23.50	1.088	12.1	11.9
17.1	18.29	1.069	9.6	9.45	21.8	23.75	1.089	12.25	12 »
17.2	18.40	1.070	9.6	9.5	22 »	24 »	1.090	12.3	12.1
17.3	18.53	1.070	9.7	9.55	22.2	24.24	1.091	12.4	12.2
17.4	18.64	1.071	9.8	9.6	22.4	24.47	1.091	12.5	12.3
17.5	18.75	1.071	9.9	9.7	22.5	24.59	1.092	12.6	12.4
17.6	18.86	1.071	9.9	9.75	22.6	24.71	1.092	12.7	12.5
17.7	18.98	1.072	10 »	9.8	22.8	24.95	1.093	12.8	12.5
17.8	19.09	1.072	10 »	9.85	23 »	25.20	1.094	12.85	12.6
17.9	19.20	1.072	10.05	9.9	23.2	25.43	1.095	12.9	12.7
18 »	19.33	1.073	10.1	9.9	23.4	25.67	1.096	13 »	12.8
18.1	19.45	1.073	10.1	9.9	23.5	25.79	1.097	13.1	12.9
18.2	19.57	1.073	10.2	10 »	23.6	25.90	1.098	13.2	13 »
18.3	19.60	1.074	10.2	10 »	23.8	26.15	1.099	13.3	13.1
18.4	19.76	1.074	10.3	10.1	24 »	26.40	1.100	13.5	13.2
18.5	19.89	1.075	10.4	10.15	24.2	26.63	1.101	13.6	13.3
18.6	20.00	1.075	10.4	10.2	24.4	26.88	1.102	13.7	13.4
18.7	20.12	1.075	10.5	10.2	24.5	27 »	1.103	13.7	13.5
18.8	20.24	1.076	10.5	10.3	24.6	27.12	1.103	13.8	13.6
18.9	20.36	1.076	10.6	10.3	24.8	27.37	1.104	13.9	13.7
19 »	20.47	1.077	10.6	10.4					

Degrés Brix-Dupont sucre ‰ gr.	Degrés Vivien sucre ‰ cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé		Degrés Brix-Dupont sucre ‰ gr.	Degrés Vivien sucre ‰ cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé	
			Nouveaux corrigés	Anciens				Nouveaux corrigés	Anciens
25 »	27.62	1.104	14 »	13.8	31.4	35.81	1.139	17.9	17.6
25.2	27.06	1.105	14.1	13.9	31.5	35.95	1.139	18 »	17.7
25.4	28.12	1.106	14.2	14 »	31.6	36.10	1.140	18.1	17.8
25.5	28.24	1.107	14.3	14.1	31.8	36.36	1.141	18.2	17.9
25.6	28.36	1.107	14.4	14.2	32 »	36.54	1.142	18.3	18 »
25.8	28.61	1.108	14.6	14.3	32.2	36.80	1.143	18.4	18.1
26 »	28.86	1.109	14.7	14.4	32.4	37.06	1.144	18.5	18.2
26.2	29.11	1.110	14.8	14.5	32.5	37.20	1.144	18.6	18.3
26.4	29.36	1.111	14.9	14.6	32.6	37.32	1.145	18.7	18.4
26.5	29.49	1.112	15 »	14.7	32.8	37.60	1.146	18.8	18.5
26.6	29.61	1.113	15.1	14.8	33 »	37.85	1.147	18.9	18.6
26.8	29.86	1.114	15.2	14.9	33.2	38.12	1.148	19 »	18.7
27 »	30.11	1.115	15.3	15 »	33.4	38.40	1.149	19.1	18.8
27.2	30.36	1.116	15.4	15.1	33.5	38.50	1.149	19.2	18.9
27.4	30.61	1.117	15.5	15.2	33.6	38.65	1.150	19.3	19 »
27.5	30.74	1.117	15.6	15.3	33.8	38.90	1.150	19.4	19.1
27.6	30.86	1.118	15.7	15.4	34 »	39.18	1.151	19.5	19.1
27.8	31.11	1.119	15.8	15.5	34.2	39.44	1.152	19.6	19.2
28 »	31.37	1.120	15.9	15.6	34.4	39.70	1.153	19.7	19.3
28.2	31.62	1.121	16 »	15.7	34.5	39.83	1.154	19.8	19.4
28.4	31.88	1.122	16.1	15.8	34.6	39.96	1.155	19.9	19.5
28.5	32 »	1.122	16.2	15.9	34.8	40.23	1.156	20 »	19.6
28.6	32.13	1.123	16.3	16 »	35 »	40.50	1.156	20.1	19.7
28.8	32.39	1.124	16.4	16.1	35.2	40.75	1.157	20.2	19.7
29 »	32.64	1.125	16.5	16.2	35.4	41.02	1.158	20.3	19.8
29.2	32.90	1.126	16.6	16.3	35.5	41.15	1.158	20.3	19.9
29.4	33.16	1.127	16.7	16.4	35.6	41.30	1.159	20.4	20 »
29.5	33.29	1.128	16.8	16.5	35.8	41.65	1.160	20.5	20.1
29.6	33.42	1.129	16.9	16.6	36 »	41.82	1.161	20.6	20.2
29.8	33.68	1.130	17 »	16.7	36.2	42.09	1.162	20.7	20.3
30 »	33.94	1.131	17.1	16.8	36.4	42.36	1.163	20.8	20.4
30.2	34.20	1.132	17.2	16.9	36.5	42.50	1.164	20.9	20.5
30.4	34.46	1.133	17.3	17 »	36.6	42.63	1.164	20.9	20.5
30.5	34.59	1.134	17.4	17.1	36.8	42.90	1.165	21 »	20.6
30.6	34.72	1.135	17.5	17.2	37 »	43.17	1.166	21.1	20.7
30.8	34.98	1.136	17.6	17.3	37.2	43.45	1.167	21.2	20.8
31 »	35.25	1.137	17.7	17.4	37.4	43.70	1.168	21.3	20.9
31.2	35.53	1.138	17.8	17.5	37.5	43.85	1.169	21.4	21 »
					37.6	44 »	1.170	21.5	21.1

Degrés Brix-Dupont sucre % gr.	Degrés Vivien sucre o/° cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé		Degrés Brix-Dupont sucre % gr.	Degrés Vivien sucre o/° cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé	
			Nouveaux corrigés	Anciens				Nouveaux corrigés	Anciens
37.8	44.25	1.171	21.6	21.2	44.4	53.50	1.204	25.1	24.6
38 »	44.52	1.171	21.6	21.2	44.5	53.63	1.205	25.2	24.7
38.2	44.80	1.172	21.7	21.3	44.6	53.78	1.206	25.3	24.8
38.4	45.07	1.173	21.8	21.4	44.8	54.06	1.207	25.4	24.8
38.5	45.21	1.174	21.9	21.5	45 »	54.35	1.208	25.4	24.9
38.6	45.35	1.175	22 »	21.6	45.2	54.65	1.208	25.5	25 »
38.8	45.63	1.176	22.1	21.7	45.4	54.93	1.209	25.6	25.1
39 »	45.90	1.176	22.2	21.8	45.5	55.08	1.210	25.6	25.1
39.2	46.17	1.177	22.3	21.9	45.6	55.22	1.211	25.7	25.2
39.4	46.45	1.178	22.4	22 »	45.8	55.50	1.212	25.8	25.3
39.5	46.58	1.179	22.5	22.1	46 »	55.80	1.213	25.9	25.4
39.6	46.72	1.180	22.6	22.2	46.2	56.10	1.214	26 »	25.5
39.8	47 »	1.181	22.7	22.3	46.4	56.40	1.215	26.1	25.6
40 »	47.27	1.182	22.7	22.3	46.5	56.54	1.216	26.2	25.7
40.2	47.55	1.183	22.8	22.4	46.6	56.68	1.216	26.3	25.8
40.4	47.82	1.183	22.9	22.5	46.8	56.97	1.217	26.4	25.9
40.5	47.95	1.184	23 »	22.6	47 »	57.27	1.218	26.5	26 »
40.6	48.10	1.185	23.1	22.6	47.2	57.57	1.219	26.6	26.1
40.8	48.40	1.186	23.1	22.7	47.4	57.86	1.220	26.6	26.1
41 »	48.56	1.187	23.2	22.8	47.5	58.00	1.221	26.7	26.2
41.2	48.95	1.188	23.3	22.9	47.6	58.16	1.222	26.8	26.3
41.4	49.22	1.188	23.4	23 »	47.8	58.46	1.222	26.9	26.4
41.5	49.36	1.189	23.5	23.1	48 »	58.75	1.223	27 »	26.5
41.6	49.40	1.190	23.6	23.2	48.2	59.05	1.224	27.1	26.6
41.8	49.80	1.191	23.7	23.3	48.4	59.34	1.225	27.2	26.6
42 »	50.07	1.192	23.8	23.4	48.5	59.50	1.226	27.3	26.7
42.2	50.35	1.193	23.9	23.5	48.6	59.64	1.227	27.3	26.8
42.4	50.63	1.193	24 »	23.6	48.8	59.94	1.228	27.4	26.9
42.5	50.77	1.194	24.1	23.6	49 »	60.23	1.229	27.5	27 »
42.6	50.90	1.195	24.1	23.7	49.2	60.53	1.230	27.6	27.1
42.8	51.20	1.196	24.2	23.8	49.4	60.84	1.231	27.7	27.2
43 »	51.47	1.197	24.3	23.9	49.5	61.00	1.232	27.7	27.2
43.2	51.76	1.198	24.4	24 »	49.6	61.14	1.233	27.8	27.3
43.4	52.05	1.198	24.5	24.1	49.8	61.45	1.234	27.9	27.4
43.5	52.20	1.199	24.6	24.1	50 »	61.75	1.235	28 »	27.5
43.6	52.35	1.200	24.7	24.2					
43.8	52.63	1.201	24.8	24.3	50.2	62.05	1.236	28.1	27.6
44 »	52.92	1.202	24.9	24.4	50.4	62.35	1.237	28.2	27.7
					50.5	62.50	1.238	28.3	27.8
44.2	53.20	1.203	25 »	24.5	50.6	62.67	1.238	28.4	27.9

Degrés Brix-Dupont sucre % gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé		Degrés Brix-Dupont sucre % gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé	
			Nouveaux corrigés	Anciens				Nouveaux corrigés	Anciens
50.8	62.97	1.239	28.5	28 »	57.4	73.3	1.272	31.6	31 »
51 »	63.28	1.240	28.6	28.1	57.5	73.30	1.273	31.7	31.1
51.2	63.59	1.241	28.6	28.1	57.6	73.45	1.274	31.8	31.2
51.4	63.90	1.242	28.7	28.2	57.8	73.75	1.275	31.8	31.2
51.5	64.05	1.243	28.8	28.2	58 »	74.10	1.276	31.9	31.3
51.6	64.21	1.244	28.9	28.3	58.2	74.40	1.276	31.9	31.3
51.8	64.52	1.244	28.9	28.3	58.4	74.75	1.277	32 »	31.4
52 »	64.74	1.245	28.9	28.4	58.5	74.90	1.278	32.1	31.5
					58.6	75.05	1.279	32.2	31.6
52.2	64.96	1.245	29.0	28.4	58.8	75.40	1.280	32.3	31.7
52.4	65.27	1.245	29 »	28.4	59 »	75.70	1.281	32.4	31.8
52.5	65.34	1.246	29.1	28.5					
52.6	65.58	1.247	29.2	28.6	59.2	76 »	1.282	32.5	31.9
52.8	65.90	1.248	29.3	28.7	59.4	76.35	1.283	32.6	32 »
53 »	66.22	1.248	29.3	28.7	59.5	76.50	1.284	32.7	32.05
					59.6	76.70	1.285	32.7	31.1
53.2	66.52	1.249	29.3	28.7	59.8	77 »	1.286	32.8	32.2
53.4	66.83	1.250	29.4	28.8	60 »	77.35	1.287	32.9	32.3
53.5	66.98	1.251	29.5	28.9					
53.6	67.13	1.252	29.6	29 »	60.2	77.65	1.289	33 »	32.4
53.8	67.45	1.253	29.7	29.1	60.4	78 »	1.290	33.2	32.5
54 »	67.75	1.254	29.7	29.2	60.5	78.16	1.291	33.2	32.6
					60.6	78.33	1.292	33.35	32.6
54.2	68.05	1.255	29.8	29.3	60.8	78.66	1.293	33.45	32.7
54.4	68.35	1.256	29.9	29.4	61 »	78.99	1.293	33.45	32.8
54.5	68.50	1.256	30 »	29.5					
54.6	68.65	1.257	30.1	29.5	61.2	79.30	1.294	33.6	32.9
54.8	69 »	1.258	30.1	29.5	61.4	79.65	1.295	33.6	33 »
55 »	69.30	1.259	20.2	29.6	61.5	79.80	1.296	33.7	33.1
					61.6	80.00	1.297	33.8	33.2
55.2	69.60	1.260	30.3	29.7	61.8	80.33	1.298	33.9	33.2
55.4	69.95	1.261	30.4	29.8	62 »	80.65	1.297	34 »	33.3
55.5	70.10	1.262	30.5	29.9					
55.6	70.25	1.263	30.6	30 »	62.2	81.00	1.300	34.1	33.4
55.8	70.60	1.264	30.7	30.1	63.4	81.33	1.301	34.1	33.5
56 »	70.90	1.264	30.8	30.2	62.5	81.50	1.302	34.2	33.5
					62.6	81.65	1.303	34.2	33.6
56.2	71.20	1.265	30.8	30.3	62.8	82.00	1.304	34.4	33.7
56.4	71.55	1.266	31.05	30.4	63 »	82.35	1.305	34.4	33.8
56.5	71.70	1.267	31.2	30.5					
56.6	71.85	1.268	31.2	30.6	63.2	82.65	1.306	34.5	33.9
56.8	72.17	1.269	31.3	30.7	63.4	83.00	1.307	34.6	34 »
57 »	72.48	1.270	31.4	30.8	63.5	83.16	1.308	34.7	34.1
					63.6	83.35	1.309	34.85	34.2

Degrés Brix-Dupont sucre %/gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé		Degrés Brix-Dupont sucre %/gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé	
			Nouveaux corrigés	Anciens				Nouveaux corrigés	Anciens
63.8	83.70	1.310	34.9	34.2	70.4	95.20	1.349	38.2	37.5
64 »	84.00	1.311	35 »	34.3	70.5	95.40	1.350	38.3	37.6
64.2	84.35	1.312	35.1	37.4	70.6	95.55	1.351	38.4	37.7
64.4	84.70	1.313	35.2	34.5	70.8	95.90	1.352	38.5	37.8
64.5	84.90	1.314	35.3	34.6	71 »	96.30	1.353	38.5	37.8
64.6	85.05	1.315	35.3	34.6	71.2	96.65	1.354	38.6	37.9
64.8	85.40	1.316	35.4	34.7	71.4	97 »	1.355	38.7	38 »
65 »	85.70	1.317	35.5	34.8	71.5	97.20	1.356	38.8	38 »
65.2	86 »	1.318	35.6	34.9	71.6	97.40	1.357	38.8	38.1
65.4	86.40	1.319	35.7	35 »	71.8	97.75	1.358	38.9	38.2
65.5	86.60	1.320	35.8	35.1	72 »	98.10	1.359	39 »	38.3
65.6	86.30	1.321	35.8	35.15	72.2	98.45	1.360	39.1	38.4
65.8	87.15	1.322	35.9	35.25	72.4	98.80	1.362	39.2	38.5
66 »	87.50	1.323	36 »	35.35	72.5	99 »	1.363	39.3	38.6
66.2	87.50	1.324	36.1	35.4	72.6	99.20	1.364	39.4	38.6
66.4	88.15	1.325	36.2	35.5	72.8	99.55	1.365	39.5	38.7
66.5	88.35	1.326	36.3	35.6	73 »	99.90	1.367	39.6	38.8
66.6	88.50	1.327	36.3	35.7	73.2	100.20	1.368	39.6	38.9
66.8	88.85	1.328	36.4	35.8	73.4	100.65	1.369	39.7	39 »
67 »	89.20	1.329	36.5	35.9	73.5	100.84	1.370	39.8	39 »
67.2	89.55	1.330	36.6	36 »	73.6	101.05	1.371	39.8	39.1
67.4	89.90	1.331	36.7	36 »	73.8	101.40	1.372	39.9	39.2
67.5	90.05	1.332	36.75	36.1	74 »	101.75	1.373	40 »	39.3
67.6	90.25	1.333	36.8	36.2	74.2	102.15	1.374	40.1	39.4
67.8	90.55	1.334	36.9	36.3	74.4	102.50	1.375	40.2	39.5
68 »	90.95	1.335	37 »	36.3	74.5	102.70	1.376	40.3	39.5
68.2	91.30	1.336	37.1	36.4	74.6	102.88	1.377	40.4	39.6
68.4	91.65	1.337	37.2	36.5	74.8	103.25	1.378	40.5	39.7
68.5	91.80	1.338	37.3	36.6	75 »	203.60	1.379	40.6	39.8
68.6	92.00	1.339	37.4	36.6	75.2	104.00	1.380	40.6	39.9
68.8	92.35	1.340	37.4	36.7	75.4	104.35	1.382	40.7	40 »
69 »	92.70	1.341	37.5	36.8	75.5	104.55	1.383	40.7	40 »
69.2	93.05	1.342	37.6	36.9	75.6	104.75	1.384	40.8	40.1
69.4	93.40	1.343	37.8	37 »	75.8	105.10	1.385	40.9	40.2
69.5	93.60	1.344	37.9	37.1	76 »	105.50	1.386	41 »	40.3
69.6	93.75	1.345	37.9	37.2	76.2	105.88	1.387	41.1	40.4
69.8	94.10	1.346	38 »	37.3	76.4	106.25	1.388	41.2	40.5
70 »	94.50	1.347	38.1	37.4	76.5	106.40	1.389	41.3	40.6
70.2	94.85	1.348	28.2	37.5	76.6	106.60	1.390	41.4	40.6

MATIÈRES SUCRÉES

5

Degrés Baix-Dupont sucre % gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé		Degrés Baix-Dupont sucre % gr.	Degrés Vivien sucre % cc.	Densité réelle ou poids du litre à 15°	Degrés Baumé	
			Nouveaux corrigés	Anciens				Nouveaux corrigés	Anciens
76.8	107 »	1.392	41.5	40.7	80.2	113.55	1.413	43.2	42.3
77 »	107.39	1.393	41.6	40.8	80.4	113.95	1.415	43.3	42.4
77.2	107.75	1.394	41.7	40.9	80.5	114.15	1.416	43.3	42.5
77.4	108.15	1.395	41.8	41 »	80.6	114.40	1.417	43.4	42.6
77.5	108.35	1.396	41.9	41.1	80.8	114.70	1.418	43.5	42.7
77.6	108.55	1.397	42 »	41.2	81 »	115.15	1.420	43.6	42.8
77.8	108.90	1.398	42 »	41.2	81.2	115.57	1.421	43.7	42.9
78 »	109.30	1.399	42.1	41.3	81.4	115.95	1.423	43.8	43 »
78.2	109.70	1.400	42.2	41.4	81.5	116.15	1.424	43.9	43.1
78.4	110.05	1.401	42.3	41.5	81.6	116.35	1.425	44 »	43.2
78.5	110.30	1.402	41.3	41.5	81.8	116.75	1.426	44.1	43.2
78.6	110.45	1.403	42.4	41.6	82 »	117.15	1.427	44.1	43.3
78.8	110.85	1.404	42.5	41.7	82.2	117.55	1.428	44.2	43.3
79 »	111.25	1.405	42.6	41.8	82.4	117.90	1.429	44.3	43.4
79.2	111.60	1.406	42.6	41.8	82.5	118.15	1.430	43.3	43.4
79.4	112 »	1.407	42.7	41.9	82.6	118.30	1.431	44.4	43.5
79.5	112.20	1.409	42.8	42 »	82.8	118.70	1.432	44.5	43.6
79.6	112.40	1.410	42.9	42.1	83 »	119.10	1.434	44.6	43.7
79.8	112.80	1.411	43 »	42.1					
80 »	113.15	1.412	43.1	42.2					

**B. — Détermination de la densité**

Pour déterminer la densité d'un liquide on fait usage d'un des trois moyens distincts que nous allons décrire :

*(a) Au moyen du Pycnomètre*

C'est la méthode en usage aux essais de grande précision ; elle a pour principe la pesée directe d'un volume déterminé du liquide à essayer.



FIG. 2

On emploie dans ce but un petit flacon bouché à l'émeri, à col très étroit et portant un trait de jauge (fig. 2). Pour faire un essai, on détermine d'abord le poids du flacon rempli de l'eau distillée de 4° C., et on établit son volume en retranchant de ce poids la tare du flacon ; chaque gramme d'eau distillée à 4° C., remplissant exactement un centimètre cube, on n'a aucun calcul à faire. Dans le cas général, on fait cette opération avec de l'eau de la température ambiante, qui est un peu moins dense que celle de 4° C., et on divise le nombre de grammes par la densité de l'eau à la température

de l'essai, qu'on trouve dans la table XIV, afin d'avoir son volume exact (4).

Ceci une fois établi, on rince d'abord le flacon avec un peu de liquide à essayer et on le remplit ensuite jusqu'au trait de jauge, environ, on plonge le flacon dans un bain d'eau froide, afin de le ramener à la température normale de 15° C., on l'essuie avec soin, on ramène le niveau du liquide au trait de jauge, très exactement, et l'on pèse avec soin. En divisant le poids du liquide par celui de l'eau distillée à 4° C., on obtient la densité, ou le poids réel en kilogrammes, d'un litre de liquide essayé.

TABLE XIV  
*Densités de l'eau aux températures ordinaires (Rossetti)*

Température	DENSITÉ	Température	DENSITÉ	Température	DENSITÉ
0	0.999871	11	0.999655	22	0.997826
1	0.999928	12	0.999549	23	0.997601
2	0.999969	13	0.999430	24	0.997367
3	0.999991	14	0.999299	25	0.997120
4	1.000000	15	0.999160	26	0.996866
5	0.999990	16	0.999002	27	0.996603
6	0.999970	17	0.998841	28	0.996331
7	0.999933	18	0.998654	29	0.995051
8	0.999886	19	0.998460	30	0.995765
9	0.999824	20	0.998259	»	»
10	0.999747	21	0.998047	100	0.958650

Pour obtenir des résultats exacts, il faut que le col du flacon jaugeé n'ait

1. Pour des essais très exacts il faut tenir compte du poids de l'air déplacé par le liquide. A cet effet il suffit de retrancher  $\frac{1}{1000}$  du poids de l'eau.

pas plus d'un millimètre de diamètre intérieur ; le remplissage du flacon se fait alors à l'aide d'une pipette à boule, munie d'une poire à presser.

On désigne ce flacon jaugé par le nom spécial de *Pycnomètre*.

Pour obtenir des résultats de haute précision, on fait usage d'un pycnomètre proposé par *Sprengel* (<sup>1</sup>) représenté par la fig. 3. Il consiste en un tube ayant la forme d'un U, en verre mince, dont les deux extrémités sont recourbées en angles droits. Le diamètre intérieur de ces deux tubes capillaires est inégal ; l'un qui porte un trait indicateur *m*, est le plus gros et il a un diamètre d'environ 1/2 millimètre, alors que l'autre n'a qu'un diamètre de tout au plus 1/4 millimètre. Le remplissage de ce pycnomètre se fait en plongeant l'extrémité du tube *b* dans le liquide et en aspirant par un tube à boule *g* adapté à l'extrémité du tube *a*, comme l'indique la fig. 4. Lorsque

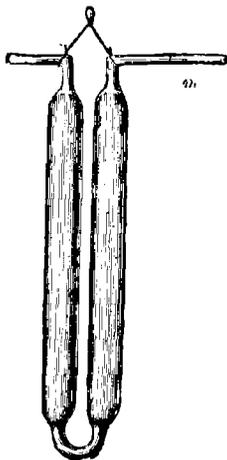


FIG. 3

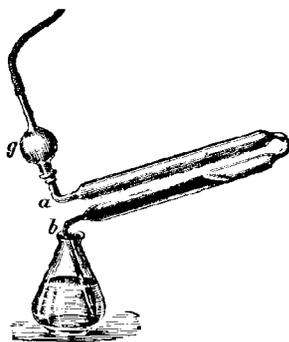


FIG. 4

le liquide sort par *a*, on enlève le tube à boule *g* et on plonge l'instrument dans un bain maintenu à la température normale. On retire ensuite le pycnomètre qu'on essuie avec soin et on observe le vide qui s'est formé dans le tube *b*, le tube capillaire *a* restant toujours plein. Si le liquide dépasse le trait indicateur *m*, on touche avec un bout de papier à filtrer l'extrémité du tube *a*, afin d'enlever une goutte ou deux de liquide. Dans le cas contraire, on touche l'extrémité de *a* avec une baguette portant une goutte de liquide à essayer que la capillarité du tube *a* fait absorber ; le mouvement se produit à travers tout le liquide contenu dans l'appareil, de sorte qu'on parvient

1. V. *Landolt*, *Das optische Drehungsvermoegen*, p. 134-135.

très facilement à régler ainsi l'arrière du liquide jusqu'au trait *m*. On suspend alors l'appareil par le fil qui le porte, au crochet de l'étrier d'une balance de précision et on pèse très exactement. En retranchant la tare du pycnomètre, on a le poids du liquide qu'on divise par le poids d'eau distillée préalablement déterminé et on a la densité cherchée.

(b) *Au moyen de la balance hydrostatique.*

Le principe de cette méthode repose sur la loi d'Archimède que tout corps plongé dans un liquide perd une partie de son poids égale au poids du volume de liquide déplacé. Dans la balance hydrostatique le corps solide est un flotteur d'un volume déterminé et mis en équilibre par un contrepoids. En plongeant le flotteur dans le liquide à essayer, il perd une partie de son poids et la différence exprime la densité du liquide, le volume du flotteur étant pris comme unité.

En sucrerie on emploie généralement la balance hydrostatique de *Mohr*, modifiée par *Westphal* et décrite par *Scheibler* (1). Elle se compose (fig. 5)

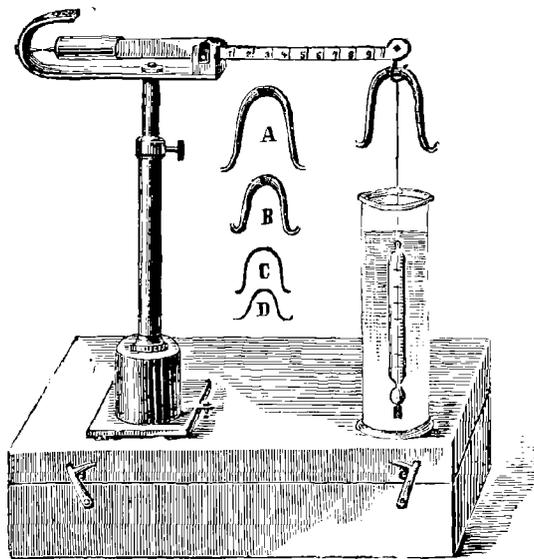


FIG. 5

d'un support et d'une tige métallique creuse dans laquelle peut se mouvoir une tige pleine supportant le fléau. La tige pleine se fixe à la hauteur voulue

1. V. Journal des fabricants de sucre du 6 septembre 1882.

au moyen d'une vis. Le fléau est muni à l'une de ses extrémités, d'un contre-poids et d'une aiguille. Celle-ci, dans l'état d'équilibre, est de niveau avec la pointe d'une autre aiguille à demeure. Le fléau repose en son point d'appui sur un couteau qui permet la libre oscillation, le bras droit du fléau est divisé en 10 parties égales ; chaque division est marquée par une échancrure numérotée, destinée à recevoir des petits poids en forme de cavaliers. Au point 10 se trouve un crochet auquel est attaché un fil de platine supportant un flotteur muni d'un thermomètre. Ce flotteur plonge dans une éprouvette contenant le liquide à essayer. Le support de la balance est muni d'une vis servant à régler l'horizontalité de l'appareil. Le fil de platine est garni, un peu au-dessus de l'anse du flotteur, d'un nœud qui indique jusqu'où le fil doit descendre dans le liquide.

Voici comment fonctionne la balance : après avoir réglé la vis du support de manière à ce que le pied soit bien horizontal, on enlève tous les poids, ainsi que l'éprouvette indiquée sur la figure ; le fléau est alors en équilibre et les deux aiguilles se correspondent. Si l'on place l'éprouvette contenant de l'eau de telle sorte que le flotteur plonge complètement dans le liquide, l'équilibre est rompu, par suite de la perte de poids du flotteur, et pour le rétablir, il faut accrocher au point 10 un poids précisément égal à celui perdu. Ce poids fait partie du nécessaire de la balance ; il est formé d'un fil métallique épais, courbé en cavalier, comme on le voit sur la figure. Dans ces conditions, la perte de poids du flotteur est compensée, le fléau est en équilibre et la densité, à la température de 15° C, est égale à l'unité.

Supposons maintenant que le liquide essayé soit un jus sucré, dont la densité, à la même température, est supérieure à celle de l'eau. A l'aide de la vis, on réglera la hauteur de la tige mobile et du fléau de telle façon que le fil de platine plonge dans le liquide jusqu'au point voulu ; à ce moment le poids accroché en 10° sera insuffisant pour établir l'équilibre et l'aiguille du fléau descendra au-dessous de la contre-aiguille, tandis que le crochet portant le cavalier s'élèvera. Pour rétablir l'équilibre, il faudra donc mettre des poids sur le bras divisé du fléau. Ces poids ou cavaliers, sont au nombre de quatre. Le plus gros, A, pèse autant que le poids accroché en 10°, destiné à compenser la perte du flotteur dans l'eau. Les trois autres poids B, C et D pèsent respectivement  $\frac{1}{10}$ ,  $\frac{1}{100}$  et  $\frac{1}{1000}$  du premier.

Le poids accroché en 10° étant reconnu insuffisant, on placera sur les échancrures des autres poids, en commençant par le plus lourd, A, qu'on mettra d'abord sur l'échancrure portant le n° 1, puis sur 2, 3, 4, etc., jus-

qu'au moment où l'aiguille du fléau se relève au-dessus de la contre-aiguille. On prendra ensuite le cavalier suivant B, et on déterminera sa place de la même façon ; puis le troisième, C, et le quatrième poids D, s'il est nécessaire pour rétablir l'équilibre. Avec un peu d'habitude, on parvient à la détermination de la densité en quelques minutes. Il arrive quelquefois qu'on est obligé de placer un poids dans une échancrure déjà occupée par un autre poids plus lourd ; à cet effet, les extrémités des poids sont recourbés en crochets, ce qui permet de les suspendre les uns sur les autres.

Pour prendre la densité d'un liquide moins lourd que l'eau, par exemple l'alcool, on enlève le poids accroché en 10° qui fait l'équilibre du flotteur plongé dans l'eau distillée, et on opère avec les autres poids tout à fait comme pour un liquide lourd. Avec un peu d'habitude on parvient de lire la densité directement sur le fléau de la balance ; les chiffres décimaux se suivant dans l'ordre des poids accrochés, dont la valeur de chacun est donné par le numéro de l'échancrure (1).

Dans la balance de *Westphal* le flotteur n'a pas un poids déterminé et les poids en forme de crochets sont ajustés au flotteur, de sorte que si ce dernier vient d'être cassé, les poids ne servent plus à rien. Cet inconvénient fut évité dans la balance de *Reimann*, dont l'aspect extérieur ne diffère en rien de celui de la balance de *Westphal*. Le flotteur de *Reimann* est construit de façon à déplacer un volume déterminé d'eau distillée, soit 10 centimètres cubes, par exemple, alors que son poids est ramené, au moyen d'un petit crochet suspendu au point 10 du fléau, à un poids également déterminé, soit 20 grammes par exemple. De cette façon les poids en crochets sont déterminés d'avance et peuvent servir pour tout flotteur construit dans les mêmes conditions. Dans l'exemple cité, le poids le plus lourd, A, est égal à 10 grammes, le suivant B = 1 gramme, C = 0 gr. 10 et D = 0 gr. 01

(c) *Au moyen de l'aréomètre ou densimètre.*

C'est le moyen le plus rapide pour la prise de la densité. L'aréomètre (ou densimètre) est un instrument en verre creux (fig. 6) fermé à ses deux extrémités, dont la partie supérieure est terminée par une tige portant une certaine graduation. Par suite de sa forme et le poids de ses parties, l'instrument possède la propriété de flotter perpendiculairement

1. La balance hydrostatique de *Westphale* étant ajustée pour l'eau distillée de 15° C., il faut multiplier les densités observées par 0.99916 pour les rapporter à celle de l'eau de 4° C., pris comme unité.

dan~~s~~ les liquides soumis à l'essai. Suivant le principe d'Archimède, le poids de l'instrument, lors de l'équilibre acquis dans la position du flotteur, est égal au poids du volume de liquide expérimenté, déplacé par la partie submergée de l'instrument. Il s'ensuit que plus la densité du liquide est élevée, moins sera grand le volume pesant autant que l'instrument aréométrique, c'est-à-dire que l'instrument devra plonger d'autant moins dans le liquide, que celui-ci est plus riche en matières dissoutes.



FIG. 6

On voit donc que le point jusqu'où l'instrument s'enfonce dans le liquide pour y flotter en équilibre, correspond exactement au poids d'un volume donné de la solution et que, par conséquent, il en *indique* le poids spécifique qui en fin de compte peut être pratiquement exprimé de différentes manières. Tous les instruments aréométriques présentent le même caractère, mais on désigne par différentes dénominations, suivant le but qu'on se propose, les mêmes densités ou les mêmes points d'indications. Ces dénominations se rapportent soit au poids spécifique (densimètre), soit à la teneur en sucre (saccharomètre), soit à un nombre fictif sans aucune signification (aréomètre Baumé), et qu'on peut traduire les uns des autres au moyen de tables de concordance.

L'aréomètre le plus ancien est celui de Baumé; son usage en sucrerie devrait être entièrement aboli, mais il est loin de l'être. Cet aréomètre ne fournit que des *degrés* sans signification pour la richesse qu'on veut trouver (1).

Il est vrai que la graduation repose sur une certaine base, c'est-à-dire sur les indications de l'instrument plongé dans certaines solutions plus ou moins denses, mais ces solutions, et par suite la graduation ou l'*échelle* de cet aréomètre, ne se trouvent pas en proportions simples avec les densités ou richesses des solutions sucrées. En effet, le point zéro de l'aréomètre Baumé, étant celui jusqu'où il plonge dans l'eau pure, le point 15 (15° Baumé) correspond à une solution de 15 % de sel marin; l'intervalle étant divisée en 15 parties égales ou degrés, on a prolongé la même division au-delà de 15, de sorte qu'à cette division on ne saurait attacher aucune idée concrète.

Les aréomètres pour la densité ou les *densimètres*, indiquent le poids spécifique en nombre décimaux absolus. Comme ces aréomètres sont construits pour les différences de densités les plus variées, ils peuvent servir pour le dosage de la richesse des solutions les plus différentes. Les indications con-

1, Voyez *Stammer, Sucre et non sucre* (Bruxelles 1888).

sistent pour toutes les solutions sucrées en l'*unité*, suivie d'un nombre de 3 ou 4 décimales, elles fournissent immédiatement le poids du litre de la solution en kilogrammes.

Souvent les densités indiquées sur l'échelle de l'instrument sont exprimées en abréviation ; soit 1°, 2°, 3°, etc., au lieu de 1,01, 1,02, 1,03, etc. Dans ces conditions, le point marqué 0° est celui jusqu'où le densimètre descend dans l'eau distillée. Ces degrés sont divisés en dixièmes ; on lit sur l'échelle 4°<sup>3</sup> pour la densité de 1.043, 5°<sup>6</sup> pour la densité de 1.056, etc. Ces indications sont désignées souvent par le nom de *degrés de densité*.

Il y a encore un troisième genre d'aréomètre qu'on désigne sous le nom de *saccharomètre*. Cet instrument porte une échelle spéciale, indiquant non la densité, mais la richesse en sucre % du liquide, c'est-à-dire qu'il descend jusqu'à 1° dans une solution de sucre pur de 1 %, jusqu'à 2° dans une solution sucrée de 2 % etc. En Allemagne on fait généralement usage du saccharomètre Brix, indiquant à la température de 17°<sup>5</sup> C. les taux en sucre % gramme de liquide soumis à l'épreuve ; le zéro de l'instrument correspond à l'eau distillée de la même température. En France on fait quelquefois usage d'un instrument analogue portant les *Degrés Vivien*, c'est-à-dire les tant pour % de sucre du *volume*, ou les *degrés Dupont*, c'est-à-dire les tant pour % de sucre du poids du liquide essayé. Tous les deux instruments français sont jaugés, comme les densimètres, à la température de 15° C., le zéro de l'échelle étant le point jusqu'où l'instrument descend dans l'eau distillée de 4° C.

Des indications de ces instruments on peut déduire facilement les indications d'une autre graduation, en consultant les *tables de concordance* de Balling (IX et X) et de Vivien-Dupont (XII et XIII) reproduites plus haut.

Quel que soit l'indication qu'on cherche et quel que soit l'instrument dont on fait usage, il faut avoir soin d'opérer à la température normale qui est de 15° C. pour les instruments français, et de 17°<sup>5</sup> C. pour le *saccharomètre de Brix*, usité en Allemagne. Cette condition n'est pas toujours facile à remplir, surtout aux essais industriels qu'on est obligé de faire très rapidement. On peut cependant en tenir compte en faisant l'essai à la température ambiante du laboratoire et en corrigeant le résultat au moyen des tables spéciales qu'on a calculé avec beaucoup de soin.

Pour les essais de *densités*, on fait usage de la table XV, calculée par F. Dupont (1), laquelle est disposée d'une façon très pratique. On cherche

1. V. F. Dupont, Bulletin de l'Association des chimistes, t. I, p. 114.

TABLE XV. — CORREC  
Suivant les tempéra  
DEN

	5°	5°1	5°2	5°3	5°4	5°5	5°6	5°7	5°8	5°9	6°	6°1	6°2	6°3	6°4
1°	4.725	4.825	4.925	5.035	5.125	5.225	5.325	5.45	5.55	5.65	5.725	5.825	5.925	6.025	6.125
2.	4.725	4.85	4.95	5.05	5.150	5.250	5.350	5.45	5.55	5.65	5.75	5.85	5.95	6.05	6.15
3.	4.75	4.85	4.95	5.05	5.15	5.275	5.375	5.475	5.575	5.675	5.75	5.85	5.95	6.05	6.15
4.	4.75	4.875	4.975	5.075	5.175	5.275	5.375	5.475	5.575	5.675	5.775	5.875	5.975	6.075	6.175
5.	4.775	4.9	5.0	5.1	5.2	5.3	5.4	5.5	5.6	5.7	5.8	5.9	6.	6.1	6.2
6.	4.8	4.9	5.0	5.1	5.225	5.325	5.425	5.525	5.625	5.725	5.825	5.925	6.025	6.125	6.225
7.	4.8	4.925	5.025	5.125	5.225	5.325	5.425	5.525	5.625	5.725	5.825	5.950	6.05	6.15	6.25
8.	4.825	4.95	5.05	5.15	5.25	5.35	5.45	5.550	5.65	5.75	5.85	5.95	6.05	6.15	6.25
9.	4.85	4.975	5.075	5.175	5.275	5.375	5.475	5.575	5.675	5.775	5.875	5.975	6.075	6.175	6.275
10.	4.875	4.975	5.1	5.2	5.3	5.4	5.5	5.6	5.7	5.8	5.9	6.	6.1	6.2	6.3
11.	4.9	5.0	5.1	5.2	5.3	5.4	5.525	5.625	5.725	5.825	5.925	6.025	6.125	6.225	6.325
12.	4.925	5.025	5.125	5.225	5.325	5.425	5.525	5.625	5.725	5.825	5.925	6.05	6.15	6.25	6.45
13.	4.950	5.05	5.15	5.25	5.35	5.45	5.55	5.65	5.75	5.85	5.95	6.05	6.15	6.25	6.375
14.	4.975	5.075	5.175	5.275	5.375	5.475	5.575	5.675	5.775	5.875	5.975	6.075	6.175	6.275	6.375
15.	5.0	5.1	5.2	5.3	5.4	5.5	5.6	5.7	5.8	5.9	6.	6.1	6.2	6.3	6.4
16.	5.0	5.1	5.2	5.3	5.4	5.5	5.6	5.7	5.8	5.925	6.025	6.125	6.225	6.325	6.425
17.	5.025	5.125	5.225	5.325	5.425	5.525	5.625	5.725	5.825	5.925	6.025	6.15	6.25	6.35	6.45
18.	5.05	5.150	5.25	5.35	5.45	5.55	5.65	5.75	5.85	5.95	6.05	6.15	6.25	6.35	6.45
19.	5.075	5.15	5.275	5.35	5.475	5.575	5.675	5.775	5.875	5.975	6.075	6.175	6.275	6.375	6.475
20.	5.1	5.175	5.275	5.375	5.5	5.6	5.7	5.8	5.9	6.	6.1	6.2	6.3	6.4	6.5
21.	5.1	5.2	5.3	5.4	5.5	5.6	5.7	5.8	5.9	6.025	6.125	6.225	6.325	6.425	6.525
22.	5.125	5.225	5.325	5.425	5.525	5.625	5.725	5.825	5.925	6.025	6.15	6.25	6.35	6.45	6.55
23.	5.15	5.250	5.35	5.45	5.55	5.65	5.750	5.85	5.95	6.05	6.175	6.275	6.375	6.475	6.575
24.	5.175	5.275	5.375	5.475	5.575	5.675	5.775	5.875	5.975	6.075	6.2	6.3	6.4	6.5	6.6
25.	5.2	5.3	5.4	5.5	5.6	5.7	5.8	5.9	6.	6.1	6.225	6.325	6.425	6.525	6.625
26.	5.225	5.325	5.425	5.525	5.625	5.725	5.825	5.925	6.025	6.125	6.25	6.35	6.45	6.55	6.65
27.	5.25	5.35	5.45	5.55	5.65	5.75	5.85	5.95	6.05	6.15	6.275	6.375	6.475	6.575	6.675
28.	5.275	5.375	5.475	5.575	5.675	5.775	5.875	5.975	6.075	6.175	6.3	6.4	6.5	6.6	6.7
29.	5.3	5.4	5.5	5.7	5.7	5.8	5.9	6.	6.1	6.2	6.325	6.425	6.525	6.625	6.725
30.	5.3	5.4	5.5	5.6	5.7	5.8	5.925	6.025	6.125	6.225	6.35	6.45	6.55	6.65	6.75
	5°	5°1	5°2	5°3	5°4	5°5	5°6	5°7	5°8	5°9	6°	6°1	6°2	6°3	6°4

TEMPÉRATURES EN DEGRÉS CENTIGRADS

**TION DES DENSITÉS**  
**tures, d'après F. DUPONT**  
**SITÉS**

6°5	6°6	6°7	6°8	6°9	7°	7°1	7°2	7°3	7°4	7°5	7°6	7°7	7°8	7°9	8°	
6.225	6.325	6.425	6.525	6.625	6.725	6.825	6.925	7.0	7.1	7.2	7.3	7.4	7.475	7.575	7.675	1.0
6.25	6.35	6.45	6.55	6.65	6.75	6.85	6.95	7.025	7.125	7.225	7.325	7.425	7.5	7.6	7.7	2.
6.25	6.35	6.45	6.55	6.65	6.75	6.85	6.95	7.05	7.15	7.250	7.35	7.45	7.525	7.625	7.725	3.
6.275	6.375	6.475	6.575	6.675	6.775	6.875	6.975	7.075	7.125	7.275	7.375	7.475	7.55	7.65	7.75	4.
6.3	6.4	6.5	6.6	6.7	6.8	6.9	7.	7.1	7.2	7.3	7.4	7.5	7.575	7.675	7.775	5.
6.325	6.425	6.525	6.625	6.725	6.825	6.925	7.025	7.125	7.225	7.325	7.425	7.525	7.6	7.7	7.8	6.
6.35	6.45	6.55	6.65	6.75	6.85	6.95	7.05	7.15	7.25	7.35	7.45	7.55	7.625	7.725	7.825	7.
6.35	6.45	6.575	6.675	6.75	6.85	6.95	7.05	7.175	7.275	7.375	7.475	7.575	7.65	7.75	7.85	8.
6.65	6.475	6.575	6.675	6.775	6.875	6.975	7.075	7.175	7.275	7.375	7.475	7.575	7.675	7.775	7.875	9.
6.4	6.5	6.6	6.7	6.8	6.9	7.	7.1	7.2	7.3	7.4	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	10.
6.425	6.525	6.625	6.725	6.825	6.925	7.025	7.125	7.225	7.325	7.425	7.525	7.625	7.725	7.825	7.925	11.
6.45	6.55	6.65	6.75	6.85	6.95	7.05	7.15	7.25	7.35	7.45	7.55	7.65	7.750	7.85	7.95	12.
6.475	6.575	6.65	6.75	6.875	6.975	7.075	7.175	7.275	7.375	7.475	7.575	7.675	7.775	7.875	7.975	13.
6.475	6.575	6.675	6.775	6.875	6.975	7.075	7.175	7.275	7.375	7.475	7.575	7.675	7.775	7.9	8.	14.
6.5	6.6	6.7	6.8	6.9	7.	7.1	7.2	7.3	7.4	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8.	15.
6.525	6.625	6.725	6.825	6.925	7.025	7.125	7.225	7.325	7.425	7.525	7.625	7.725	7.825	7.925	8.025	16.
6.55	6.65	6.75	6.85	6.95	7.05	7.15	7.250	7.35	7.45	7.55	7.65	7.75	7.85	7.95	8.05	17.
6.55	6.65	6.75	6.85	6.95	7.075	7.175	7.275	7.375	7.475	7.575	7.675	7.775	7.875	7.975	8.075	18.
6.575	6.675	6.775	6.875	6.975	7.1	7.2	7.3	7.4	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8.	8.1	19.
6.6	6.7	6.8	6.9	7.	7.125	7.225	7.325	7.425	7.525	7.625	7.725	7.825	7.925	8.025	8.125	20.
6.625	6.725	6.825	6.925	7.025	7.150	7.250	7.350	7.45	7.545	7.65	7.75	7.85	7.95	8.05	8.150	21.
6.65	6.75	6.85	6.95	7.05	7.175	7.275	7.375	7.475	7.575	7.675	7.775	7.875	7.975	8.075	8.175	22.
6.675	6.775	6.875	6.975	7.075	7.2	7.3	7.4	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8.	8.1	8.2	23.
6.7	6.8	6.9	7.	7.1	7.225	7.325	7.425	7.525	7.625	7.725	7.825	7.925	8.025	8.125	8.225	24.
6.725	6.825	6.925	7.025	7.125	7.250	7.350	7.450	7.55	7.65	7.75	7.85	7.95	8.050	8.15	8.25	25.
6.75	6.85	6.95	7.05	7.15	7.275	7.375	7.475	7.575	7.675	7.775	7.875	7.975	8.075	8.175	8.275	26.
6.775	6.875	6.975	7.075	7.175	7.3	7.4	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8.	8.1	8.2	8.3	27.
6.8	6.9	7.	7.1	7.2	7.325	7.450	7.525	7.625	7.750	7.85	7.950	8.05	8.15	8.25	8.350	28.
6.825	6.925	7.025	7.125	7.225	7.375	7.475	7.575	7.65	7.775	7.875	7.975	8.075	8.175	8.275	8.375	29.
6.850	6.95	7.050	1.150	7.250	7.4	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8.	8.1	8.2	8.3	8.4	30.
6°5	6°6	6°7	6°8	6°9	7°	7°1	7°2	7°3	7°4	7°5	7°6	7°7	7°8	7°9	8°	

TEMPÉRATURES EN DEGRÉS CENTIGRADES

TABLE XVI.

Corrections des degrés Balling pour des températures autres que 17,5° C. (1)

Température centigrade	DEGRÉS BALLING DE LA SOLUTION												
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60	70	75
A SOUSTRAIRE DE L'INDICATION ARÉOMÉTRIQUE													
0°	0.27	0.30	0.41	0.52	0.62	0.72	0.82	0.92	0.98	1.11	1.22	1.25	1.29
5	0.23	0.30	0.37	0.44	0.52	0.59	0.65	0.72	0.75	0.80	0.88	0.91	0.94
10	0.20	0.26	0.29	0.33	0.36	0.39	0.42	0.45	0.48	0.50	0.54	0.58	0.61
11	0.18	0.23	0.26	0.28	0.31	0.34	0.36	0.39	0.41	0.43	0.47	0.50	0.53
12	0.16	0.20	0.22	0.24	0.26	0.29	0.31	0.33	0.34	0.36	0.40	0.42	0.46
13	0.14	0.18	0.19	0.21	0.22	0.24	0.26	0.27	0.28	0.29	0.33	0.35	0.39
14	0.12	0.15	0.16	0.17	0.18	0.19	0.21	0.22	0.22	0.23	0.26	0.28	0.32
15	0.09	0.11	0.12	0.14	0.14	0.15	0.16	0.17	0.17	0.18	0.19	0.21	0.25
16	0.06	0.07	0.08	0.09	0.10	0.10	0.11	0.12	0.12	0.12	0.14	0.16	0.18
17	0.02	0.02	0.03	0.03	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.05	0.05	0.06
A AJOUTER A L'INDICATION ARÉOMÉTRIQUE													
18	0.02	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.02
19	0.06	0.08	0.08	0.09	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.08	0.06
20	0.11	0.14	0.15	0.17	0.17	0.18	0.18	0.18	0.19	0.19	0.18	0.15	0.11
21	0.16	0.20	0.22	0.24	0.24	0.25	0.25	0.25	0.26	0.26	0.25	0.22	0.18
22	0.21	0.26	0.29	0.31	0.31	0.32	0.32	0.32	0.33	0.34	0.32	0.29	0.25
23	0.27	0.32	0.35	0.37	0.38	0.39	0.39	0.39	0.40	0.42	0.39	0.36	0.33
24	0.32	0.38	0.41	0.43	0.44	0.46	0.46	0.47	0.47	0.50	0.46	0.43	0.40
25	0.37	0.44	0.47	0.49	0.51	0.53	0.54	0.55	0.56	0.58	0.54	0.51	0.48
26	0.43	0.50	0.54	0.56	0.58	0.60	0.61	0.62	0.62	0.66	0.62	0.58	0.55
27	0.49	0.57	0.61	0.63	0.65	0.68	0.68	0.69	0.70	0.74	0.70	0.65	0.62
28	0.56	0.64	0.68	0.70	0.72	0.76	0.76	0.78	0.78	0.82	0.78	0.72	0.70
29	0.63	0.71	0.75	0.78	0.79	0.84	0.84	0.86	0.86	0.90	0.86	0.80	0.78
30	0.70	0.78	0.82	0.87	0.87	0.92	0.92	0.04	0.94	0.98	0.94	0.88	0.86
35	1.10	1.17	1.22	1.24	1.30	1.32	1.33	1.35	1.36	1.39	1.34	1.27	1.25
40	1.50	1.61	1.67	1.71	1.73	1.79	1.79	1.80	1.82	1.83	1.78	1.69	1.65
50	—	2.65	2.71	2.74	2.78	2.80	2.80	2.80	2.80	2.79	2.70	2.56	2.51
60	—	3.87	3.88	3.88	3.88	3.88	3.88	3.88	3.90	3.82	3.70	3.43	3.41
70	—	—	5.18	5.20	5.14	5.13	5.10	5.08	5.06	4.90	4.72	4.47	4.35
80	—	—	6.62	6.59	6.54	6.46	6.38	6.30	6.26	6.06	5.82	6.50	5.33

1. Sacchs, Sucrierie belge t, XI, p. 229, et Stammer Ergaenzungsband, p. 24

dans la colonne verticale à gauche la température observée pendant l'essai, et dans la colonne horizontale supérieure — la densité marquée par l'instrument; au point d'intersection des deux colonnes on lira le chiffre de la densité ramenée à 15° C. Soit par exemple un jus sucré accusant, à la température de 25° C., la densité de 5°9; la densité corrigée sera de 6°1.

La table XVI, calculée par F. Sachs, est disposée de façon à indiquer les corrections des degrés Balling observés sur le *saccharomètre*, pour les ramener à la température de 17°5 C., pour laquelle est construite la table de concordance de Balling. On en fait usage principalement en Allemagne, où le saccharomètre Balling remplace les densimètres et les aréomètres.

---

## VII,

### **Saccharimétrie optique basée sur le pouvoir rotatoire des sucres.**

Le dosage quantitatif du sucre de canne, et très souvent le dosage de tout autre sucre, sont effectués par la méthode optique, basée sur la propriété que possèdent les sucres (ainsi que certaines autres matières organiques) de dévier le plan de la lumière polarisée. A cet effet, on fait usage d'appareils spéciaux désignés sous le nom de polarimètres ou saccharimètres, selon qu'ils sont destinés à mesurer l'angle de la déviation imprimée au plan de la lumière polarisée, par une couche de liquide contenant la matière à essayer, ou qu'ils sont munis d'une échelle spéciale donnant directement la richesse saccharine d'une dissolution de sucre de canne.

Avant d'entrer dans la description détaillée de ces appareils et de leur usage, nous croyons utile d'exposer brièvement les principes théoriques de la polarisation et du pouvoir rotatoire spécifique des sucres.

#### A. — La lumière polarisée.

Lorsqu'un rayon de lumière ordinaire a éprouvé dans sa nature intime une modification particulière par suite de laquelle il a perdu plus ou moins complètement la propriété de se réfléchir ou de se répartir dans certaines direc-

tions, on dit qu'il est *polarisé* et l'on nomme *polarisation* le phénomène lui-même.

Ce nom a été donné parce que, dans le système de l'émission, on admettait, pour expliquer ce phénomène, que les molécules lumineuses prenaient des pôles et s'orientaient dans une même direction à la façon des aimants.

La polarisation d'un rayon de lumière ordinaire peut être produite par des causes très nombreuses, telles que la *réflexion*, la *réfraction*, l'*électricité* et d'autres. Nous ne nous occuperons ici que de la *polarisation* produite par réflexion et celle qui a pour cause la *double réfraction*, cette dernière étant la base de la saccharimétrie optique (1).

(1) *Polarisation par réflexion*. — Quand un rayon de lumière ordinaire n'ayant subi ni réflexion ni réfraction, rencontre une lame de verre sous un angle de  $35^{\circ} 25'$  avec la surface, il est polarisé par *réflexion*, c'est-à-dire qu'il a perdu la propriété de se réfléchir sous la même incidence sur un deuxième plan de verre, si ce plan est perpendiculaire au premier. Ce rayon polarisé s'éteint d'autant moins que ces deux plans tendent davantage vers le parallélisme. Le plan de polarisation d'un rayon de lumière est le plan d'incidence par lequel ce rayon réfléchi est polarisé.

Pour produire et constater la polarisation par réflexion on se sert de certains appareils, dont le plus simple est celui de *Marius*, perfectionné par *Biot*. Il se compose essentiellement de deux lames de verre noir, disposées aux extrémités d'un tube métallique de manière à pouvoir prendre différentes positions.

L'angle de polarisation d'une substance est l'angle que doit faire le rayon incident avec la surface plane et polie de cette substance pour que le rayon réfléchi soit polarisé le plus complètement possible. Ainsi, on a trouvé la valeur de ces angles : pour le verre  $35^{\circ} 25'$  ; pour le quartz  $32^{\circ} 28'$  ; pour le diamant  $22^{\circ}$  ; pour l'obsidienne (verre noir naturel polarisant très bien la lumière)  $30^{\circ} 30'$  et pour l'eau  $37^{\circ} 15'$ .

(2) *Polarisation par réfraction simple*. — Un rayon de lumière qui a traversé sous un angle de  $35^{\circ} 25'$ , une pile de lames minces de verres à faces parallèles est polarisé, car si on le reçoit sous une seconde pile de glaces inclinées de même, on constate que, quand le plan d'incidence et de réfraction sur la seconde pile est perpendiculaire au plan d'incidence et de réfraction (plan de polarisation) sur la première, il y a extinction plus ou moins complète de

1. L'étude détaillée des propriétés de la lumière polarisée étant hors des cadres d'un traité d'analyse, nous nous sommes bornés à retracer en grands traits ce chapitre important de la physique.

la lumière et que, par toute autre position relative de ces plans, la lumière polarisée traverse les deux milieux réfringents, le maximum d'intensité lumineuse ayant lieu lorsque les plans sont parallèles

(3) *Polarisation par double réfraction.* — Lorsqu'un rayon de lumière ordinaire traverse un rhomboèdre de Spath d'Islande (carbonate de chaux cristallisé), il se modifie à l'intérieur du cristal, en donnant lieu à deux rayons émergents qui, tous les deux, sont *polarisés* ; l'un nommé *rayon ordinaire* parce qu'il suit les lois ordinaires de la réfraction, l'autre *rayon extraordinaire* qui suit d'autres lois. On reconnaît le fait de la polarisation dans ce cas, par l'éclat variable que présentent ces rayons lorsqu'on les fait tomber, sous un angle de  $35^{\circ} 25'$ , sur une lame de verre et qu'on fait varier successivement la position du plan de réflexion sans changer l'angle de leur incidence.

Pour produire la lumière polarisée par double réfraction, on fait usage d'un prisme de Nicol (1) formé des deux moitiés d'un rhomboèdre de Spath d'Islande, scié suivant ses grandes diagonales et soudé ensuite, dans la même position, avec du baume de Canada, dont l'indice de réfraction est intermédiaire entre celui du rayon ordinaire et celui du rayon extraordinaire ; de sorte qu'un rayon polarisé en pénétrant dans le Nicol suivant la longueur du prisme, se dédouble en rayon ordinaire qui subit la réflexion totale et se trouve arrêté par un diaphragme, tandis que le rayon extraordinaire passe seul avec ses propriétés de rayon polarisé.

Tous les polarimètres et saccharimètres sont composés de deux prismes distincts : le *polariseur* qui imprime à la lumière naturelle les propriétés de la polarisation, et l'*analyseur*, à l'aide duquel on peut reconnaître l'effet de la polarisation. Ordinairement, les deux prismes sont de même nature, soit deux prismes biréfringents de Nicol, de Savart, de Senarmont etc.

(4) *Polarisation rotatoire.* — Lorsque deux miroirs de verre sont disposés de manière que la lumière polarisée par le premier soit éteinte par le second, l'introduction entre ces deux glaces d'une lame de quartz, taillée perpendiculairement à l'axe, a la propriété de faire reparaître les rayons lumineux qui se montrent rassemblés en un faisceau coloré (2). Le même effet se produit en plaçant le quartz entre deux prismes de Nicol (polariseur et analyseur). Le plan de la polarisation a donc tourné d'un certain angle, nommé *angle de polarisation ou de rotation*, que l'on détermine en faisant tour-

1. Appelé aussi du nom de l'inventeur.

2. C'est Arago qui découvrit ce phénomène en 1811.

ner l'analyseur jusqu'à ce qu'on obtienne de nouveau l'extinction de la lumière, ou la réduction au minimum d'éclat.

Si l'on opère avec de la lumière blanche, les rayons polarisés présentent les couleurs spectrales, l'angle de polarisation varie avec les nuances et est d'autant plus grand que la couleur en considération est plus réfrangible. Pour une lame de quartz d'un millimètre d'épaisseur l'angle de rotation est, d'après *Biot* de  $17^{\circ} 30'$  pour la lumière rouge, de  $24^{\circ}$  pour la lumière jaune et de  $44^{\circ}$  pour la lumière violette.

Les phénomènes de la rotation ont été étudiés par *Biot* qui en a déterminé les lois.

Il a trouvé que la rotation ou l'angle de polarisation est proportionnelle à l'épaisseur de la lame de quartz placée entre les deux Nicols. Il a trouvé aussi qu'il existe deux espèces différentes de quartz, dont l'une dévie le plan de polarisation à *droite* et l'autre le tourne dans le sens opposé, et il nomme la première espèce *quartz dextrogyre* et la seconde *quartz lévogyre*. Sous la même épaisseur, les deux espèces de quartz donnent des effets égaux de polarisation, mais de signes contraires. Cette différence tient aux formes cristallines des deux variétés, dont l'une a des facettes hémédriques tournées *vers la droite* et l'autre les a tournées *vers la gauche*.

Jusqu'en 1825, le quartz fut la seule substance présentant le pouvoir rotatoire. Depuis, on a étudié un grand nombre de matières organiques, naturelles ou artificielles, ainsi que plusieurs composés minéraux qui jouissent également de cette propriété ; les unes à l'état solide seulement, d'autres en dissolution dans un liquide optiquement inactif et quelques unes même à l'état de vapeurs. Tels sont par exemple *tous les sucres*, les huiles volatiles, l'essence de thérébentine, les alcaloïdes et les gommés en dissolution dans l'eau ; les chlorates et bromates de soude, le cinabre, le quartz etc., à l'état solide (1).

#### B.— Le pouvoir rotatoire spécifique.

Nous avons vu plus haut qu'elle est la rotation du quartz et les lois qu'elle suit. Des lois analogues ont été déterminées par *Biot* pour les matières ayant un pouvoir rotatoire à l'état de solutions dans des liquides inactifs :

(1) *L'angle de rotation est proportionnel à l'épaisseur de la couche de la solution que traverse le rayon de lumière polarisée.*

1. V. *Lami*, Dictionnaire de l'Industrie et des Arts industriels, mot *polarisation*, ainsi que *Pellet et Sencier*, La Fabrication du sucre, p. 177-198, qui donnent sur ce sujet des détails intéressants.

(2) Si le rayon de lumière polarisée passe à travers plusieurs liquides différents, l'angle de polarisation sera égal à la somme ou à la différence des rotations produites par chaque liquide séparément.

Pour comparer les rotations produites par différentes matières, Biot a proposé de les ramener à l'unité de densité et d'épaisseur. Cette dernière est d'un millimètre pour des substances solides et d'un décimètre pour des matières en dissolution, dont le pouvoir rotatoire est beaucoup inférieur à celui de matières solides. La rotation ainsi exprimée est appelée *pouvoir rotatoire spécifique* de la matière examinée.

Il en résulte que si on désigne par

$\alpha$  l'angle de polarisation observé,

$l$  l'épaisseur en décimètres de la solution observée,

$d$  densité de la solution,

$p$  poids de la matière active % grammes de solution,

$c = p d$  poids en grammes de matière active contenue dans 100 c. cubes de la solution,

le pouvoir rotatoire spécifique  $[\alpha]$  de la matière en question sera donné par la formule

$$[\alpha] = \frac{100 \alpha}{l.p.d}$$

Cette formule exige la connaissance de la proportion de matière active % de solution (en poids), la valeur de  $p$ , ainsi que la densité de la solution ( $d$ ). On peut cependant remplacer ces deux indications par la valeur de  $C$ , indiquant la quantité de matière active (en grammes) contenue dans 100 c. cubes de solution ( $p d$ ) ; on aura alors une formule beaucoup plus simple exprimant le pouvoir rotatoire spécifique,

$$[\alpha] = \frac{100 \alpha}{l.c},$$

qui est celle qu'on emploie généralement dans les études de matières optiquement actives.

Comme le pouvoir rotatoire spécifique d'une matière donnée diffère avec la nuance de la lumière qu'on emploie, il importe de la désigner ainsi :  $[\alpha]_r$  pour le rouge,  $[\alpha]_j$  pour la lumière ordinaire dite teinte sensible et  $[\alpha]_D$  pour la lumière monochromatique produite au moyen d'un sel de sodium.

Pour le quartz  $[\alpha]_D = 21.67^\circ$  (ou  $21^\circ 40'$ ) (1) ; pour le sucre de canne

1. Selon qu'on divise chaque degré d'arc en 100 parties égales ou en 60 minutes.

$[\alpha]_D = 66.5$  ; pour le sucre de raisin (dextrose anhydride)  $[\alpha]_D = 53.0$  ; pour le maltose (sucre de bière)  $[\alpha]_D = 138.3$  et pour le lactose  $[\alpha]_D = 52.53$ .

La valeur  $[\alpha]_j$ , c'est-à-dire l'observation faite avec la teinte sensible, est supérieure à celle de  $[\alpha]_D$ , et la proportion de ces deux valeurs varie légèrement avec la nature de la matière soumise à l'observation. *Montgolfier* a donné les proportions suivantes (1) :

Quartz	$[\alpha]_D : [\alpha]_j = 1 : 1.131$
Solutions sucrées	« « = 1 : 1.129
Camphre en solutions alcooliques	« « = 1 : 1.198
Huile de thérébentine	« « = 1 : 1.243

Les pouvoirs rotatoires des différents sucres ont été déterminés par un grand nombre de savants, sans qu'ils aient obtenus des résultats concordants. Cela tient à ce que les dernières observations ont été faites avec des polarimètres perfectionnés, permettant l'observation certaine des solutions de concentrations différentes et très faibles.

Pendant longtemps on a cru que le pouvoir rotatoire des sucres, et notamment du saccharose et du dextrose, est constant, du moins pour une température déterminée. Depuis 1877 on sait que la chose n'est pas ainsi, que, par exemple, le pouvoir rotatoire spécifique du sucre de canne est plus élevé dans les solutions faibles que dans les concentrations fortes, tandis que le sucre de raisin (dextrose) présente le phénomène inverse, c'est-à-dire que son pouvoir rotatoire spécifique augmente avec la concentration.

Voici les formules exprimant le pouvoir rotatoire spécifique des principaux sucres, selon les observations les plus récentes. (Dans ces formules, P = sucre pour 100 de solution).

(1) Pour le *sucre de canne* (selon Tollens)

$$[\alpha]_D = 66.386 + 0.015035 P - 0.0003986 P^2,$$

d'où résulte la valeur presque constante de  $[\alpha]_D = 66.5$  donné plus haut pour des solutions contenant moins de 25 % de sucre.

(2) Pour le *sucre de raisin* (dextrose)

$$[\alpha]_D = 52.50 + 0.018796 P - 0.00051683 P^2,$$

1. V. *Montgolfier*, Bulletin de la Société chimique de Paris, t. XXII, p. 489.

d'où on a déduit la valeur  $[\alpha]_D = 53.0$  qui est exacte pour la concentration n'excédant pas 14 %.

(3) Pour le *lévulose* on a des valeurs très variables pour  $[\alpha]_D$ , telle que  $\alpha]_D = -93$  résultant des travaux de Dubrunfaut etc ; mais il est difficile d'en faire un usage pratique pour la saccharimétrie, le pouvoir rotatoire du lévulose étant très variable avec les différentes températures.

(4) Pour le *sucre inverti*, résultant de l'inversion, par un acide, du sucre de canne, le pouvoir rotatoire varie avec les températures. Lippmann a obtenu les valeurs suivantes pour  $[\alpha]_D$  (la rotation étant à gauche) :

$$-27.9 \text{ à } 0^\circ \text{C} ; \quad -24.5 \text{ à } 10^\circ \text{C} ; \quad -21.4 \text{ à } 20^\circ \text{C} \quad \text{et} \quad -18.0 \text{ à } 30^\circ \text{C}.$$

En pratique on se sert de la formule donnée par Clerget, basée sur le fait qu'une solution sucrée indiquant + 100 au saccharimètre, donnera après l'inversion  $-44$  à  $0^\circ \text{C}$  ou  $-(44 - \frac{t}{2})$  (pour la température  $t$ ) (1).

(5) Le pouvoir rotatoire spécifique du *maltose* est exprimé par la formule (selon Meissl)

$$[\alpha]_D = 140.375 - 0.01837 P - 0.095 T$$

dans laquelle  $P =$  la teneur en sucre % de solution et  $T =$  température de l'observation, soit  $[\alpha]_D = 138.3$  pour la température de  $20$  et des solutions d'environ 10 %.

(6) Le pouvoir rotatoire du *sucre de lait* est le seul qui ne varie pas avec les concentrations, du moins, pas au dessous de 36 % ; il est exprimé par la formule  $[\alpha]_D = 52.53$  que nous avons déjà indiqué plus haut.

Il nous reste encore à remarquer que le sucre de raisin (dextrose), le sucre de bière (maltose) et le sucre de lait (lactose) possèdent la propriété appelée *birotation*, (comme il a été dit plus haut, chapitre III), c'est-à-dire qu'ils ont un pouvoir rotatoire plus fort dans les solutions fraîchement préparées que dans celles qui ont séjourné 24 heures. Les chiffres donnés pour  $[\alpha]_D$  sont naturellement pour une solution ayant séjourné 24 heures au moins, car c'est alors seulement que la rotation devient constante. On peut obtenir le même effet en portant à l'ébullition des solutions fraîchement préparées.

(7) Le pouvoir rotatoire spécifique du *raffinose* est  $[\alpha]_D = 104.5$ , presque constant. Après l'inversion, le raffinose tourne encore à droite, et nous aurons plus loin l'occasion d'y revenir.

1. Cette formule n'est pas tout à fait exacte ; au lieu de  $-44$ , on obtient  $-42.4$  (Landolt). V. Chapitre IX et X.

(8) Le pouvoir rotatoire de la *dextrine* est  $[\alpha]_D = 194.8$ .

(9) La *saccharine* découverte par *Péligot*, a un pouvoir rotatoire  $[\alpha]_D = 93.5$  à  $93.8$ .

Nous verrons plus loin comment on peut se servir de ces formules pour le dosage quantitatif de chacun de ces principes sucrés. Nous nous sommes bornés aux sucres, au raffinose et à la saccharine parce que les autres matières optiquement actives, très nombreuses d'ailleurs, n'entrent point dans les cadres du présent traité (1).

### C. Les polarimètres et les saccharimètres à couleurs.

Nous avons dit plus haut que chaque appareil de polarisation se compose de deux prismes de Nicol, un *polariseur* et un *analyseur*, placés chacun à l'extrémité d'un support horizontal maintenu sur une colonne verticale. Le prisme polariseur tourné vers la flamme, est fixe, tandis que le prisme analyseur peut être mis en mouvement que suit en même temps une petite aiguille, servant comme index sur la division en degrés d'arc d'un cadran fixe.

Telle fut en effet la composition de l'ancien polarimètre de *Mitscherlich*, actuellement remplacé par d'autres instruments, permettant l'observation polarimétrique avec une plus grande précision.

(1) La première et la plus importante modification du polarimètre fut l'instrument construit par *Soleil*, spécialement pour le dosage des sucres, et appelé par conséquent *saccharimètre* (2); il est représenté par la figure 7 dans tous ses détails.

Pour bien comprendre la construction et la disposition des parties optiques de l'appareil, nous parlerons d'abord de quelques détails importants.

En laissant de côté pour le moment les parties C et N de la figure, ci-dessus, nous envisageons d'abord les parties désignées par P, R, Q et K.

P représente le prisme composé de deux cristaux de Spath d'Islande (prisme Nicol), qui produit la polarisation du rayon lumineux et qui traverse ensuite la plaque double de quartz R, laquelle se compose de deux parties égales de 3.75 millimètres d'épaisseur chacune, dont l'une est lévogyre et l'autre dextrogyre. Par suite, en regardant dans l'instrument, suivant son axe, on voit l'image, de forme ronde, traversée par un trait perpendiculaire.

1. V. pour ces renseignements l'ouvrage de *Lardoll* sous le titre « *Le pouvoir rotatoire des matières organiques* » (en allemand) (Brunswick 1879).

2. Il ne faut pas confondre un *saccharimètre* (optique) avec un *saccharomètre* (aréomètre spécial).

Ce prisme double se présente, par suite des phénomènes optiques qui se produisent, comme un disque d'une teinte mixte bleuâtre, appelée teinte de passage, qui passe au bleu ou au rouge par la moindre déviation du rayon polarisé. Les deux moitiés du disque ont la même teinte. Le rayon en sortant de R traverse Q, une plaque de quartz d'une épaisseur déterminée, et de là en K, deux coins de quartz de pouvoir rotatoire exactement le même, mais de sens opposé à celui de la plaque Q. Ces deux plaques K ont la forme de coins minces et elles sont munies d'un mécanisme qui, au moyen

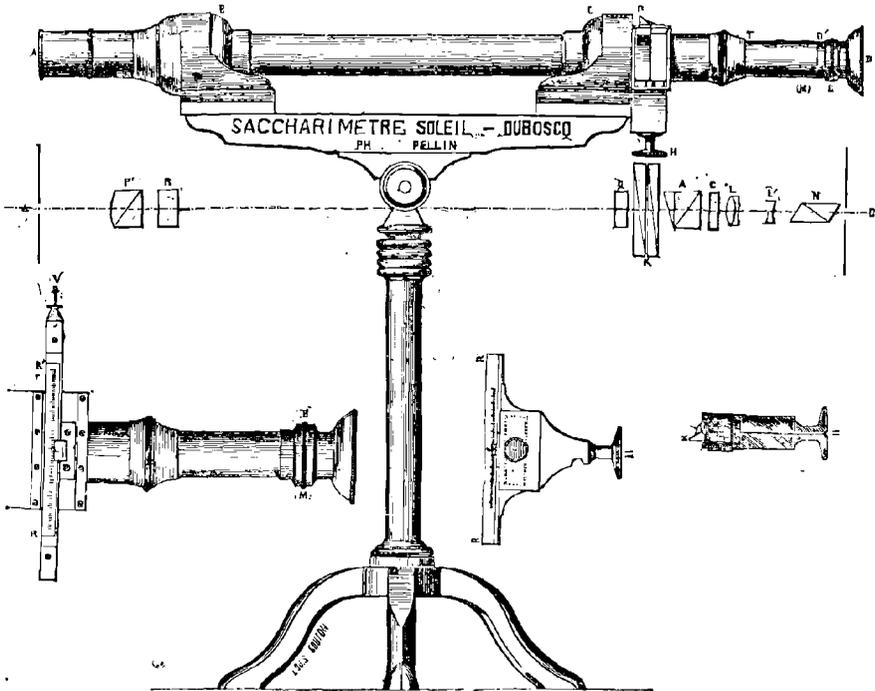


FIG. 7

du bouton H, permet de changer leur position. Il en résulte que l'épaisseur de ces deux plaques (coins) pris ensemble, est variable suivant leur position relative. A un point donné elle est justement égale à celle du disque Q et, dans ce cas, la rotation exercée par Q est totalement annulée par l'effet des deux coins K, nommés *compensateurs* pour cette raison. Par suite de la position de ces coins, le champ de vision ne présente qu'une seule couleur uniforme; c'est le *zéro* de l'instrument.

Au milieu de celui-ci, entre B et C, on place le tube contenant la solution

à soumettre à l'analyse. Lorsque cette solution est mise en place, entre les deux autres parties de l'instrument, le pouvoir rotatoire de l'une des moitiés du disque R se trouve augmenté de celui du liquide déviant la lumière dans le même sens et, par suite, les deux demi-lunes apparaissent avec deux couleurs différentes. Pour annuler cet effet et pour reproduire l'égalité des deux disques, il faut augmenter l'épaisseur du quartz interposé par les coins compensateurs, c'est-à-dire leur donner, au moyen de leur déplacement mutuel, une disposition telle que l'épaisseur commune des deux coins devient plus forte. Cette augmentation d'épaisseur équivalant exactement par son pouvoir rotatoire à celui de la solution, en donne la mesure exacte.

Pour faire l'observation de cette épaisseur dans chaque cas, l'un des coins est muni à son arrête supérieure d'une échelle, et l'autre d'un index ou vernier (1), permettant la lecture des degrés et dixièmes de degré de l'échelle. On connaît le principe du vernier : l'espace de neuf degrés de l'échelle est divisé sur le vernier en dix parties égales, de sorte que chaque degré du vernier est moins grande de 1/10 que celui de l'échelle. On fait la lecture de manière que le zéro du vernier fournit les degrés entiers et que tel trait du vernier, qui coïncide avec une division de l'échelle, de manière à présenter avec elle une ligne droite, indique le nombre de dixièmes de degré. Dans la disposition de la figure 8, le zéro du vernier se trouve déplacé à droite, entre 38 et 39°, de façon que le trait 5 du vernier coïncide avec un trait de l'échelle ; on lit alors 38°5.

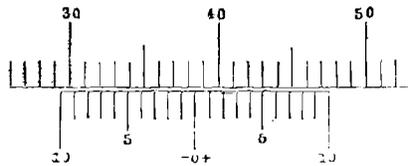


FIG. 8

Quant à la division de cette échelle, elle est faite de telle façon que le point 100° correspond à la déviation produite par une lame de quartz d'épaisseur d'un millimètre, taillée parallèlement à son axe, de sorte que chaque degré de l'appareil correspond à la centième partie de cette déviation. D'après les recherches de MM. A. Girard et de Luynes, la même déviation est pro-

1. L'ancien saccharimètre Soleil, n'avait qu'un index, indiquant seulement les degrés entiers et ce n'est que dans les appareils perfectionnés, plus sensibles, qu'on a introduit le système si ingénieux en même temps que simple du vernier, permettant la lecture des dixièmes de degré.

duite par une dissolution de 16 gr. 19 (1) de sucre de canne chimiquement pur dans l'eau distillée au volume de 100 c. cubes; donc, un degré de l'échelle saccharimétrique correspond à 0 gr. 1619 (ou 0 gr. 162) de sucre pour 100 c. cubes de solution observée.

Cette division a été conservée dans tous les saccharimètres de construction française, alors que les Allemands ont adopté une autre base, dont nous parlerons plus loin.

Quant aux parties N et C de l'appareil, elles sont composées d'un prisme de Nicol N qu'on tourne au moyen d'un anneau moletté, et d'une lame de quartz C, constituant ensemble le *régulateur* ou le *reproducteur de la teinte sensible*. Celui-ci sert seulement à produire une teinte sensible de la plaque double R, quand on fait usage de la lumière artificielle d'une lampe. En tournant le prisme N au moyen de l'anneau moletté B qui le renferme, le champ de vision apparaît sous différentes nuances, dont chaque observateur choisit celle qui lui paraît la plus sensible au plus léger mouvement du bouton H.

A est le prisme analyseur nécessaire à l'observation de la rotation; sa position est réglée par l'opticien constructeur. Entre N et C il y a deux lentilles LL formant une lunette de Galilée, mobile et facilement ajustable à l'œil de l'observateur.

(2) *Saccharimètre Soleil-Wenzke-Scheibler*. — L'appareil primitif de Soleil a reçu en Allemagne plusieurs modifications importants, indiquées par *Wenzke* et par *Scheibler*, qui augmentent sa précision.

L'appareil allemand est représenté par la figure 9; il comprend exactement les mêmes parties optiques que le saccharimètre Soleil, seulement, la position du régulateur A et B est changée, elle se trouve tournée vers la source de la lumière, en arrière de l'appareil (3); le mouvement de ce régulateur est produit à l'avant de l'instrument par le bouton L qui, au moyen d'une tringle, commande à l'arrière un engrenage adapté au régulateur.

La division de l'échelle n'est pas la même que dans les instruments français. Le point 100 du saccharimètre Soleil-Wenzke, correspond à la déviation produite par une solution sucrée ayant de la densité 1.100 à 17°.5 c.; cette solution contient par 100 c. cubes 26 gr. 048 de sucre pur, et par conséquent,

1. La valeur 16 gr. 19 trouvée par Girard et de Luynes a donné lieu à bien des critiques; mais nous conservons cette valeur, afin de la mettre en accord avec les différentes tables de polarisation etc., contenues dans ce traité.

2. C'est exactement la disposition primitive de Soleil, que son successeur, Duboscq, a modifiée.

chaque degré de ce saccharimètre correspond à 0 gr. 2605 de sucre pur dans 100 c. cubes de solution.

La même division, ainsi que la forme extérieure de l'appareil, ont été adoptés en Allemagne pour tous les saccharimètres.

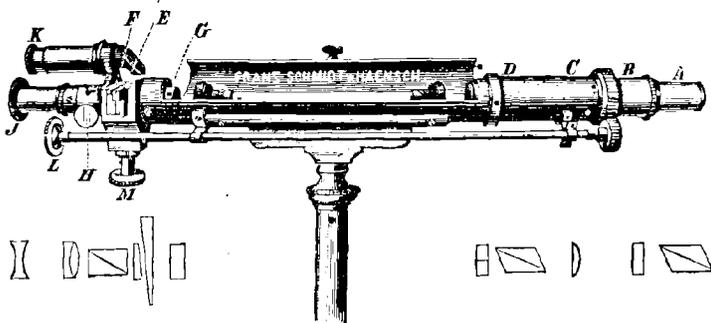


FIG. 9

Enfin, nous signalerons encore deux améliorations importantes par rapport à la lecture de l'échelle et à la détermination du zéro.

Au-dessus de la lunette dirigée vers le champ de vision, et parallèlement à l'axe de l'instrument, est disposée la combinaison K renfermant une loupe et un miroir incliné sous l'angle de 45°. En regardant par K on voit donc, sans se déplacer, ou sans incliner l'instrument pour apercevoir l'échelle en EF, l'image de cette échelle dans le miroir, ce qui facilite beaucoup l'observation.

Ensuite les coins de quartz compensateurs ne sont plus mobiles tous deux, mais seulement l'un d'eux, celui qui porte l'échelle, tandis que le second (qui porte le vernier) reste dans sa position. La conséquence en est facile à comprendre; le mouvement par le bouton M devient beaucoup plus solide et exact, il est moins exposé à des dérangements par suite d'usure, etc.

En outre, le point du zéro des deux coins, après l'enlèvement pour nettoyage, etc., ne peut plus être faussé, car il n'y a plus qu'un seul coin à remettre en place.

Enfin, le vernier adapté au coin fixe est muni d'une vis de précision, et peut être légèrement déplacé au moyen d'un bouton à appliquer à cette vis.

L'ajustage du zéro de l'instrument, si essentiel, n'est donc plus qu'une question de réglage du vernier et ne touche en aucune façon aux parties principales optiques. De cette manière on peut facilement vérifier la position du zéro de l'instrument aussi souvent que cela semblera utile, c'est-à-dire régulièrement plusieurs fois par jour, car la sensibilité des instruments à cou-

leurs dépend beaucoup de l'œil de l'observateur, qui ne se trouve pas toujours dans la même disposition.

*Ce contrôle du zéro* se fait de la façon suivante :

On met dans l'instrument un tube de polarisation bien nettoyé et rempli d'eau pure et limpide, on arrête l'échelle exactement à zéro et on fait l'observation à l'aide d'une lampe à pétrole à mèche plate. Les deux demi-disques qu'on voit partagés par une ligne verticale devront alors se montrer d'une nuance parfaitement homogène et conserver cette homogénéité à toutes les couleurs que produisent les différentes positions du régulateur qu'on obtient en tournant le bouton L. Il est indispensable de faire plusieurs observations en reposant l'œil après chacune d'elles pendant quelques minutes.

Si l'homogénéité n'était pas constante il faudrait la produire par des observations exactes, sans avoir égard à l'échelle et puis (en se servant d'un petit bouton qu'on introduit latéralement dans un anneau disposé à ce but) régler la *position du vernier* par un léger mouvement au point exact de coïncidence des deux zéros de l'échelle et du vernier. Après avoir enlevé le bouton du contrôleur, on règlera l'ajustement par quelques observations secondaires, en n'oubliant pas, que la vue étant fatiguée, elle ne permet pas l'observation exacte.

L'exactitude de tous les dosages dépend de celle du point zéro, et, pour l'essai de liquides pauvres, on ne saurait y attacher trop d'importance.

Quant au contrôle de l'exactitude des indications de l'instrument, autre que celle du zéro, ce n'est pas chose facile et cela ne peut être bien fait que par un chimiste très habitué à ces observations. Le mieux est de vérifier l'échelle au moyen d'une solution de sucre pur de concentration connue, qu'on étend ensuite avec de l'eau dans des proportions variables pour vérifier les points intermédiaires entre le zéro et le point de 100. On peut ainsi faire ce contrôle au moyen d'un appareil spécial dont nous parlerons plus loin.

#### D. Les saccharimètres à couleurs.

Pendant très longtemps, les saccharimètres à couleurs de Soleil ou de Soleil-Wenzke-Scheibler étaient pour ainsi dire les seuls en usage en sucrerie. Mais actuellement, ces appareils sont remplacés par les saccharimètres à pénombre, dont il existe plusieurs constructions différentes. Nous nous bornerons à la description de ceux qu'on rencontre fréquemment dans les laboratoires industriels et scientifiques, car tous les autres ne présentent que des modifications de peu d'importance. Ces appareils sont :

- (1) *Saccharimètre Duboscq*, à la lumière monochromatique ;
- (2) *Saccharimètre Laurent*, à la lumière monochromatique ;
- (3) *Saccharimètre Laurent*, à la lumière blanche ordinaire ;
- (4) *Saccharimètre à pénombre de Schmidt et Hensch*, à la lumière blanche.

Les trois premiers appareils, usités en France, portent l'échelle adoptée par Soleil, correspondant à la déviation d'une lame de quartz d'un millimètre d'épaisseur, qui est égale à celle d'une solution sucrée de 16 gr. 19 par 100 centimètres cubes. Le quatrième appareil, étant de construction allemande, porte l'échelle adoptée par Wenzke, dont le point 100 correspond à la déviation produite par une solution contenant 26 gr. 048 de sucre dans 100 centimètres cubes.

Les *saccharimètres à pénombres* ne présentent plus à l'œil deux couleurs différentes à comparer, mais deux intensités sensiblement différentes d'une seule et même couleur, ce qui permet à l'organe visuel d'en reconnaître bien plus exactement les moindres variations. Il faut encore ajouter que, par la construction même de l'appareil polariseur, les variations d'intensité des deux moitiés du champ lumineux sont très rapides pour de très petits changements angulaires de l'analyseur, ce qui permet de saisir avec plus d'exactitude le point de l'égalité et par conséquent l'angle exact dont le sucre a fait tourner le plan du rayon polarisé.

(1) *Saccharimètre à pénombre de Jules Duboscq* (1).

Le principe de ce saccharimètre repose sur l'emploi du prisme de Jellet, perfectionné par Cornu et Duboscq, comme polariseur. Celui-ci est un prisme de Nicol modifié de la façon suivante (fig. 10, 11 et 12) :

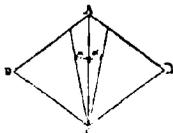


FIG. 10

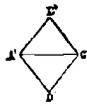


FIG. 11

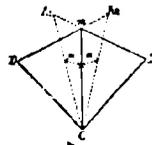


FIG. 12

Soit A B C D (fig. 10) la base d'un prisme de Nicol, dont AC est la section principale. Si ce prisme est employé comme polariseur et que l'on em-

1. Construit par M. Ph. Pellin, ingénieur, successeur de M. J. Duboscq, 21, rue de l'Odéon, à Paris.

ploie comme analyseur un autre prisme de Nicol A' B' C' D' (fig. 11) dont A' C' est la section principale, on constatera que, en se servant d'une source de lumière monochromatique, les rayons polarisés par leur passage à travers le premier prisme sont entièrement arrêtés par le second, lorsque les deux prismes polariseur et analyseur sont disposés de façon à avoir leurs sections principales perpendiculaires l'une à l'autre.

M. Jellet l'a modifié de la manière suivante (fig. 12) :

Le polariseur est coupé par deux plans parallèles à ses arrêtes et menés suivant deux droites CE et CF, faisant l'une et l'autre un angle  $2\alpha$  et ayant AC pour bissectrice. En pratique on prend  $\alpha = 2^{\circ}30'$ . On enlève le coin ECF compris entre ces deux plans, et les deux portions de prisme CDF et CBE sont ensuite recollées suivant les faces CE et CF, qui viennent coïncider en Cm. On se trouve alors avoir constitué un nouveau prisme, ayant pour base CBmD. La portion CBm de ce prisme a pour section principale un plan passant par la ligne théorique CA<sub>1</sub>, tandis que la section principale de CDm passe de même par CA<sub>2</sub>, CA<sub>1</sub> et CA<sub>2</sub> faisant avec Cm des angles égaux  $\alpha$ .

Si alors on tourne l'analyseur dans un sens ou dans l'autre, de façon à ce que sa section principale devienne normale aux lignes fictives CA<sub>1</sub> ou CA<sub>2</sub>, on a une extinction complète de l'une ou de l'autre des moitiés du champ lumineux.

Entre ces deux positions limites on n'aura, les sections principales n'étant ni perpendiculaires ni parallèles entre elles, ni obscurité ni clarté absolue, mais seulement extinction partielle. Quand la teinte sera la même pour chacune des portions du champ qui apparaissent séparées par la ligne Cm — ligne de jonction des deux demi-prismes —, il est évident, par suite de l'égalité des angles  $\alpha$ , que la section principale de l'analyseur se trouvera alors être absolument perpendiculaire à la ligne Cm, c'est-à-dire à la position qu'aurait la section principale du nicol polariseur, si ce nicol était resté incomplet. On a donc ainsi déterminé le plan de polarisation que donneraient deux nicols.

Si l'on veut connaître le pouvoir rotatoire d'une matière, on fait d'abord l'expérience qui vient d'être décrite, puis on intercale cette matière entre les deux prismes. L'uniformité de la teinte, dans les deux moitiés du champ, est détruite, et l'angle dont il faut faire tourner l'analyseur pour la rétablir est l'angle dont a été dévié le plan de polarisation.

Pour plus de simplicité, Duboscq remplace actuellement, dans la construction de son saccharimètre à pénombre (fig. 13), le nicol polariseur par un

prisme biréfringent dont on arrête un des rayons au moyen d'un diaphragme. On coupe le polariseur de la même façon que le premier, mais il est moins long et plus facile à construire.

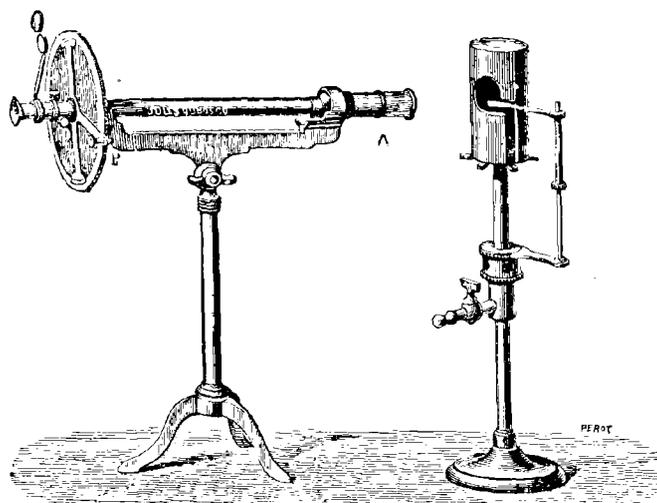


FIG. 13

Avec la lumière blanche, lorsque les rayons correspondant à une des couleurs du spectre sont éteints par l'analyseur, les rayons correspondant aux autres couleurs ne sont, comme nous l'avons vu précédemment, pas complètement éteints. Il en résulte une grande gêne pour les observations. Cornu et Duboscq ont tourné cette difficulté en substituant à la lumière blanche, une lumière monochromatique jaune aussi intense que possible.

Afin d'avoir cette lumière monochromatique jaune, on place devant le saccharimètre une flamme à gaz incolore, qu'on obtient facilement avec un brûleur Bunsen dans lequel on a introduit assez d'air pour en faire disparaître la partie la plus lumineuse. On plonge et l'on maintient dans cette flamme, pendant toute la durée des expériences, une petite corbeille en platine contenant un sel de soude, du chlorure de sodium fondu, par exemple. Il se produit alors une lumière jaune sensiblement homogène et assez vive pour que l'œil puisse en apprécier les moindres variations sans être ébloui.

Quand on veut employer le saccharimètre, il est bon d'éliminer toute lumière étrangère, en opérant dans un endroit éclairé seulement par la flamme jaune du sodium.

Duboscq a perfectionné son brûleur en lui donnant la forme représentée par la figure 13.

*Emploi du saccharimètre Duboscq à pénombre.* — Dans cet instrument, des deux tubes fixes, le premier, A, celui qui est placé directement en face de la source de lumière, contient le polariseur spécial de Cornu. Le second porte l'analyseur et se termine par une lunette de Galilée, qui rend la vision distincte.

L'analyseur, placé au centre d'un plateau circulaire, vertical et gradué, est fixé sur une alidade portant deux verniers (fig. 13).

Un pignon P, solidaire de l'alidade, s'engrenant dans une denture taillée sur la tranche du plateau, sert à entraîner l'alidade et l'analyseur dans un mouvement de rotation autour de l'axe optique de l'instrument. Le plateau vertical porte deux graduations. La première graduation est faite en degrés et demi-degrés d'arc; un vernier donne les minutes. L'autre graduation indique les degrés saccharimétriques avec un vernier donnant les dixièmes de degré; la lecture est facilitée par l'adjonction à l'appareil d'une loupe mobile autour de l'axe du saccharimètre.

*Détermination du zéro.* — On amène ensuite le zéro du vernier en coïncidence avec le zéro du cercle divisé, et l'on observe attentivement si les deux moitiés du disque éclairé qu'on voit à travers de la petite lunette oculaire, mise au point pour l'œil de l'observateur de manière à distinguer nettement la ligne de séparation de ces deux moitiés, paraissent avoir absolument la même pénombre (fig. 15).

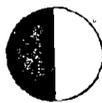


FIG. 14

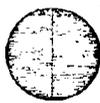


FIG. 15



FIG. 16

Si le disque n'avait pas la même pénombre des deux côtés de sa ligne moyenne (fig. 14 et 16), on rectifierait l'instrument en tournant un peu dans un sens ou dans l'autre le bouton moletté O qui se trouve sur le côté de la petite lunette et qui agit sur un prisme de nicol situé au-devant de l'objectif. Une fois le disque ramené à l'égalité de ton dans toute sa surface, le zéro du vernier, étant bien sur le zéro du cercle, on peut procéder à l'essai des solutions sucrées.

Il faut pour cela opérer comme s'il s'agissait du saccharimètre Soleil, et

placer le tube entre le polariseur et l'analyseur de l'instrument. Le tube une fois mis en place, on remet l'œil à la lunette et on voit que l'égalité de ton des demi-disques n'existe plus, l'une de ces deux moitiés paraissant plus éclairée que l'autre. On saisit alors le *bouton moletté* P, qui est au bout de l'alidade du cercle gradué et en le tournant doucement d'un côté, on observe si l'inégalité de ton des demi-disques augmente ou diminue. Si cette inégalité augmente, il faut tourner en sens opposé ; si elle diminue, on n'a qu'à la faire disparaître en tournant très lentement le bouton P jusqu'à ce que l'œil ne distingue plus de différence entre les deux pénombres accolées.

L'appareil étant construit plus spécialement pour l'essai du sucre cristallisable, on peut même s'épargner le petit tâtonnement dont nous venons de parler, en faisant mouvoir immédiatement l'alidade du côté qui porte l'indication : « *sucre cristallisable* ».

Les divisions du cadran ne doivent être éclairées que par la lumière de la lampe réfléchiée par le petit miroir placé sur le côté de la loupe à lire ; toute lumière directe ferait paraître les divisions noires.

Par suite des changements brusques de température, le polariseur A se couvre quelquefois d'une couche d'humidité qui nuit à l'exactitude des analyses ; dans ce cas, il faut essuyer les verres avec un linge très doux et remettre le polariseur bien à sa place.

M. Jules Duboscq a également construit un grand saccharimètre de laboratoire employé ordinairement pour la lumière monochromatique, comme le précédent, et qu'on peut transformer facilement en un appareil à couleurs, employé à la lumière blanche.

(2) *Saccharimétrie Laurent à la lumière jaune.* — Les appareils de Laurent étant ceux qui sont les plus répandus en France, nous croyons utile d'en donner une description très détaillée.

Le polariseur du saccharimètre Laurent est formé d'un simple prisme de Nicol, placé de la sorte qu'il peut être tourné légèrement autour de son axe, afin de laisser passer plus ou moins de lumière, suivant la coloration du liquide à observer. La lumière monochromatique, polarisée par ce prisme, passe ensuite à travers une plaque de verre, à moitié recouverte d'une plaque mince de quartz qui partage le champ de vision en deux demi-cercles. C'est la pièce principale de l'appareil ; c'est elle, en effet, qui produit la pénombre.

La figure 17 représente le diaphragme agrandi de la plaque fixe, dont la moitié gauche est recouverte par la lame de quartz dont l'axe est parallèle à

la ligne de séparation OA ; la moitié droite, qui est nue, laisse passer sans le dévier, le rayon de lumière polarisé par le nicol tournant du polariseur.

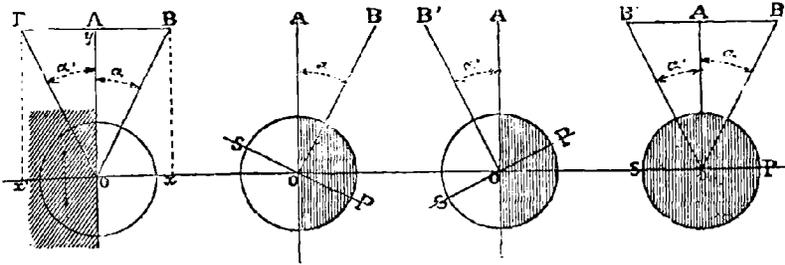


FIG. 17

FIG. 18

FIG. 19

FIG. 20

Supposons d'abord le plan de polarisation parallèle à OA. Si on le laisse fixe et qu'on tourne l'analyseur de l'instrument, on passera progressivement, de l'extinction totale au maximum de lumière, et les deux moitiés du champ de vision resteront toujours égales l'une à l'autre en intensité, exactement comme si la lame de quartz n'existait pas. Cette lame étant fixe, admettons maintenant qu'on fasse tourner le nicol polariseur afin que sa section principale vienne en OB, en faisant avec la ligne de séparation OA, c'est-à-dire avec l'axe du quartz dont est faite la lame, un angle quelconque,  $\alpha$ . Soit alors une vibration s'accomplissant dans un plan représenté par sa trace OB. Cette vibration, que nous représentons en longueur par OB, peut se décomposer en deux autres, l'une Oy, parallèle à l'axe OA de la lame, et l'autre, Ox, perpendiculaire. Elle passera sans déviation du côté droit, mais du côté gauche elle sera déviée par la lame. L'ordonnée Oy, étant parallèle à l'axe du quartz, ne changera pas de signe, mais l'abscisse Ox, qui lui est perpendiculaire, changera de signe et viendra en Ox' à 180 degrés, la lame ayant une épaisseur d'un demi-onde ; de sorte que du côté gauche la vibration résultante se fera en OB', en faisant avec l'axe OA un angle  $\alpha'$  symétrique et égal à  $\alpha$ .

Cette lame a donc pour objet de déterminer du côté gauche une section principale OB' placée, par rapport à la ligne de séparation OA, symétriquement à la section principale OB, du côté droit.

Si on laisse le polariseur fixe dans cette position, et qu'on tourne l'analyseur de manière à rendre sa section principale SP, perpendiculaire à OB (fig. 18), il y aura extinction totale par le côté droit, mais partielle par le côté gauche, on aura l'apparence de la fig. 18.

Réciproquement, si la section principale SP de l'analyseur est perpendiculaire à OB' (fig. 19), il y aura extinction totale pour le côté gauche, mais partielle pour le côté droit et on aura l'apparence de la figure 19.

Enfin, si la section principale SP de l'analyseur est perpendiculaire à OA (fig. 20), il y aura extinction partielle pour chacun des deux côtés et égalité de tons, puisque  $\alpha = \alpha'$ . On aura l'apparence de la figure 20.

Si on laisse maintenant l'analyseur fixe dans cette dernière position, et qu'on tourne le polariseur de manière à ce que sa section principale fasse avec OA, des angles variant de 0 à 45 degrés, les deux demi-disques resteront toujours égaux en intensité, l'un par rapport à l'autre ; mais les deux ensemble, changeront progressivement leur intensité commune, en passant de l'extinction totale au maximum de lumière.

Autrement dit, si l'appareil est réglé au zéro, c'est-à-dire à l'égalité de tons, et qu'on tourne le polariseur, on ne changera pas l'égalité de tons, d'un côté par rapport à l'autre, ni par conséquent le zéro, mais on changera cette égalité commune de tons, et l'égalité se fera sur un fond plus ou moins sombre.

Mais, si après avoir ainsi amené le polariseur à faire un angle quelconque (zéro excepté) avec OA, et qu'on fasse tourner l'analyseur d'un petit angle, soit à droite, soit à gauche de SP (fig. 18 et 19), alors l'égalité de tons est rompue pour les deux demi-disques, l'un devient plus foncé et l'autre plus clair ; ce brusque changement permet de déterminer avec beaucoup de précision la position de l'analyseur, c'est-à-dire la position du zéro de l'instrument quand il n'y a aucune substance active interposée.

Si l'on vient à interposer une substance possédant un pouvoir rotatoire, on détruit l'égalité de tons ; il faut alors tourner l'analyseur jusqu'à ce que l'on rétablisse cette égalité. L'angle de rotation, dont l'analyseur a tourné, indique le pouvoir rotatoire de la substance interposée.

Le polariseur Laurent permet donc de rendre variable, à volonté, l'angle des sections principales de chacune des deux moitiés du diaphragme. Cette nouvelle combinaison optique est très importante ; avec la variation de l'angle des sections principales, on fait varier l'intensité de la lumière, ce qu'il est impossible de faire avec d'autres saccharimètres.

Il existe plusieurs modèles de saccharimètre Laurent, le constructeur ayant cherché à y apporter constamment des perfectionnements. La fig. 21 représente le grand modèle qui est le plus perfectionné, accompagné de son brûleur spécial dont nous donnerons plus loin les détails.

Le cadran porte deux divisions concentriques, l'une inférieure qui corres-

pond au vernier gauche, est en *centièmes de sucre*, le vernier donne les dixièmes de division, c'est-à-dire les millièmes de sucre ; elle s'étend à 400 divisions à droite et à 200 à gauche ; la seconde division correspondant au vernier de droite, est complète et en  $360^\circ$  (demi-degrés), le vernier donne des angles de rotation de 2 minutes (on apprécie la minute)<sup>(1)</sup>.

Les diverses pièces du saccharimètre se succèdent dans l'ordre suivant (fig. 21):

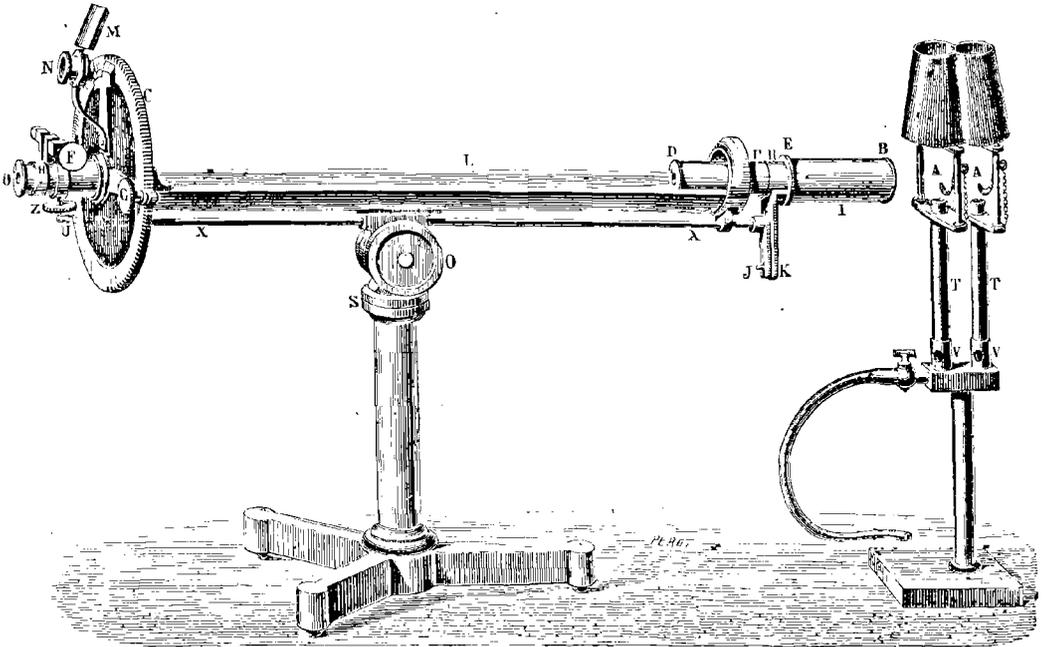


FIG. 21

A, flammes monochromatiques jaunes ; leur milieu est placé à 20 centimètres de B.

B, lentille éclairante, vissé sur le tube I.

I, tube noirci, porte la lentille B et vissé sur E.

E, barillet, porte un diaphragme à petit trou, lequel reçoit une bonnette contenant un cristal de *bichromate de potasse*, destiné à rendre la flamme plus monochromatique.

1. V. Laurent, *Bulletin de la Société d'Encouragement pour l'Industrie nationale*, 3<sup>e</sup> série, t. III, n<sup>o</sup> 36 ; *Journal de Physique (d'Almeida)*, mai 1879, et *Comptes-Rendus de l'Académie des Sciences*, Séance du 20 octobre 1879.

Quand les liquides sont jaunes (mais limpides), on ne met pas le bichromate. Il ne sert que quand les liqueurs sont incolores.

R, tube portant le levier K, il entre dans P et porte un tube renfermant le polariseur et une lentille qui se dévisse.

P, tube fixé sur la règle L.

D, diaphragme recouvert sur une moitié par une plaque de quartz (fig. 17), que l'on visse, avec la lunette de Galilée OH.

K, levier fixé sur le tube polariseur R et rendu mobile par la manivelle J.

J, manivelle fixée sur la tige X.

X, tige portant la manivelle J et le levier U.

U, levier fixé sur X, fait tourner le polariseur par l'intermédiaire de J et K, afin de donner plus ou moins de lumière.

Si le *liquide est peu coloré*, le levier est *levé* jusqu'à l'arrêt. S'il est coloré, on baisse plus ou moins ce levier.

L, règle en bronze en forme de V de 60 centimètres de longueur, rabotée et alésée.

C, cadran portant les divisions et l'alidade.

M, miroir renvoyant la lumière du bec sur les divisions.

H, tube oculaire, entre dans celui qui porte l'alidade. Il possède un mouvement angulaire.

F, bouton de réglage, pour établir l'égalité de tous, lorsque le zéro du vernier coïncide avec celui de la division correspondante. Il pousse le tube H, et un fort ressort antagoniste le ramène.

Z, bouton de serrage (supprimé).

O, bonnette du tube oculaire, mobile dans H, sert à mettre au point.

*Manipulation du saccharimètre Laurent.* — Le brûleur à gaz étant allumé, on place l'appareil de manière que la lentille B (fig. 21) soit à 20 centimètres du milieu des flammes.

Le levier U (fig. 21) étant *levé* jusqu'à son arrêt et le bouton moletté serré modérément, on dirige l'appareil vers la flamme A, aussi bien que possible; on finira plus tard de déterminer exactement sa direction.

Il n'est pas nécessaire, dans cet instrument, de commencer avec un tube rempli d'eau.

On regarde à travers la loupe N, que l'on sort ou rentre, jusqu'à ce que l'on voie *nettement* les divisions qui se trouvent alors éclairées par le réflecteur M, lequel renvoie sur elles la lumière de la flamme A, car il est recommandable d'opérer dans l'obscurité.

Alors on amène le zéro du vernier sur la 7<sup>e</sup> *division environ*, à droite ou à gauche du zéro de la division en centièmes de sucre (ou sur 1° *et demi environ*, si l'on agit avec la division en demi-degrés), et cela, en tournant le bouton moletté G.

On regarde à l'oculaire O et l'on a l'apparence *b* ou *c* de la fig. 22 (p. 104), c'est-à-dire un disque divisé en deux moitiés, *l'une jaune claire, l'autre gris jaunâtre*, et l'on sort ou l'on rentre le tube O, de manière à voir leur *séparation bien nette*, et sans s'occuper des bords du diaphragme. Ce point est très important pour bien établir, plus tard, l'égalité de tons ; *mieux il est fait, plus l'appareil est sensible*.

Il est bon de faire ressortir ici que, par suite de l'emploi de cette lame mince dont le *bord* est parfaitement *net et tranchant*, les deux demi-disques ne sont pas séparés, soit par une ligne noire et blanche ; ils sont *rigoureusement tangents*, la *moindre différence* de tons entre eux, *est appréciée* et quand on fait l'égalité de tons (*a*, fig. 22), on n'a plus *aucune ligne de séparation*. Ce détail a une très grande importance pratique et *concourt certainement à accroître la sensibilité* relative de ce saccharimètre.

On prend alors de la main gauche l'appareil par la règle, en L (fig. 21), par exemple, et de la main droite, on saisit le tube H entre le pouce et l'index, et appuyant l'œil sur ces doigts, on dirige (*tout en regardant*) l'appareil vers l'endroit qui fait paraître le disque le *mieux éclairé*, par petits mouvements, en haut, en bas, à droite, à gauche, etc. L'appareil possède pour cela deux axes de rotation en Q et S, à mouvement gras. *On doit s'assurer de temps en temps, si l'on est toujours bien dirigé vers le maximum de lumière*.

On regarde de nouveau à travers la loupe N et on agit sur le bouton G pour faire coïncider, cette fois, bien exactement, le zéro du vernier avec celui de la division que l'on a choisie, puis on regarde dans l'appareil. S'il est déjà *réglé*, on verra (fig. 22, *a*) les *deux côtés* d'un *gris jaunâtre sombre* et bien *égaux* en intensité. S'il n'est pas tout à fait réglé, on aura l'apparence *b* ou *c* ; pour ramener à l'égalité de tons, il faudra tourner le bouton F, qui ne sert qu'à cet effet. On tourne dans le bon sens, quand le côté foncé s'éclaircit et que le côté clair s'assombrit.

On est à *l'endroit de l'égalité de tons*, lorsqu'en tournant ce bouton G, alternativement à droite et à gauche et par petits mouvements, on passe successivement de l'apparence *a* (fig. 22) à celles *b* et *c*, pour s'arrêter définitivement à celle *a*.

L'appareil est réglé, mais il faut le vérifier, pour cela, on déplace l'alidade par le bouton G et au moyen de ce même bouton, on reproduit l'égalité de tons ; si l'on a bien opéré, on doit, en regardant à travers la loupe N, retrouver le zéro du vernier, en coïncidence avec celui de la division. S'il n'y était pas, c'est que l'on n'aurait pas bien opéré, et il faudrait retoucher légèrement au bouton F, dans un sens ou dans l'autre, jusqu'à ce qu'on arrive bien à la coïncidence des zéros, en établissant l'égalité de tons, au moyen du bouton G, et alors seulement l'appareil est bien réglé et pour l'opérateur seul.

La dissolution sucrée étant interposée, l'image n'est plus nette, il faut sortir l'oculaire de 1 à 2 millimètres et les 2 côtés de la fig. 22, a, sont devenus plus clairs et inégalement. Si l'on a interposé une matière à pouvoir rotatoire droit, tels que le sucre de canne, le dextrose, le quartz droit, etc., c'est le côté droit qui sera le moins clair et il faudra tourner le bouton G et par suite l'alidade à droite.

Si la substance a un pouvoir rotatoire gauche, comme cela arrive avec le sucre inverti, le quartz gauche, etc., c'est le côté gauche qui sera le moins clair et il faudra tourner le bouton G à gauche.

Cette remarque a une importance pratique en ce que l'on voit d'un coup d'œil le sens du pouvoir rotatoire que l'on étudie.

Supposons le cas d'une liqueur sucrée ; on tournera le bouton G à droite jusqu'à ce que le demi-disque de droite devienne noir (gris) ; on poursuit, il s'éclaircit bientôt et c'est l'autre qui devient noir presque immédiatement, on a alors dépassé, on revient légèrement en arrière, et l'on établit l'égalité de tons, par une série d'oscillations, du bouton G, de plus en plus petites et faisant passer de l'apparence b (fig. 22) à celle c pour s'arrêter enfin à celle a.

*Remarque.* — Quand on établit l'égalité de tons et que l'on regarde attentivement, on n'obtient pas toujours l'apparence a (fig. 22), mais bien celle, exagérée. a'. A la partie supérieure, le côté droit, par exemple, est plus foncé, c'est l'inverse en bas ; on n'a l'égalité absolue qu'au centre. Cela tient à ce que les rayons lumineux ne sont pas rigoureusement parallèles à l'axe des polariseurs, etc. Cela arrive quelquefois, mais on peut l'éviter, et dans les nouveaux appareils perfectionnés cela n'existe plus.

On peut encore cependant obtenir un ton pointé. Pour cela on vise le centre, et au moyen de petites oscillations des boutons G et F, on arrive

parfaitement à égaliser la partie supérieure de droite avec celle inférieure de gauche. On a pour ainsi dire deux triangles estompés égaux, quand la surface de l'un augmente, celle de l'autre diminue.

Quant la liqueur est interposée, ces deux demi-disques n'ont plus rigoureusement la même couleur, quand on fait l'égalité de tons ; cela arrive dans tous les appareils, lorsque la flamme est intense et la liqueur très peu colorée et tient à la flamme elle-même, qui n'est pas rigoureusement monochromatique.

Il est préférable, dans ce cas, d'interposer la bonnette contenant le bichromate et qui se place dans la pièce E. On retrouve alors le fond gris jaunâtre du zéro. Mais si le *liquide est jaune*, il vaut mieux *l'ôter*, afin d'avoir le plus de lumière possible. Si l'on n'a pas les mêmes teintes gris jaunâtre, on peut encore faire un pointé exact, en s'y prenant de la manière suivante :

*On fixe la ligne de séparation au centre* des deux demi-disques, et on fait tourner le bouton G alternativement dans un sens et dans l'autre (lorsqu'on est près de l'égalité de tons), en réduisant de plus en plus l'amplitude des oscillations, on a alors *l'apparence d'une petite ombre* qui semble aller et venir de chaque côté de cette ligne, on s'arrête lorsqu'elle semble stationnaire et que cette ligne même qui paraissait aussi se courber ou s'incliner successivement dans les deux sens, reste droite et même *disparaît*. Tout cela se fait très vite, *sans quitter l'œil* et sans s'occuper des couleurs ; on obtient ainsi beaucoup de précision. Si alors on ôte l'œil et qu'on le remette ensuite, on peut apercevoir une différence de couleur que l'on avait pour ainsi dire oubliée en opérant. Il est bien entendu, du reste, qu'il ne s'agit que de très faibles différences.

Quand on *règle l'appareil* avec ou sans eau, la détermination du zéro se fait toujours *très bien*, la lumière est plus que suffisante, quand on interpose la dissolution sucrée, on voit encore, mais quand on cherche à établir l'égalité de tons, surtout si l'on a affaire à un *liquide assez coloré*, il peut y avoir une *grande obscurité qui empêche d'observer* (on ôte le bichromate).

Souvent, dans l'industrie sucrière, on a des *jus* et des *sirops colorés* qui, mis dans cet appareil (le levier U, fig. 21, étant levé) ou dans tout autre saccharimètre, sont assez *foncés* pour que l'on ne voit *plus rien* et qu'il soit impossible de rien lire, *alors, dans ce cas, cet appareil offre une ressource que ne possède aucun autre appareil*, il permet en abaissant le levier U, graduellement et autant que cela est nécessaire, de faire passer plus

de lumière dans l'appareil. On a alors cet *avantage* énorme de pouvoir *encore lire* et avec une *approximation suffisante* dans les applications, alors que dans ce cas, *il est impossible de rien voir avec tout autre saccharimètre*; il évite ainsi notamment la *décoloration par le noir animal*, opération longue et sujette à erreur par la quantité de sucre retenu par le noir lui-même.

Un *liquide* étant donné, on peut toujours, avec cette appareil, *choisir l'angle* qui donnera le *meilleur résultat*, et la pratique montre que cet *angle varie avec la coloration du liquide*.

Si l'on veut faire vérifier un résultat par un autre opérateur, il est nécessaire que ce dernier refasse lui-même toute la manipulation, s'il n'a pas la même vue. S'il a la même vue, il suffit qu'il refasse le zéro avec l'eau distillée et l'égalité de tons avec la liqueur.

Le *nettoyage des cristaux* est très important dans les instruments de *polarisation*. Les appareils de Laurent sont construits de façon à pouvoir les *séparer tous, à la main*, on peut alors les essuyer, s'il y a lieu, soit qu'il y ait de la *poussière* ou de la *buée*, dont l'effet est de diminuer considérablement la sensibilité de l'appareil, en dépolarisant la lumière.

Le diaphragme D est une pièce très importante qui a subi de nombreuses modifications. Il porte actuellement une glace extérieure plus grande que le trou du diaphragme; il suffit de passer un linge fin ou un pinceau sur la glace pour rendre le trou net. Dans l'oculaire O, le diaphragme a été reporté à l'intérieur, le verre qui le couvre est plus grand et facile à essuyer.

Cela se fait très vite et sans crainte de rien abîmer.

Pour ôter ou remettre le bichromate, il suffit de dévisser le tube noir I, fig. 21, on voit sa place dans la pièce E; le tube I n'a pas besoin d'être revissé dur.

*Tubes.* — Il est généralement admis aujourd'hui qu'avec ce saccharimètre on peut *lire pratiquement à 1/10°* de division près (centièmes de sucre), ce qui correspond à une appréciation de 1/1000° de la quantité à mesurer. Il faut donc, pour profiter de toute la précision de l'instrument que les *accessoires* tels que les tubes, les ballons jaugés, les pesées, etc., *soient précis* chacun à *moins de 1/1000°* près.

Si l'on considère un tube de 20 centimètres, il faudra que sa longueur n'ait pas 2 dixièmes de millimètres en plus ni en moins; chaque *tube* devient presque un *instrument de précision*.

*Laurent* a toujours attaché une grande importance à leur exécution ; depuis plusieurs années déjà, il a *combiné et construit les tubes à bonnettes à ressorts et à baïonnettes*, pour remplacer les anciens tubes à bonnettes vissées.

Ils présentent les avantages suivants :

Leur *longueur est calibrée*, les *bouts* sont bien *perpendiculaires* à l'axe du tube et dressés. Les *obturateurs* sont en glace non trempée et à faces *parallèles* ; ils sont fixés au moyen d'un léger *ressort* renfermé dans une *bonnette à baïonnette*. Le *tube* est *centré* au moyen de *rondelles* résistantes tournées d'un *seul morceau* avec lui.

Ce tube a rendu des services, et cependant, malgré les soins d'exécution, quelques-uns peuvent donner une différence, quand on les tourne sur eux-mêmes, après avoir fait bien exactement l'égalité de tons. On peut cependant faire des lectures exactes, avec eux, en opérant ainsi : on fait une marque sur le tube, et on le tourne dans plusieurs positions, deux ou trois par exemple, et l'on prend la moyenne des lectures correspondantes à ces différentes positions.

*Laurent* a encore combiné une autre disposition. Le corps du tube est le même, mais chaque bonnette est remplacée par deux petites tiges à ressort qui retiennent l'obturateur, comme le feraient deux doigts ; les obturateurs sont en saillie et on peut les essayer, le tube étant rempli. Un même chiffre est tracé sur le verre sur le tube, de façon à pouvoir toujours le replacer dans la même position.

Il suffit alors de déterminer, une fois pour toutes, la position dans laquelle le tube rempli d'eau ne change pas l'égalité de tons établie primitivement sans tube, et de la repérer.

Une seule lecture suffira alors avec ces tubes, mais ils exigent plus de soins dans leur emploi.

*Brûleur Laurent.* — Le brûleur construit par *Laurent* (fig. 22) produit une lumière plus intense que les brûleurs ordinaires, et fonctionne sous de faibles pressions. C'est un bec Beusen surmonté d'une cheminée ; de plus, à l'un des montants de la cheminée se trouve un godet en toile de platine, soudé à un fort fil de même métal, et fixé au montant par un bouton conique ; dans ce godet, on met un peu de chlorure de sodium ; le sel, en fondant, monte le long du bord antérieur du godet et donne, en prolongement, une flamme étroite très brillante, presque blanche, sur laquelle on dirige l'appa-

reil. Il vaut mieux mettre peu de sel à la fois et le renouveler un peu plus souvent. Quand il y en a trop ou trop peu, on n'obtient pas bien la partie lumineuse intense.

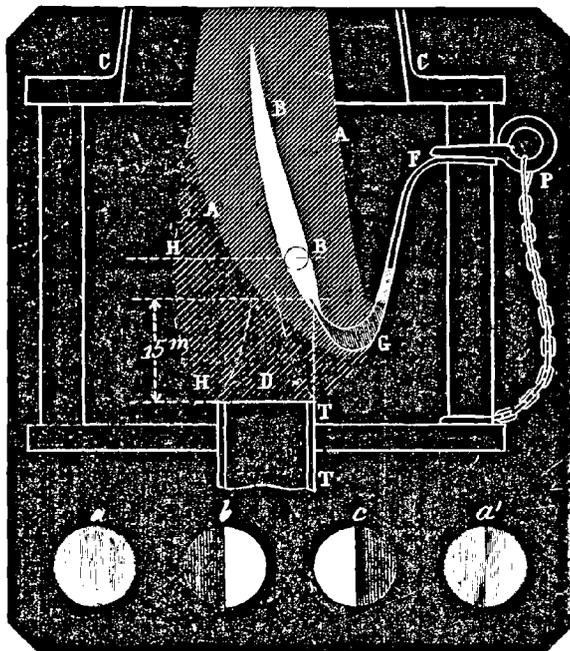


FIG. 22

On vend dans le commerce du chlorure de sodium fondu en plaques, que l'on casse en petits morceaux et que l'on introduit dans la cuiller, au moyen d'une presselle.

Il est essentiel de bien obtenir cette lumière vive B. Cela dépend de la forme de la flamme, de celle de la cuiller et de sa place I.

Dans le brûleur à haute pression, la forme de la flamme se fait naturellement et sans réglage, c'est celle que représente la fig. 22.

Le bord I de la cuiller doit être situé sur le prolongement du tube T, et à 15 millimètres au-dessus. On est souvent tenté de ramener la cuiller au centre de la flamme, croyant ainsi obtenir plus de lumière, c'est une erreur ; si la cuiller est dérangée, on peut la ramener à cette place pendant que le bec brûle, et au moyen de la presselle, le fil F est suffisamment flexible pour cela. On fait aussi avancer le bord I plus ou moins, on l'élève et on l'abaisse en agissant sur les parties F et G.

On est bien à la place voulue, dès que l'on aperçoit la flamme brillante intérieure B.

Avec cette disposition, on évite aussi que le sel, en fondant en G ne vienne à tomber dans l'intérieur du tube T sur l'orifice de sortie du gaz, et à l'obstruer.

Il est bon d'amorcer pour ainsi dire la cuiller, lorsque son bord I ne contient plus de sel et que l'on n'aperçoit pas la flamme B. Il suffit alors de passer une lame quelconque du fond du godet G vers le haut du bord relevé I, en dehors et en dedans. On peut employer aussi l'une des branches de la presselle.

Il se fait sur les bords de la cuiller de petits dépôts blancs lumineux que l'on enlève très facilement, en passant légèrement dessus une lame quelconque ou la presselle.

Quelquefois aussi, la partie plate I est recouverte d'un dépôt bleuâtre qui gêne la formation de la flamme; on doit alors sortir la cuiller et la mettre dans l'eau pour enlever ces dépôts.

Plus la pression est forte, plus la lumière est intense, et plus la flamme est fixe. Avec deux becs, la lumière est très suffisante pour tous les cas.

Pour allumer le brûleur, on peut boucher ces trous avec deux doigts, allumer en haut, puis ôter les doigts, et la flamme prend de suite l'aspect fig. 22.

Si le bec s'allumait en dedans, on fermerait le robinet et l'on recommencerait en laissant échapper un peu de gaz.

*La colonne du brûleur n'est pas fixée au milieu du socle fig. 22. On peut alors employer deux systèmes de brûleurs et les rapprocher assez pour que les cheminées se touchent; on a alors quatre flammes en prolongement pour les cas spéciaux où l'on aurait besoin d'une lumière encore plus intense.*

Pour des laboratoires n'ayant pas de gaz, Laurent a construit une *lampe éolypile* qu'on remplit avec de l'alcool ou avec de l'esprit de bois. Elle est représentée par la fig. 23.

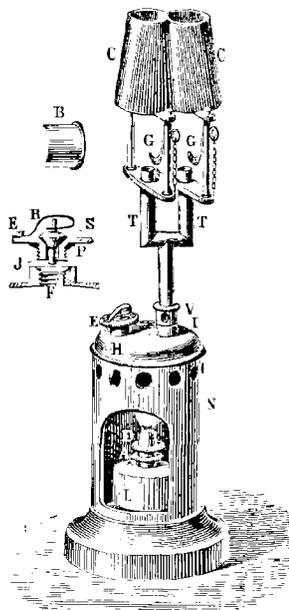


FIG. 23

Elle donne une lumière jaune intense et remplace parfaitement le gaz, surtout quand il est sous une faible pression.

(3) *Saccharimètre Laurent à la lumière ordinaire.* Le saccharimètre à lumière ordinaire diffère comme aspect extérieur de celui à lumière jaune en ce que le cadran divisé et son alidade, sont remplacés par un compensateur Soleil perfectionné (à lames prismatiques de quartz) représenté par la fig. 24. Le cadran C n'est pas divisé, il sert d'écran et de support au levier U. L'une des lames porte une règle divisée R, l'autre au vernier V. On regarde les divisions avec la loupe N; elles sont éclairées par le miroir M. Le reste de l'appareil, règle en bronze, colonne, polariseur, est pareil à la fig. 21 Pour le brûleur, une flamme *plate de gaz* ou de pétrole, employée dans le sens de la longueur, est beaucoup plus intense qu'un bec rond. *On place toujours le milieu de la flamme à 0<sup>m</sup>.20 de B.*

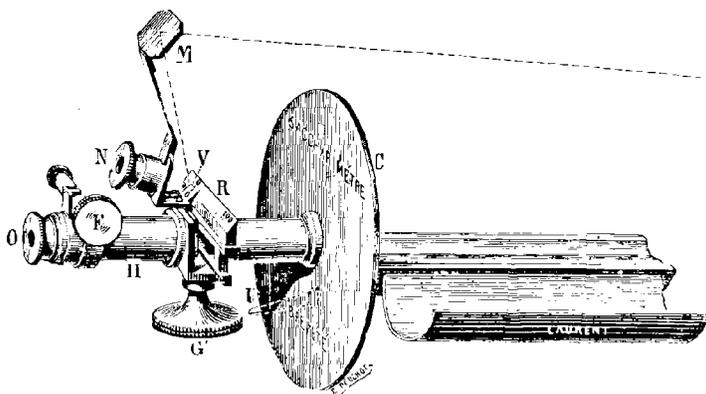


FIG. 24

Cet appareil est à *pénombres*; quand on regarde à l'oculaire, l'image à la même apparence et la même teinte, *gris orangé*, que dans le polarimètre à cadran divisé, mais avec plus de lumière. L'obscurité n'est plus indispensable, on peut toujours, au moyen du levier U, donner plus ou moins de lumière suivant les besoins.

La manipulation de l'instrument est à peu près la même que celle décrite plus haut. Les divisions du cadran C et de l'alidade fig. 21, sont remplacées par les divisions rectilignes de la règle R et du vernier V, fig. 24. La division R est en *centièmes de sucre*, elle va de 0 à 110 et donne les pouvoirs rotatoires *droits*.

Pour régler l'appareil *au zéro*, on commence par mettre le zéro du vernier V en face du zéro de la règle R, en regardant à travers de la loupe N (mise au point) et en tournant le bouton G'; puis on regarde en O (mis au point), on établit l'égalité de tons, en tournant le bouton F.

Si le liquide à mesurer donne une déviation supérieure à 60°, par exemple, il peut être un peu plus exact de régler l'appareil non au zéro, mais au *cent* (environ), avec une plaque de quartz type. On place cette dernière sur l'appareil, on amène le zéro du vernier V sur la division correspondant à la valeur de la plaque type et on établit l'égalité de tons par le bouton F, on *retire* la plaque et on place le tube à essayer.

Cette lame type a encore un autre but, elle sert pour l'*inversion*, dans le cas où le liquide a un pouvoir rotatoire *gauche*; dans ce cas, on place la plaque type sur l'appareil, on amène le vernier V sur la division de la Règle R, correspondant à la valeur de la plaque, comme précédemment, et on tourne G' pour établir l'égalité de tons, on *laisse* la plaque type sur la règle et on ajoute le tube à essayer; on lit et on retranche de 100. De cette façon, on peut lire 100 divisions à gauche.

Cet appareil est *plus sensible* que celui à lumière sodique; cela tient d'abord à l'emploi d'une lumière plus intense et surtout à celui du *quartz*; de plus, les deux demi-disques sont ici exactement de la *même couleur*, même quand le sucre est en place.

Le quartz quand il est *pur* comme matière, qu'il est *taillé et monté* dans l'appareil suivant les conditions théoriques, relève de très faibles différences de tons avec un très petit déplacement. Ce sont ces conditions difficiles qui en rendent l'exécution très délicate.

On n'a pas à se préoccuper de *teinte sensible*, comme dans l'ancien saccharimètre Soleil.

(4) *Saccharimètre à pénombre de Schmidt et Hensch*. - Cet appareil, représenté par la fig. 25, diffère peu dans son aspect extérieur du saccharimètre Soleil-Wenzke-Scheibler qu'il commence à remplacer en Allemagne. Il est à pénombre, ayant comme polariseur un prisme Nicol-jumelle, système *Jellet et Cornu*, dont nous avons indiqué les détails dans la description du saccharimètre *Duboscq* (4). L'emploi de la lumière monochromatique y est

1. Il y a une petite différence entre le polariseur *Jellet et Cornu* et celui de *Schmidt et Hensch*, c'est que dans le premier les deux parties du Nicol ont subi la modification indiquée par Jellet, tandis que dans le dernier, la partie du Nicol tournée vers la flamme reste intacte.

supprimé, l'appareil étant à compensateur de rotation, composé de la plaque de quartz fine G, dextrogyre, du coin de quartz mobile E à échelle Wenzke, et du vernier F fixe, tous deux lévogyres.

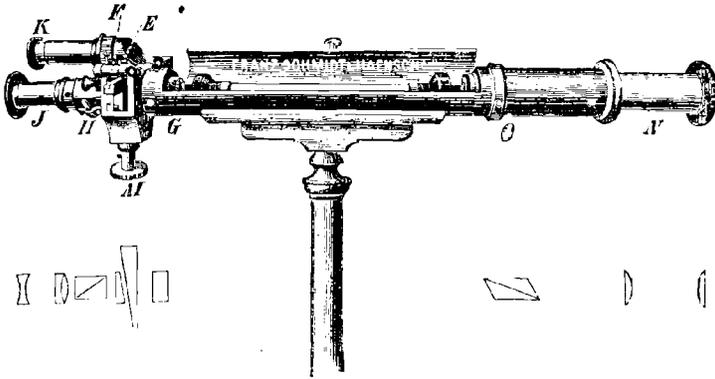


FIG. 25

La partie supérieure servant à observer sans déranger l'échelle, est la même que celle décrite pour l'instrument Soleil-Wenzke-Scheibler.

L'observation se fait comme avec les autres instruments, après avoir ajusté la lunette au point de voir nettement l'image de la ligne verticale au milieu du champ de vision. On arrête alors le mouvement du coin compensateur au moment où les deux demi-disques sont à égale intensité de pénombre ou de clareté, ou mieux encore au moment où un trait d'ombre semble passer juste au milieu du champ de vision. De cette dernière façon, on évite une certaine coloration faible, bleue ou rouge, qui se présente quelquefois avec des solutions pures, au lieu de la teinte brunâtre ou généralement ambrée du disque.

Tout récemment, MM. Schmidt et Hensch ont produit, dans l'oculaire J de l'appareil, un diaphragme contenant un cristal de bichromate de potasse destiné à rendre le champ de vision d'une couleur jaune-orange bien homogène. Pour des solutions colorées, cet oculaire jaune est remplacé par un oculaire ordinaire sans couleur.

Cette disposition, emprunté aux saccharimètres Laurent, mais rendue plus simple et plus commode, augmente notablement la sensibilité de l'instrument.

Ce saccharimètre est construit en divers modèles, permettant l'emploi de tubes de 20, 40 et 60 centimètres de longueur.

*Lampes.* Tout appareil d'éclairage, donnant une flamme blanche suffisamment intense et fixe, peut convenir pour l'observation à l'aide du saccharimètre à pénombre. Les constructeurs fournissent cependant deux types de lampes, l'une au gaz, l'autre au pétrole, qui conviennent spécialement. La lampe à gaz se compose d'un ou plusieurs becs donnant des flammes plates parallèles, qu'on peut fixer à différentes hauteurs, à l'aide d'une douille et d'une vis de pression, sur une tige en laiton, fixée elle-même sur un pied lesté de plomb, destiné à assurer une stabilité suffisante à tout l'appareil. Le support porte, outre le bec à gaz, une pièce annulaire en laiton sur laquelle s'emboîte un manchon en faïence qui enveloppe la flamme. Ce manchon percé d'un trou circulaire, en regard duquel se place le saccharimètre, a pour but de réfléchir les rayons lumineux dans l'axe de l'appareil tout en s'opposant à une déperdition inutile de la lumière. Cette lampe se réunit, à l'aide d'un tuyau en caoutchouc, à la conduite du gaz d'éclairage.

La lampe à pétrole généralement employée est la lampe système Hinks préconisé par le Dr Stammer. Cette lampe se compose d'un réservoir à huile supportant un bec garni de deux mèches plates parallèles qui peuvent s'élever ou s'abaisser par l'action de deux boutons régulateurs. Tout l'appareil est susceptible d'être disposé à une hauteur telle que la partie éclairante des flammes se trouve dans l'axe du saccharimètre.

Le verre renflé de la lampe est entouré également d'un manchon en porcelaine comme la lampe à gaz. Les deux mèches doivent être soigneusement coupées à l'aide de ciseaux bien tranchants.

Quel que soit le système de lampe dont on fera usage, il est indispensable que la partie la plus brillante de la flamme se trouve en regard du trou circulaire percé dans le cylindre en porcelaine. On arrivera à ce résultat en réglant convenablement l'arrivée du gaz, dans le cas d'une lampe à gaz, et en élevant ou en abaissant les mèches, dans le cas d'une lampe à pétrole. Cette prescription doit être soigneusement observée si l'on veut obtenir de bons résultats.

Comme toute lumière (en dehors de celle qu'on aperçoit à travers l'oculaire pendant l'observation) doit être exclue, parce qu'elle rendrait l'observation inexacte, sinon impossible, il faut avoir soin d'établir l'instrument dans un endroit non accessible à la lumière directe du jour. A cet effet il suffit de faire usage d'une table établie dans un coin du laboratoire, qui ne soit pas trop voisin d'une fenêtre, et de diriger l'instrument vers la lampe placée au coin le plus sombre. Il faut éviter soigneusement qu'aucune lumière latérale

arrive à l'œil de l'observateur ou dans la direction de l'instrument pendant l'observation.

La flamme de la lampe ne devant être aperçue, par l'œil de l'observateur, qu'à travers de l'instrument optique. Il en résulte qu'avec la disposition dans un endroit obscur et surtout pendant les heures du soir, on ne peut que difficilement lire les indications de l'échelle qui est maintenue dans une obscurité relative. L'expédient d'avoir à sa disposition une petite flamme à gaz ou autre pour éclairer l'échelle est tout à fait à rejeter, puisque cette lumière latérale trouble *toujours* l'observation. Pour éviter cet inconvénient on adapte à la partie oculaire du saccharimètre un écran léger et maintenu par les tubulures de l'instrument même. Cet écran, par sa forme, garantit absolument l'œil de toute lumière gênante et en même temps il réfléchit suffisamment la lumière de la lampe sur l'échelle pour la lire facilement par le miroir K.

Cet arrangement est parfait; il n'y a plus qu'à recommander de tourner l'instrument un peu de côté, après chaque observation, pour empêcher l'échauffement des parties sensibles par les rayons de la lampe.

(5) *Saccharimètre à franges et à lumière blanche.* — La maison Th. et A. Duboscq, de Paris, a construit un saccharimètre d'une grande sensibilité, employé à la lumière blanche ordinaire (1).

Comme tout saccharimètre, il est composé de deux Nicols, l'un *polarisateur* et l'autre *analyseur*, mis à l'extinction (c'est-à-dire dont les sections principales sont croisées à angle droit), et d'un *polariscope* rotatoire servant à mesurer l'annulation de la rotation du plan de polarisation par un phénomène particulier. Les constructeurs ont fait usage du polariscope de Senarmont, dont ils ont modifié les angles pour lui donner une très grande sensibilité. Il est formé de deux systèmes égaux et inverses, composés chacun de deux prismes en quartz taillés perpendiculairement à l'axe et de rotation contraire. Ainsi constitué, ce polariscope étant placé entre deux Nicols à l'extinction on observe deux *franges noires et droites* situées exactement dans le prolongement l'une de l'autre (fig. 26). Ces franges se forment au point où les épaisseurs de quartz droit et gauche sont égales, la rotation du plan de polarisation est alors nulle.

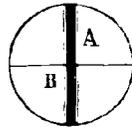


FIG. 26

Si l'on introduit une substance douée d'un pouvoir rotatoire (droit par exemple), les franges seront déplacées en sens inverse l'une de l'autre (fig. 27).

1. V. Bulletin de l'Association des Chimistes, 1886, p. 314-316.

Pour les ramener en ligne droite il faudra ajouter une épaisseur de quartz gauche équilibrant le pouvoir rotatoire droit de la substance interposée. Ce résultat sera obtenu par le jeu des lames prismatiques d'un compensateur en quartz, et le nombre de divisions que le compensateur aura parcouru pour ramener les franges exactement en ligne droite indiquera le tant pour cent de sucre contenu dans la liqueur analysée.

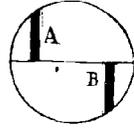


FIG. 27

La partie optique de l'appareil est disposé de la façon suivante (fig. 28) :

- |   |   |   |
|---|---|---|
| <p>L Lentille servant à éclairer uniformément tout le champ du polariscope.</p> <p>F Polariseur Foucault.</p> <p>S Polariscopes Sénarmont.</p> <p>C et <math>p</math> Compensateur soleil avec une plaque de quartz (<math>p</math>) dextrogyre.</p> <p>N Nicol analyseur.</p> <p>Oo Objectif et oculaire de la lunette de Galilée L.</p> <p>M Bouton faisant mouvoir le compensateur <math>c</math> et par suite l'échelle divisée.</p> <p>E Vis de réglage à tête carrée, pour le rappel au zéro.</p> | } | <p>Ces trois pièces sont contenues dans la monture A.</p> |
|---|---|---|

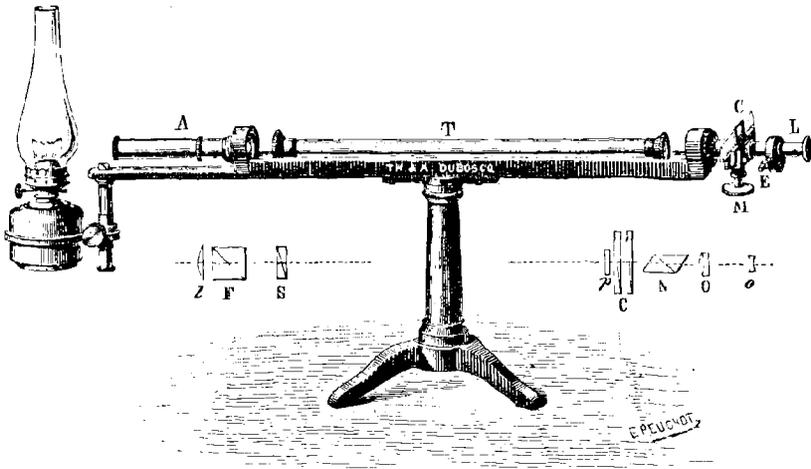


FIG. 28

Les rayons luminés sont fournis par une simple lampe à pétrole à mèche plate placée en sens de sa largeur.

La division de l'échelle est la même que dans tous les saccharimètres français, dont chaque degré correspond à 0 gr. 162 de sucre pur dans 100 centimètres cubes de solutions.

Des divers saccharimètres que nous venons de décrire, deux seulement (celui de Jules Duboscq et celui de Laurent à la lumière monochromatique) sont en même temps des *polarimètres*, c'est-à-dire des instruments pour mesurer directement l'angle de déviation imprimée au plan de la lumière polarisée par une matière active ; ils conviennent très bien aux essais scientifiques de tout genre, tandis que les autres, les saccharimètres proprement dits, sont destinés principalement aux essais industriels.

Il en existe encore toute une série de polarimètres plus ou moins perfectionnés, tels que le *polaristrobomètre de Wild*, les appareils de *Prazmowski* et d'autres, qu'on peut remplacer très avantageusement par l'appareil de Laurent à lumière monochromatique qui remplit toutes les conditions de précision et de sensibilité.

Tout récemment, *Landolt* a fait construire un polarimètre spécial, employé aussi bien à la lumière monochromatique qu'à la lumière blanche ordinaire, et dont la précision dépasse celle de tous les autres (1). Mais comme cet appareil n'est pas destiné aux essais industriels, nous ne pouvons pas entrer dans ses détails.

#### E. — Emploi général de saccharimètre.

a) Avant d'entrer dans les détails de l'emploi du saccharimètre, il nous semble utile de faire quelques recommandations (2), concernant la manœuvre de l'instrument dont il faut tenir compte pour arriver à une grande exactitude :

(1) Opérer dans l'obscurité et éclairer l'appareil avec une lumière brillante et surtout bien fixe.

(2) Tenir toujours l'œil exactement dans l'axe de l'appareil.

Si on incline l'œil soit à droite, soit à gauche, on voit changer immédiatement les nuances des deux demi-disques.

(3) Veiller à ce que l'axe du tube à dissolution corresponde bien à l'axe de l'appareil.

(4) *Mettre au point*, c'est-à-dire enfoncer ou retirer la lunette mobile

1. V. *Bulletin de l'Association des Chimistes*, 1886, p. 83-86.

2. V. *Comerson et Laugier*, Guide pour l'analyse des matières sucrées, 3<sup>e</sup> édition 1884, p. 24-25.

jusqu'à ce qu'on voit distinctement la raie noire qui sépare les deux demi-disques.

(5) Pour chaque expérience, regarder si le zéro de l'index correspond au zéro de l'échelle. Si on ne veut pas chaque fois ramener la coïncidence, on note la division de l'échelle qui correspond au trait de l'index, et alors, dans la lecture de la solution sucrée, on *ajoute* au nombre de divisions trouvé, ou on en *retranche* le nombre de divisions obtenu avec l'eau à *droite* ou à *gauche* du zéro de l'échelle.

(6) Regarder à deux ou trois reprises et à quelques secondes d'intervalles si on retrouve toujours la même division à l'échelle.

(7) Si on arrive difficilement à la coïncidence ; si on croit trouver la coïncidence à des divisions différentes de l'échelle ; si enfin l'œil semble fatigué, ne pas s'obstiner à regarder, mais laisser reposer l'œil quelques minutes avant de faire une nouvelle observation.

(8) Lire les divisions de l'échelle, qui doit être bien éclairée, en tenant l'œil exactement vis-à-vis le trait de l'index.

(9) Une fois qu'on a regardé son zéro, veiller à ce que, dans la suite de l'opération, on ne fasse pas tourner par mégarde le petit bouton de réglage avec la main ou le bras .

(10) De temps en temps, vérifier l'exactitude de son saccharimètre et la sensibilité de son œil. Pour cela, on dissout dans 100 c. cubes la prise d'essai (du saccharimètre dont on dispose) de sucre raffiné sec et pur, obtenu par une cristallisation répétée, et on observe cette solution au saccharimètre pour voir si on arrive au point de 100° exactement. De la même manière on examinera également, avec des solutions étendues en conséquence, les points de 50°, 90° et une division quelconque entre 90° et 100°, soit par exemple 96,8° car c'est entre ces divisions qu'on a généralement à faire les lectures pour les sucres bruts.

(11) Le plus souvent, on tombe exactement sur la division correspondante au poids du sucre pur dissous dans 100 c. cubes ; si on trouvait des divisions différentes, le mieux serait de renvoyer le saccharimètre au constructeur ; mais on peut, au besoin, se servir encore de son saccharimètre en faisant la correction suivante :

Supposons que plusieurs essais faits avec toutes les précautions possibles amènent toujours sur la division 100,25, on en conclura que c'est bien la division 100,25 qui correspond à la prise d'essai, et lorsque dans une analyse

de sucre brut on trouvera, par exemple, 95, la richesse exacte du sucre sera donnée par le rapport

$$\frac{x}{95} = \frac{100,25}{100}.$$

(12) Les tubes doivent avoir exactement 200 millimètres de longueur ; chaque millimètre correspond à 1/2 degré de l'échelle saccharimétrique, car, d'après les lois de Biot, la déviation est proportionnelle à l'épaisseur de la solution sucrée traversée par le rayon polarisé. Il sera bon de vérifier de temps en temps la longueur de ses tubes.

(13) Il peut arriver que l'égalité des teintes étant établie, si on fait tourner le tube autour de son axe, l'égalité se trouve détruite ; cela provient de ce qu'une des viroles est déformée et que la longueur du liquide sucré traversée par le rayon lumineux varie suivant la position du tube.

(14) Les obturateurs en verre doivent avoir leurs faces exactement parallèles et exemptes de stries ; on doit les serrer avec la virole juste assez pour qu'ils fassent joint étanche avec les tranches du tube.

(15) Il convient de ne pas exposer l'instrument à des trop grands écarts de température qui pourraient amener des erreurs, soit par la dilatation ou la contraction de l'enveloppe entraînant avec elle une déformation de l'ensemble de l'appareil ; soit par une modification du pouvoir rotatoire du quartz de la plaque à double rotation (des appareils à compensateurs Soleil).

b) Les saccharimètres sont généralement destinés au dosage de sucre (saccharose) en solution, et leurs échelles indiquent ce sucre en grammes par 100 c. cubes. Dans ce but on remplit avec la solution donnée un tube de 200 millimètres de longueur et on en observe la déviation produite. On lit ensuite sur l'échelle de l'instrument les degrés entiers et les dixièmes de degré (sur le vernier) et on les multiplie avec la centième partie de la prise d'essai de l'instrument, soit 0,162 pour les saccharimètres français ou 0,2605 pour les instruments allemands. Les chiffres ainsi obtenus, ne sont pas tout à fait exacts, le pouvoir rotatoire spécifique du sucre de canne étant légèrement variable ; la table XVII indique les valeurs correspondant aux degrés observés, en tenant compte de cette variation. Elle a été calculée par *Schmitz* pour les instruments allemands et nous y avons ajouté une colonne pour les instruments français.

Toutefois, en pratique, on peut négliger la correction due à la variation du pouvoir rotatoire spécifique, laquelle est d'ailleurs très faible.

TABLE XVII

donnant le sucre de canne correspondant aux degrés saccharimétriques, en tenant compte de la variation du pouvoir rotatoire spécifique.

Degrés observés	Sucre % cm. cub.		Degrés observés	Sucre % cm. cub.		Degrés observés	Sucre % cm. cub.		Degrés observés	Sucre % cm. cub.		Degrés observés	Sucre % cm. cub.	
	français	allemands												
1	0.1619	0.260	21	3.3947	5.456	41	6.6299	10.659	61	9.8681	15.868	81	13.1091	21.085
2	0.3234	0.519	22	3.5564	5.716	42	6.7917	10.949	62	10.0304	16.130	82	13.2712	21.346
3	0.4850	0.779	23	3.7181	5.976	43	6.9536	11.180	63	10.1929	16.390	83	13.4333	21.608
4	0.6466	1.039	24	3.8798	6.236	44	7.1158	11.440	64	10.3556	16.651	84	13.5954	21.868
5	0.8082	1.298	25	4.0415	6.496	45	7.2775	11.701	65	10.5181	16.912	85	13.7575	22.130
6	0.9697	1.558	26	4.2032	6.756	46	7.4394	11.961	66	10.6816	17.173	86	13.9196	22.391
7	1.1313	1.817	27	4.3649	7.016	47	7.6013	12.222	67	10.8449	17.433	87	14.0817	22.652
8	1.2928	2.078	28	4.5266	7.276	48	7.7632	12.482	68	11.0084	17.694	88	14.2438	22.912
9	1.4544	2.337	29	4.6883	7.536	49	7.9251	12.743	69	11.1721	17.954	89	14.4059	23.174
10	1.6160	2.597	30	4.8500	7.796	50	8.0870	13.003	70	11.3260	18.216	90	14.5680	23.435
11	1.7777	2.857	31	5.0118	8.056	51	8.2489	13.264	71	11.4881	18.476	91	14.7301	23.696
12	1.9394	3.117	32	5.1736	8.316	52	8.4108	13.524	72	11.6504	18.738	92	14.8922	23.957
13	2.1010	3.376	33	5.3354	8.577	53	8.5727	13.784	73	11.8129	18.998	93	15.0553	24.219
14	2.2626	3.637	34	5.4972	8.837	54	8.7346	14.044	74	11.9756	19.259	94	15.2174	24.480
15	2.4243	3.896	35	5.6590	9.097	55	8.8965	14.305	75	12.1385	19.519	95	15.3795	24.742
16	2.5859	4.156	36	5.8208	9.357	56	9.0584	14.566	76	12.3016	19.781	96	15.5416	25.002
17	2.7476	4.416	37	5.9826	9.618	57	9.2203	14.826	77	12.4649	20.042	97	15.7037	25.265
18	2.9093	4.676	38	6.1444	9.878	58	9.3822	15.087	78	12.6284	20.302	98	15.8658	25.525
19	3.0710	4.936	39	6.3062	10.138	59	9.5441	15.347	79	12.7922	20.561	99	16.0279	25.787
20	3.2330	5.196	40	6.4680	10.398	60	9.7060	15.608	80	12.9170	20.924	100	16.1900	26.048

Lorsqu'il s'agit de doser le sucre dans une substance solide, la chose est encore plus simple. On pèse de la matière donnée, le poids correspondant à la prise d'essai de l'instrument, qu'on dissout dans de l'eau de manière à faire un volume exact de 100 c. cubes, on filtre et on observe le liquide au saccharimètre dans un tube de 20 centimètres de longueur, et les degrés observés indiquent alors directement les taux en sucre % de matière analysée.

c) Lorsque le liquide ou la matière en question, contient, non du sucre de canne (saccharose), mais du sucre de raisin (dextrose), la prise d'essai n'est plus la même. Il est cependant facile de la calculer par le rapport des pouvoirs rotatoires des deux sucres qui est de 66.5 : 53, soit, en prenant comme unité la prise d'essai des sucres de canne

$$1 : X = 53 : 66,5,$$

d'où

$$X = 1,255,$$

c'est-à-dire que la prise d'essai pour le dextrose sera de 1.255 fois plus grande que celle du sucre de canne, soit

20 gr. 32 pour les saccharimètres français,  
et 32 gr. 68 pour les instruments allemands.

Le sucre de raisin a aussi un pouvoir rotatoire variable, mais il n'y a pas lieu d'en tenir compte, surtout pour des solutions contenant moins de 14 % de sucre. Il ne faudrait donc pas peser en entier la prise d'essai, lorsqu'il s'agit de glucose cristallisé par exemple; on prendra dans ce cas la moitié du poids normal.

d) Pour le dosage du sucre dans le lait il faut tenir compte, comme pour le sucre de raisin, de son pouvoir rotatoire spécifique qui est de 52.53; la prise d'essai sera par conséquent de 1.266 plus grande que celle du saccharose, on aura alors

20 gr. 51 pour les instruments français,  
et 32 gr. 98 — — allemands.

#### F. — *Erreurs qui se glissent dans les dosages du sucre de canne par la méthode optique.*

Les résultats obtenus par la saccharimétrie optique sont quelquefois erronés par une des trois causes suivantes :

1° Par la variation de la température;

2° Par la présence de matières optiquement actives autre que le saccharose;

3° Par l'influence des précipités plus ou moins volumineux produits par la clarification des sucres.

(1) En ce qui concerne les variations de température pendant l'observation saccharimétrique, il n'y a pas lieu de s'en occuper, du moins pour les essais industriels. Le pouvoir rotatoire spécifique du sucre de canne ne subit pas de variations à différentes températures, et toute l'erreur n'est produite que par suite de la dilatation du tube saccharimétrique, qui devient un peu plus long, et celle du liquide sucré qui devient plus faible. Il y a ainsi une augmentation et en même temps une diminution de la rotation, si la température est au-dessus de la normale. *Mategezck* s'est donné la peine de calculer les coefficients de ces dilatations et d'en déduire l'erreur qui en résulte. Dans la petite table XVIII (1), il a indiqué les degrés correspondant au point 100 de l'appareil, à différentes températures, en prenant celle de 17°5 C. comme étant la normale.

TABLE XVIII

15° C. . . . .	100.05	au lieu de 100	
16 » . . . . .	100.03	»	»
17 » . . . . .	100.01	»	»
17 <sup>1/2</sup> . . . . .	100.00	»	»
18 » . . . . .	99.99	»	»
19 » . . . . .	99.96	»	»
20 » . . . . .	99.94	»	»
21 » . . . . .	99.90	»	»
22 » . . . . .	99.89	»	»
23 » . . . . .	99.87	»	»
24 » . . . . .	99.85	»	»
25 » . . . . .	99.82	»	»

Pour tenir compte de cette correction, on multipliera les degrés observés par le chiffre correspondant à la température de l'observation et on divisera le produit par 100.

(2) Si la matière donnée contient, outre du saccharose, d'autres matières qui dévient la lumière polarisée, il est indispensable de les éliminer avant de faire l'observation saccharimétrique. Dans la plupart des cas, on les éliminera en les précipitant par l'addition de sous-acétate de plomb en plus ou moins

1. V. *Mategezck*. Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie, 1875, p. 891.

grande quantité. Mais ce moyen n'est pas toujours suffisant, et nous aurons l'occasion de revenir sur cette question dans la description des analyses spéciales des produits de sucrerie.

(3) Quant à l'influence du précipité plombique sur le résultat de l'observation saccharimétrique, elle a été étudiée par *Scheibler*, *Pellet*, *Sacchs*, *Commerson et Laugier* et d'autres. Il résulte des nombreux essais faits par ces savants, que le réactif plombique ne précipite pas de sucre, si la solution est exempte d'alcool; mais il y a lieu de tenir compte du volume occupé par le précipité insoluble au sein du liquide et augmentant ainsi la richesse saccharine de ce dernier, et il faut apporter des corrections en conséquence.

Nous indiquerons ces corrections, aux analyses spéciales des différentes matières sucrées.

(4) Une autre cause d'erreur, indépendante de l'opération analytique, se trouve souvent dans la division peu soignée de l'échelle saccharimétrique. Dans les appareils à cadran, tels que les saccharimètres à lumière monochromatique de Jules Duboscq et de Laurent, la division en centièmes de sucre étant en rapport avec la division en degrés d'arc, la vérification de la première est très facile. Mais dans les saccharimètres à compensateurs, l'échelle étant disposée en ligne droite, il se peut qu'un point quelconque ne soit pas tout à fait juste. Les constructeurs déterminent le zéro et le point 100 de l'échelle, au moyen d'une lame de quartz ayant une épaisseur connue, et divisent la distance intermédiaire en 100 parties égales, et il est facile de voir qu'il faut peu de chose pour occasionner des erreurs dans les observations.

On peut vérifier facilement, au moyen d'une solution de sucre pur, un ou plusieurs points de l'échelle, mais il n'est pas commode de faire cette vérification sur toute l'étendue de l'échelle. Pour remédier à cet inconvénient, MM. *Schmidt* et *Hensch* ont construit un *tube de contrôle* ayant une longueur variable, qui permet de contrôler l'échelle saccharimétrique sur n'importe quel point.

Ce *tube de contrôle* (fig. 29) se compose du tube A, dont l'extrémité E peut être fermée par un obturateur, un anneau en caoutchouc et une bonnette. A l'intérieur du tube A se trouve un autre tube B fermé en D également par un obturateur en verre. Le tube B fermé entre très exactement dans le tube A; il est maintenu de plus par l'anneau C en cuir dans la position horizontale, afin d'éviter une position oblique de l'obturateur D. Son mouvement, et, par suite, la longueur de la couche de liquide enfermé dans

le tube A, est réglé par une crémaillère N, dont le déplacement est indiqué à  $\frac{1}{10}$  de millimètre près. Le liquide chassé par l'entrée du tube B remonte dans l'entonnoir T.

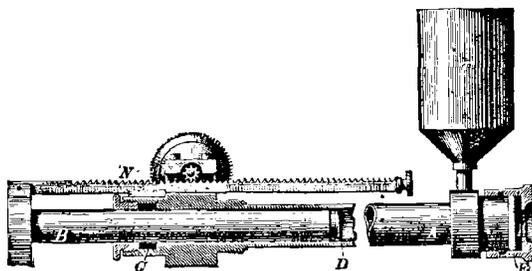


FIG. 29

Pour vérifier l'échelle graduée d'un saccharimètre, on place dans ce dernier le tube de contrôle rempli d'une solution sucrée titrant 100°, et on regarde dans l'appareil ; on tourne le bouton pour amener le champ de vision en parfaite égalité de tons, on observe les degrés saccharimétriques en même temps que la division de l'échelle du tube de contrôle. Comme la rotation d'une solution sucrée est directement proportionnelle à la longueur de la couche liquide que traverse le rayon polarisé, le nombre de millimètres lu sur le *tube de contrôle* doit être égal au double du degré saccharimétrique, le point 100° de ce dernier correspondant à un tube de 200 millimètres de longueur.

En tournant ensuite la crémaillère N, c'est-à-dire en changeant la longueur du tube de contrôle et en regardant de nouveau dans le saccharimètre, on fixera un autre point de l'échelle, et ainsi de suite.

---

## VIII

### **Saccharimétrie chimique basée sur le pouvoir réducteur des sucres.**

#### A. Considérations générales.

Les divers sucres désignés sous le nom collectif de *glucoses*, y compris le sucre inverti obtenu par l'action des acides sur le saccharose, possèdent tous

la propriété générale de réduire, en solution alcaline, les oxydes de certains métaux, tels que l'argent, le mercure, le fer et le cuivre. Ainsi, par exemple, une solution ammoniacale de nitrate d'argent est réduite par les glucoses à l'état d'argent métallique. La réduction d'un sel d'oxyde de cuivre est suivie de la précipitation d'un sous-oxyde bien caractéristique par sa couleur rouge brique et par son insolubilité dans l'eau distillée. Comme la quantité de cuivre réduit est en certain rapport avec la quantité de glucose employée, on peut déduire le poids du sucre du poids du cuivre précipité qu'il est facile de déterminer par l'une des différentes méthodes qui feront l'objet de ce chapitre.

La quantité de cuivre réduit par un poids déterminé de sucre n'est pas la même pour tous les sucres réducteurs; chacun d'eux réduit le cuivre dans une proportion spéciale, déterminée par l'expérience directe. Cette proportion, exprimée en milligrammes de cuivre pour 100 milligrammes de sucre, représente le pouvoir réducteur du sucre en question. Nous verrons dans la suite que cette proportion n'est pas toujours constante et qu'elle dépend de bien des circonstances dont il faut tenir compte.

*Frommherz* et *Trommer* ont les premiers étudié l'action réductrice des glucoses qu'ils ont prise pour base d'une méthode de dosage quantitatif de ces sucres. Leur méthode a été rendue ensuite plus pratique par *Barreswill*, qui a proposé l'emploi d'une liqueur d'épreuve contenant du tartrate de cuivre. Plus tard, *Fehling* donnait une formule bien définie pour la préparation facile de cette liqueur d'épreuve, en même temps qu'il constatait que le rapport moléculaire (1) qui existe entre le sucre et le cuivre réduit étant de 1 : 10.

La liqueur Fehling primitive contenait :

40 grammes sulfate de cuivre.

160 — tartrate neutre de potasse.

600 à 700 grammes lessive de soude caustique (de 1.12 d.) dissous dans de l'eau distillée de manière à former un volume de 1154.4 c. cubes. Plus tard, sur une proposition de *Baedecker*, on a remplacé les 160 grammes de tartrate de potasse par 173 grammes de sel de Seignette, c'est-à-dire du tartrate de potasse et de soude. Depuis, divers chimistes ont proposé toute une série de liqueurs d'épreuves qui offrent, sur la liqueur Fehling, plus ou moins d'avantages, et dont nous indiquons quelques-unes groupées dans le tableau suivant (Table XIX).

1. Pour le sucre inverti 2 ( $C^6H^{12}O^6$ ), c'est-à-dire pour un mélange de dextrose et de lévulose, résultant de l'inversion du saccharose. Pour les autres glucoses, le rapport sera évidemment de 1 à 5.

TABLE XIX

Formules de quelques liqueurs cuivriques.

LIQUEUR PROPOSÉE par	MEL DE CUIVRE	TARTRATE, etc.	ALCALI	VOLUME à former
Barreswill . . . . .	40 gr. $\text{CuSO}^4$	160 gr. crème de tartre	130 gr. soude caustique	1 litre
Mohr. . . . .	34 gr. 64 »	150 gr. id.	600-700 <sup>me</sup> lessive de soude	»
Bœdeker. . . . .	34 gr. 65 »	173 gr. sel de seignette	480 cm. cub. id.	»
Noubauer . . . . .	34 gr. 65 »	173 gr. id.	500 gr. id.	»
Violette . . . . .	36 gr. 46 »	200 gr. id.	500 cm. cub. id.	»
Holdenfleiss. . . . .	34 gr. 63 »	173 gr. id.	125 gr. potasse caustique solide	»
Boussingault . . . . .	40 gr. »	160 gr. tartrate neutre de potasse	130 gr. soude caustique solide	»
Pasteur . . . . .	40 gr. »	105 gr. acide tartrique	130 gr. $\text{Na}^2\text{O} + 80 \text{ gr. K}^2\text{O}$ .	»
Lœwenthal . . . . .	31 gr. 24 »	93 gr. 72 id.	562 gr. 32 carbonate de soude	»
Pellet . . . . .	68 à 70 gr. »	200 gr. sel de Seignette	100 gr. $\text{Na}^2\text{CO}^3 + 7 \text{ gr. AZH}^4\text{Cl}$ .	»
Dietzsch. . . . .	34 gr. 64 »	150 gr. tartrate neutre de potasse, 150 gr. de glycérine.	250 cm. cub. lessive de soude.	»

Le dosage du sucre par la liqueur Fehling peut être effectué de trois manières différentes :

(1) En opérant sur une quantité déterminée de réactif cuivrique qu'on réduit par un volume mesuré de liqueur sucrée, c'est-à-dire en maintenant constant le poids de cuivre et en observant le volume de la solution sucrée nécessaire pour la réduction complète du cuivre donné. C'est le procédé volumétrique.

(2) En opérant sur un volume déterminé de la solution sucrée, correspondant à un poids connu de matière soumise à l'essai, qu'on fait agir sur la liqueur cuivrique prise en excès, et en pesant le cuivre réduit. C'est le procédé gravimétrique.

(3) En opérant comme dans la méthode précédente, mais en séparant le précipité formé de sous-oxyde de cuivre qu'on redissout ensuite pour le doser au moyen de liqueurs titrées. C'est un procédé mixte.

Nous étudierons plus loin les avantages de chacun de ces procédés, en employant, bien entendu, la liqueur Fehling dont les propriétés sont mieux étudiées que celle des autres liqueurs. Nous ferons suivre cette étude de la description de certaines nouvelles méthodes de précision, basées sur l'emploi d'une liqueur spéciale très caractéristique, proposée par *Soldani*.

## B. — Procédés volumétriques.

(1) *Méthode Fehling, perfectionnée par Violette.* — Comme le sucre cristallisable (saccharose) se transforme en sucre inverti (dextrose + lévulose) sous l'action d'un acide, selon l'équation  $C^{12}H^{22}O^{11} + H^2O = 2C^6H^{12}O^6$ , il est évident que la méthode et la liqueur qu'on emploie pour doser le sucre inverti peuvent être employées avantageusement pour doser le sucre cristallisable, en tenant compte de la proportion moléculaire qui est de 342 (saccharose) : 380 (sucre inverti) d'où 1 gramme de sucre cristallisable = 1 gr. 0526 de sucre inverti, ou, 1 gramme d'inverti = 0 gr. 95 cristallisable.

On emploie généralement une liqueur cuivrique contenant par litre 34 gr. 64 sulfate de cuivre cristallisé, 173 sel de Seignette et 480 c. cubes de lessive de soude de 1.12 de densité, dont 1 c. cube correspond à 5 milligrammes de sucre inverti (liqueur Fehling, formule Bœdeker), ou à 5.263 milligrammes de saccharose. Quelques chimistes préfèrent de préparer la liqueur cuivrique selon la formule Violette, soit par litre 36 gr. 46  $CuSO_4$ , 200 gr. sel de Seignette et 500 grammes de lessive de soude de 1.20 de densité;

1 c. cube de cette liqueur correspond à 5 milligrammes de saccharose ou à 4.75 milligrammes de sucre inverti. Les deux liqueurs sont donc basées sur le même principe et il est indifférent pour l'exactitude des dosages s'ils sont effectués avec l'une ou l'autre de ces liqueurs.

On prépare la liqueur cuivrique de la manière suivante, recommandée par *Violette* (1) :

D'une part on introduit dans une carafe jaugée d'un litre le volume indiqué de lessive de soude et la quantité nécessaire de sel de Seignette en cristaux, et on facilite la dissolution en agitant la carafe légèrement chauffée au bain-marie.

D'autre part on dissout les 34 gr. 64 ou les 36 gr. 46 de sulfate de cuivre pur et non effleuré, que l'on a placé avec 100 c. cubes d'eau distillée dans une petite capsule de porcelaine à bec ; on agite de temps à autre la liqueur à l'aide d'une baguette de verre que l'on a soin de laisser dans la capsule.

Lorsque la dissolution est terminée, on verse lentement et avec précaution la solution cuivrique dans la solution alcaline du sel de Seignette, en la faisant couler le long de la baguette de verre appuyée verticalement contre le bec de la capsule. On interrompt l'opération de temps à autre pour agiter la carafe afin de dissoudre le précipité d'hydrate cuivrique qui se forme. On rince à plusieurs reprises la capsule et l'agitateur avec de l'eau distillée, et l'on ajoute les eaux de lavages au liquide de la carafe. Puis, lorsqu'il ne reste plus trace de cuivre dans la capsule, ce qu'on reconnaît aisément par la disparition de la couleur bleu-ciel ou verdâtre, on ajoute de l'eau distillée dans la carafe presque jusqu'au trait de jauge, on agite et on abandonne le tout au refroidissement à l'air, ce qui exige plusieurs heures. Quand le liquide est revenu à la température normale de 15° C., on ajoute de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, en ayant soin de remplir de façon à ce que le bas du ménisque du liquide vienne affleurer le plan horizontal du cercle gravé sur le col de la carafe. Cela fait, on applique la paume de la main gauche sur l'orifice de la carafe ; on la soulève de l'autre main en appuyant fortement, et on la renverse à plusieurs reprises, de manière à rendre le liquide homogène. Cette condition est remplie lorsqu'on n'aperçoit plus dans la carafe de précipité ni aucune strie dans la masse du liquide qui doit être d'un beau bleu transparent.

Si le sulfate de cuivre employé a été obtenu par une cristallisation répétée

1. V. *Violette*, Dosage du sucre au moyen de liqueurs titrées (Brochure), Paris, 1868.

du produit de commerce, c'est-à-dire qu'on est certain de sa pureté, la liqueur préparée de la manière indiquée n'a pas besoin d'être titrée ; elle contient par c. cube, le cuivre correspondant à 5 milligrammes de sucre. Mais généralement on préfère de vérifier le titre de la liqueur cuivrique au moyen d'une solution normale de sucre inverti, préparée de la sorte qu'elle contient par c. cube exactement 5 milligrammes de sucre, c'est-à-dire équivalente à la liqueur cuivrique (1). Cette vérification s'opère exactement de la même façon que le dosage de sucre auquel doit servir la liqueur. On a ainsi l'avantage d'effectuer les dosages dans les mêmes conditions de concentrations, etc., que la fixation du titre de la liqueur, ce qui conduit à des résultats plus certains, la précision du dosage étant influencée fortement par la différence de concentrations, comme il a été démontré par *Soxhlet et Allihn*.

La liqueur cuivrique est introduite dans des flacons maintenus, autant que possible, à l'abri de la lumière, si l'on veut éviter toute altération. Il est commode pour l'usage, et surtout lorsqu'on a un grand nombre d'essais à faire d'une manière continue, d'introduire la liqueur dans des flacons d'un litre, dont le bouchon en caoutchouc est traversé par la tige d'une pipette jaugée de la capacité de 10 c. cubes entre deux traits de jauge gravés sur les parties inférieure et supérieure de la tige, dont l'extrémité est fermée par une petite coiffe en caoutchouc.

La réaction du sucre inverti sur la liqueur cuivrique est produite dans des tubes en verre blanc, à parois bien nettes, ayant de 20 à 22 millimètres de diamètre sur une longueur de 22 à 24 centimètres. La sensibilité du procédé dépend en grande partie de l'emploi de ces tubes au lieu de ballons ou de capsules dont on se sert habituellement, et dont l'usage doit être absolument proscrit.

I. On prépare cette solution de la manière suivante : « On pèse sur un verre de montre 4 gr. 75 ou 5 grammes de sucre raffiné pur et sec, selon qu'on fait usage de la liqueur Fehling ou de la liqueur Violette. On introduit le sucre dans un matras jaugé d'un litre, et on ajoute un peu d'eau pour le dissoudre, on ajoute ensuite 2 centimètres cubes d'acide chlorydrique, on mélange le tout en agitant le matras, on chauffe pendant 10 minutes à 68°C., en tenant le matras plongé dans un bain-marie muni d'un thermorégulateur, en évitant que le liquide prenne une teinte foncée qui serait due à un peu de sucre inverti altéré par un excès d'acide. L'inversion achevée, on ajoute de l'eau froide, afin de ramener le liquide sucré à la température normale, on sature l'acide par un peu de carbonate de soude, en évitant toute projection et on rend la solution légèrement alcaline. On ajoute de l'eau de manière à former exactement un litre de liquide et on conserve la solution dans des flacons bouchés à l'émeri. Ainsi préparé, le liquide se conserve très longtemps sans s'altérer .

A l'aide d'une pipette jaugée, portant deux traits circulaires au-dessus et au-dessous du réservoir ou d'une burette graduée, on introduit dans un de ces tubes 10 c. cubes de liqueur cuivrique, puis environ 5 c. cubes d'eau si le liquide à analyser est très riche; on ajoute quelques fragments de pierre ponce calcinés et lavés, et l'on chauffe le tube en le tenant légèrement incliné (1)

La fin de l'opération correspond à la décoloration complète de la liqueur.

La pierre ponce est destinée à rendre l'ébullition régulière et à empêcher toute projection d'un liquide bouillant et alcalin pouvant occasionner des brûlures dangereuses. Les fragments de ponce de la grosseur d'une petite lentille, ont du être lavés à l'acide et à l'eau après leur calcination et fortement agités dans le liquide, jusqu'à ce qu'ils n'abandonnent plus aucune poussière, car il est très important de ne pas troubler la transparence du liquide cuivrique par des corps étrangers tenus en suspension.

Lorsque la liqueur cuivrique est en pleine ébullition, on retire du feu, à l'aide d'une pince de bois, le tube dans lequel on verse peu à peu 1 ou 2 c. cubes de la liqueur sucrée contenue dans une burette divisée en centimètres cubes et en dixièmes de centimètres cubes.

L'extrémité du tube de la burette par où se fait l'écoulement a été enduite d'une légère couche de paraffine ou de suif, afin de rendre les gouttes plus régulières et d'empêcher que le liquide ne coule en dehors le long des parois. On voit bientôt se former à la surface du liquide un précipité jaunâtre d'oxyde cuivreux hydraté, quelquefois verdâtre, qui ne tarde pas, si l'ébullition continue, à devenir d'un beau rouge et à se déposer au fond du tube si ce dernier est retiré du feu.

Il s'est opéré une véritable combustion au sein de la liqueur. L'oxyde cuivrique  $\text{CuO}$ , soluble à la faveur de l'acide tartrique et de l'alcali, s'est réduit en perdant de l'oxygène. à l'état d'oxyde cuivreux  $\text{Cu}_2\text{O}$  insoluble, aux dépens du glucose ou du sucre inverti introduits. La couleur de l'oxyde cuivreux  $\text{Cu}_2\text{O}$ , qui est d'un beau rouge, explique toutes les circonstances de cette réaction. En effet, le précipité qui dans toutes les phases de l'opération, est toujours rouge vif, pourvu qu'il ait été soumis quelque temps à l'ébullition, paraît violet d'abord, parce qu'il est vu à travers une liqueur bleue; mais, à mesure que l'on verse la liqueur sucrée, il paraît de plus en plus rouge, parce

1. La précipitation du sous-oxyde de cuivre peut être facilitée par l'addition de 10 cm. cubes d'eau distillée et de 2 cm. cubes d'une solution alcaline contenant 100 grammes de soude par litre. En ajoutant trop de soude, on n'obtiendrait quedes résultats inexacts.

que la liqueur cuivrique devient de moins en moins bleue. Lorsque, après qu'on a versé une quantité convenable de liquide sucré, tout l'oxyde cuivrique a disparu, le précipité d'oxyde cuivreux apparaît avec sa couleur naturelle, qui est le rouge clair, et, en même temps, la liqueur qui surnage le précipité est tout à fait incolore.

Si l'on continue à verser du liquide sucré par petites portions et si l'on fait bouillir la liqueur après chaque addition, le précipité paraît toujours d'un beau rouge, mais ce rouge va sans cesse en tirant sur le jaune, puis sur le jaune brun. En même temps, la liqueur claire qui surnage le précipité, quand on retire le tube du feu pendant quelques instants, prend successivement les teintes suivantes : jaune paille, jaune ambré, jaune brun, brun foncé. Cela provient de l'action de l'alcali libre sur un peu de sucre inverti pris en excès plus ou moins grand.

Il est bon de remarquer aussi que la mousse qui se forme pendant l'ébullition à la surface du liquide, présente les mêmes teintes que lui. Elle est d'abord bleuâtre, devient incolore quand l'opération touche à sa fin, puis jaune et jaune brun quand le terme de la précipitation de sous-oxyde de cuivre est dépassé. En même temps, dans ce dernier cas, le liquide prend une odeur de caramel (sucre brûlé).

Les considérations qui précèdent établissent que, dans la réaction du sucre inverti sur la liqueur cuivrique, il est de toute nécessité de saisir exactement le moment où la réduction de cuivre est complète et c'est là le point délicat de la méthode.

Pour rendre cette méthode pratique et facile, M. Violette, auquel revient le mérite d'avoir complètement modifié la marche d'opérations très primitive indiquée par Fehling, a résumé dans le petit tableau ci-contre, les différentes phases de l'opération.

On arrivera d'une manière facile et sûre à reconnaître la fin de l'opération en examinant les caractères que présente la liqueur avant ce terme et un peu après. Ces caractères sont de deux sortes ; les uns, tirés de la couleur de la masse en pleine ébullition, de la coloration de la mousse et de la nuance du liquide clair qui surnage le dépôt formé dans la liqueur par le repos, ne sont que secondaires ; à eux seuls, en effet, ils ne suffisent pas pour apprécier le terme de l'opération ; on doit cependant en tenir compte, car ils en indiquent la marche. Les autres caractères, tirés de la précipitation et de la coloration à la surface du liquide chaud et clair, sont fondamentaux, car, seuls, ils peuvent

TABLE XX

PHASES de L'OPÉRATION	CARACTÈRES FONDAMENTAUX		CARACTÈRES SECONDAIRES	
	Précipitation à la surface du liquide chaud et clair	Coloration à la surface du liquide chaud et clair	Couleur de la masse en pleine ébullition	Couleur du liquide qui surnage le dépôt
Commencement.	Précipité, jaune, puis orangé, puis rouge.		Bleu foncé, violet.	Bleu foncé.
Vers le milieu.	Précipité rouge-orange très sensible.	Mêmes nuances que celles du liquide entier, comme il est dit à la cinquième colonne.	Violet rougeâtre.	Bleu clair.
Vers la fin.	Précipité rouge-orange, très sensible.		Rouge-brique.	Bleu très clair.
Id.	Précipité rouge-orange.		Rouge franc.	Bleu très pâle.
Id.	Nuage léger.		Rouge vif.	Bleu à peine sensible.
Fin.	Dernier nuage à peine sensible.		Beau rouge clair.	Incolore.
Au-delà de la fin.	Absence de précipité.	Zone transparente, ambrée.	Id.	Jaune-paille.
Id.	Id.	Zone transparente, couleur plus foncé.	Id.	Ambrée.
Id.	Id.	Zone transparente, couleur de gomme-gutte.	Rouge clair un peu jaune.	Plus foncée.
Id.	Id.	Zone transparente, jaune foncé brun.	Rouge un peu brun.	Jaune de gomme-gutte.

La mousse du liquide en ébullition, d'abord bleuâtre, devient incolore à la fin de l'opération, puis jaune et jaune brun quand la précipitation est dépassée. Alors le liquide exhale une odeur de sucre brûlé.

préciser le terme de l'expérience. Leur importance a engagé M. Violette à entrer dans quelques détails qui les feront mieux apprécier.

Un peu avant la fin de l'opération, il est possible que la liqueur contienne encore des traces de cuivre, bien qu'elle semble incolore, soit parce que la teinte bleue très faible qu'elle possède se trouve délayée dans toute la masse, soit parce que quelque couleur complémentaire vient la masquer. Ce dernier cas peut se présenter quand on opère avec des liqueurs qui contiennent des principes autres que le sucre. Mais pour peu qu'il y ait encore du cuivre, quelques gouttes du liquide sucré ajoutées à la surface de la liqueur chaude et claire contenue dans le tube produiront un précipité nuageux opaque, qui par l'agitation, se répandra dans la masse et en troublera la transparence.

Toutefois il faut se garder de prendre pour un précipité un effet de la réfraction due à la différence de nature de deux liquides superposés à la surface quand on a ajouté quelques gouttes du liquide sucré. On voit par là combien il est important qu'il n'y ait pas de corps étranges en suspension dans les liqueurs.

Pour éviter toute incertitude, il convient, après que tout précipité nuageux a cessé de se produire, de continuer à verser le liquide sucré par petites quantités, et de faire bouillir chaque fois la masse contenue dans le tube. S'il n'y a plus d'oxyde cuivrique dans la liqueur, l'alcali qu'elle renferme en excès agira sur le glucose, en formant des composés colorés ou bruns, qui communiqueront au liquide une teinte jaune paille d'abord, puis, en continuant une teinte jaune ambrée, puis jaune de gomme-gutte, puis jaune de plus en plus foncée.

Cette teinte jaune se distingue très nettement en regardant le tube légèrement incliné au-dessus d'un papier blanc, de telle sorte que le rayon visuel passe par les bords de la section elliptique faite par la surface liquide.

Ces deux séries d'opérations permettent de placer le terme de l'analyse entre deux limites correspondant, l'une à la formation du précipité nuageux à la surface, l'autre à la production, à la partie supérieure de la liqueur, d'une couche jaune clair qui, se répandant dans la masse, la colore également sans altérer sa transparence. La lecture des divisions de la burette graduée répondant à ces deux limites permettra d'arriver à un dosage qui ne le cèdera en rien à aucun autre, fait par des méthodes différentes. La moyenne des deux lectures fournira le nombre exact de division correspondant au terme de l'analyse.

Dans aucun cas il ne faut juger des nuances en interposant le tube entre

l'œil et la lumière du jour ; il faut se placer dans un endroit bien éclairé, en face de murs blancs, autant que possible. On évite ainsi des colorations étrangères dues à des effets de réfraction. Souvent on distingue mieux le précipité formé à la surface, en regardant à faux le tube placé un peu de côté et au-dessous de l'œil. Du reste, après quelques tâtonnements, chaque observateur ne manquera pas de trouver les conditions qui lui sont les plus favorables (1).

L'essai terminé, on observe le niveau de liquide sucré resté dans la burette graduée, afin de constater le volume usé pour la réduction de 10 cm. cubes de liqueur cuivrique. Soit par exemple 8.3 cm. cubes de liqueur sucrée, on aura alors 50 milligrammes de sucre dans 8.3 cm. cubes de la liqueur, d'où  $100 : x = 8.3 : 50$  ;  $x = \frac{5000}{8.2} = 602$ , c'est-à-dire que 100 cm. cubes de la liqueur sucrée essayée contiennent 0<sup>gr</sup>,602 de sucre. Connaissant le poids de matière qu'on a dissout dans 100 cm. cubes, on trouvera par le calcul le tant pour cent de sucre.

Les résultats sont absolument exacts, lorsqu'on a usé de 5 à 10 cm. cubes de liqueur sucrée pour précipiter le cuivre de 10 cm. cubes de liqueur Fehling ou Violette. Il convient donc de ramener la solution sucrée à une concentration convenable pour que la teneur en sucre soit de 0,5 à 1 %. On fera donc bien de faire d'abord un essai préliminaire, en ajoutant le liquide sucré à fortes portions, afin de constater approximativement le titre de la solution, qu'on étendra ensuite avec de l'eau de manière à en faire un volume déterminé de liquide qui aura alors la concentration prescrite.

Dans le cas spécial d'analyse de betteraves par la liqueur cuivrique, selon la méthode Violette, la liqueur sucrée après l'inversion se trouve d'elle-même dans les conditions indiquées (V. chapitre XIX).

Ce mode de dosage n'est exact que pour le sucre inverti ou pour le sucre cristallisable après inversion préalable. On ne pourra pas titrer directement des solutions contenant du dextrose ou du lévulose avec les liqueurs Fehling

1. L'opération étant terminée, on lave le tube à l'eau d'abord en le tenant avec la pince en bois, puis à l'acide chlorhydrique faible qui dissout facilement la portion de précipité rouge d'oxyde cuivreux adhérente aux parois dans la partie où le liquide a bouilli. On rince ensuite le tube à grande eau intérieurement et extérieurement, puis enfin à l'eau distillée, car il importe de conserver une grande transparence à ses parois.

Quand on a plusieurs essais à faire, il convient, après avoir décanté le liquide sucré de la burette, de rincer cette dernière avec la liqueur sucrée que l'on va essayer, plutôt qu'avec de l'eau ; on évite ainsi de laver et de sécher la burette après chaque dosage.

et Violette, vérifiées au moyen d'une solution de sucre inverti, les pouvoirs réducteurs de ces trois sortes de glucoses étant différents. Un gramme de dextrose réduit plus de cuivre qu'un gramme de lévulose, et le pouvoir réducteur du sucre inverti, qui est un mélange de dextrose et de lévulose, se trouve naturellement entre les deux.

En faisant l'essai dans les conditions indiquées plus haut, c'est-à-dire par la méthode Violette,

10 centimètres cubes de liqueur Fehling correspondront :  
à 0 gr. 048 sucre de raisin (dextrose),  
à 0 gr. 050 sucre inverti (dextrose et l'évulose),  
et à 0 gr. 052 sucre de fruits (lévulose) ;

10 centimètres cubes de liqueur Violette correspondront :  
à 0 gr. 050 sucre cristallisable (saccharose),  
à 0 gr. 051 sucre de raisin (dextrose),  
à 0 gr. 053 sucre inverti (dextrose et lévulose),  
et à 0 gr. 055 sucre de fruits (lévulose).

Nous avons déduit ces valeurs de travaux de *Soxhlet*, sur lesquels nous reviendrons plus loin.

Le sucre de lait (lactose) et le sucre de bière (maltose), bien qu'ils n'appartiennent pas au groupe des glucoses, réduisent également les liqueurs cuivriques, mais leur pouvoir réducteur est beaucoup inférieur à celui des glucoses. En opérant de la manière indiquée plus haut,

10 centimètres cubes de liqueur Fehling correspondront :  
à 0 gr. 038 sucre de lait (lactose),  
et à 0 gr. 075 sucre de bière (maltose) ;  
10 centimètres cubes de liqueur Violette correspondront :  
à 0 gr. 072 sucre de lait (lactose),  
et à 0 gr. 079 sucre de bière (maltose) (1).

(2) *Méthode volumétrique de Soxhlet*. La théorie d'une réduction de 10 molécules de cuivre par un molécule de glucose ayant été attaquée par un grand nombre de chimistes, M. *Soxhlet* (2) a entrepris sur ce sujet une longue série d'expériences avec les divers sucres, et il est arrivé aux résultats suivants, confirmés ensuite par les travaux de *Mærker*, *Allihn*, *Meissl* et d'autres :

1) Que la proportion de cuivre réduit par un certain poids de glucose est

1. Ces chiffres ne sont exacts que pour des liqueurs cuivriques vérifiées avec la solution normale de sucre inverti.

2. V. *Soxhlet*, *Moniteur scientifique* du Dr *Quesneville*, 1882, 99 et suivantes.

variable, selon que l'on opère sur la liqueur Fehling normale ou qu'on étend celle-ci avec de l'eau, et que cette proportion diminue avec l'augmentation du liquide, de sorte qu'en opérant avec la liqueur non étendue la réduction sera de 1 : 10.1 molécules ; en étendant la liqueur cuivrique avec son propre volume d'eau la réduction sera de 9.9 molécules ; en diluant avec 2 volumes d'eau, la réduction descendra à 9.8 molécules ; enfin en diluant avec 3 à 4 volumes d'eau, la réduction sera de 9.7 équivalents seulement.

2) Que si la liqueur cuivrique se trouve en grand excès, au double de la quantité correspondant au sucre ajouté, la réduction est augmentée de 0.65 à 0.75 mol. en plus ; si l'on ajoute, à la liqueur cuivrique, la liqueur sucrée en petites doses, les premières gouttes précipiteront plus de sous-oxyde de cuivre que les gouttes suivantes :

3) Que la réduction change avec la concentration de la solution sucrée ; on arrive à une réduction constante si la solution sucrée contient de 0.5 à 1 % de sucre.

4) Que les divers sucres n'ont pas le même pouvoir réducteur, comme nous l'avons déjà indiqué plus haut.

5) Que la réduction dépend beaucoup de la durée de l'ébullition et que cette durée d'ébullition, nécessaire pour produire une réduction complète, n'est pas la même pour les différents sucres. Il faut faire bouillir la liqueur cuivrique avec la liqueur sucrée, pendant 2 minutes pour les glucoses (dextrose, lévulose et sucre inverti) pendant 3 à 4 minutes pour le maltose, et pendant 6 à 7 minutes pour le sucre de lait.

Se basant sur ces intéressantes observations, *Soxhlet* recommande une méthode volumétrique nouvelle, dont le principe est d'ajouter en une seule fois toute la liqueur sucrée, de faire bouillir pendant le temps strictement nécessaire pour la réduction, de filtrer et de voir, au moyen d'acide acétique et du prussiate de potasse, s'il y a du cuivre dans la solution. Voici la marche à suivre :

On prépare deux liqueurs, l'une contenant 34 gr. 64 sulfate de cuivre pur, dissouts dans 500 c. cubes d'eau, l'autre contenant 173 gr. de sel de seignette et 50 gr. soude caustique dissouts également dans 500 c. cubes et l'on conserve ces liqueurs séparément, afin d'éviter les altérations que subit ordinairement la liqueur Fehling. Pour faire un essai de sucre, on mélange dans une grande capsule de porcelaine 25 c. cubes de la solution cuivrique et 25 c. cubes de la solution alcaline de sel de Seignette (correspondant ensemble à 50 c. cubes de liqueur Fehling) et l'on fait bouillir. On ajoute

alors une partie de la solution sucrée jusqu'à la disparition complète de la couleur bleue à la surface du liquide reposé. On a ainsi le volume approximatif nécessaire pour la réduction de 50 c. cubes de liqueur Fehling et on établit la teneur approximative en sucre de la solution. On ajoute alors de l'eau, dans une proportion déterminée, à la solution sucrée, afin de la mettre au titre approximatif de 1 %.

On recommence ensuite l'essai avec des nouvelles quantités de 25 c. cubes de chaque liqueur et on ajoute *en une seule fois* un volume de solution sucrée un peu inférieur à celui qui est indiqué par l'essai préliminaire ; soit pour des solutions de 1 % de sucre, 23 c. cubes de la solution de dextrose, 24 c. cubes de sucre inverti, 25 c. cubes de lévulose, 38 c. cubes de maltose et 33 c. cubes de lactose, on fait bouillir pendant le temps strictement nécessaire et on filtre à travers un petit filtre à plis. Si le liquide filtré est un peu verdâtre, la présence de cuivre est toute indiquée ; dans le cas que le liquide est incolore, ce qui n'indique nullement l'absence de toute trace de cuivre, on ajoute au liquide de l'acide acétique jusqu'à réaction acide, et un peu de prussiate de potasse. Si le liquide ne contient qu'une trace de cuivre, il prendra la teinte de rose pâle ; en présence de quantités plus grandes de cuivre, la couleur du liquide sera rouge plus ou moins foncée ; en l'absence de cuivre, le prussiate de potasse ne changera pas la couleur primitive du liquide. On fait ensuite un troisième essai dans les mêmes conditions, en prenant moins de liqueur sucrée, si dans l'essai précédent le liquide filtré était exempt de cuivre ; dans le cas contraire on prendra une quantité plus grande de solution sucrée, selon l'intensité de la réaction provoquée par le prussiate de potasse. On opère exactement comme dans le titrage précédent et l'on essaye de nouveau. On répète ces essais jusqu'au moment où deux essais successifs, dont les volumes de solutions sucrées ne diffèrent que de 0,1 c. cube, ont indiqué la présence d'une trace de cuivre dans l'un et l'absence absolue de toute réaction dans l'autre par suite de l'augmentation de 0.1 de liquide sucré.

Ces tâtonnements sont un peu longs, mais après quelques exercices on parvient à faire un titrage avec 5 ou 6 essais. Le volume de liqueur sucrée, employé au dernier essai, contient dans ces conditions,

0 gr. 2375 dextrose,  
0 gr. 2470 sucre inverti (= 0 gr. 23465 saccharose),  
0 gr. 2372 lévulose,  
0 gr. 3890 maltose  
et 0 gr. 3380 lactose.

Si la solution est fort colorée, la réaction au prussiate perd beaucoup de sa sensibilité ; dans ce cas, Soxhlet recommande d'ajouter au liquide filtré quelques gouttes de la solution sucrée et faire bouillir une minute ou deux, afin de reconnaître la présence du cuivre par la formation du précipité rouge au fond du vase. Les quantités dosables de cuivre forment une couche plus ou moins prononcée ; s'il n'y a que des traces, l'observation est plus facile sur un morceau de papier à filtrer dont on entoure le bout d'une baguette en verre, avec lequel on frotte doucement les parois du vase ; la moindre trace de sous-oxyde de cuivre adhère sur le papier, en lui communiquant sa couleur rouge plus ou moins prononcée.

Cette méthode est évidemment beaucoup moins pratique que celle de Violette ; mais elle a le mérite de fournir des résultats d'une plus grande précision. L'exactitude des résultats donnés par cette méthode surpassent même celle de la méthode gravimétrique que nous allons étudier.

### C. — Procédé gravimétrique

Quel que soit le sucre à doser et quel que soit la méthode gravimétrique dont on fait usage pour ce dosage, il est évident qu'on est obligé de faire bouillir la solution sucrée avec de la liqueur *cuivrique en excès plus ou moins grand*. Or, nous avons vu que cet excès de liqueur cuivrique modifie notablement le pouvoir réducteur du sucre à doser ; on ne pourra donc pas déduire directement, de la quantité de cuivre précipité, la quantité de sucre cherché.

*Maerker et Allihn* ont cherché à résoudre ce problème d'une façon empirique, en déterminant les rapports qui existent entre le cuivre et le sucre pour des quantités très différentes de cuivre précipité, et ils ont donné des formules pour en faire usage aux analyses des produits contenant du dextrose.

Ce travail a été ensuite complété par *Meissl et Soxhlet* qui ont déterminé d'une façon analogue les formules de réduction du sucre inverti, du maltose et du lactose.

Comme ces formules ont été déduites des essais directs faits sur des solutions préparées avec chacun des différents sucres réducteurs, on ne pourra en faire usage qu'en effectuant l'essai dans les conditions observées par les auteurs cités. Les solutions sucrées sont d'abord titrées approximative-

ment par des essais préliminaires, et étendus ensuite avec de l'eau de façon à contenir de 0.5 à 1 % de sucre. On opère sur 25 c. cubes de solution sucrée qu'on verse dans une capsule de porcelaine contenant 60 c. cubes de li-queur Fehling (30 c. cubes de la solution cuivrique et 30 c. cubes de la solution alcaline de sel de Seignette, les deux solutions étant conservées sépa-rément), qu'on fait bouillir pendant 2 minutes (ou un peu plus pour maltose et lactose) et qu'on filtre immédiatement. Pour cette filtration on emploie un tube-entonnoir (fig. 30) proposé par Soxhlet (1), qu'on peut facilement



FIG. 30

préparer soi-même. A cet effet, on prend un morceau de tube à combustion (tel qu'on emploie pour les dosages d'azote) de 10 c. de longueur, qu'on rétrécit à l'un de ses bouts jusqu'à la moitié du diamètre du tube, et on remplit au quart de la partie large avec de l'amiante fraîchement calciné. Sous cette couche d'amiante, c'est-à-dire dans la partie conique du tube, on met un tampon formé de verre effiloché, afin d'em-pêcher l'entraînement de petites particules d'amiante pendant la filtration. Au-dessus de la couche d'amiante bien serrée dans le tube, on pose encore un tampon d'amiante très léger, afin de diviser entre ses fibres très fines la couche de sous-<sup>2</sup>/<sub>3</sub> oxyde de cuivre qui pourra, sans cette précaution, s'amasser dans le fond du tube, en empêchant le passage du liquide à filtrer; après avoir desséché et pesé le tube-filtre ainsi garni, on adapte à sa partie supérieure, au moyen d'un bouchon perforé, un petit entonnoir (fig. 30) et on met le tube en com-munication avec un aspirateur, afin d'accélérer la filtration.

Après avoir décanté avec précaution la majeure partie du liquide clair surnageant le précipité cuivrique, on verse le tout sur l'enton-noir du tube-filtre et on rince la capsule avec un filet d'eau froide, afin de faire tomber sur le filtre les particules adhérentes du précipité; on lave à plusieurs reprises avec de l'eau froide, et ensuite avec de l'alcool d'un peu d'éther, on ferme le robinet d'aspiration, on retire le tube-filtre qu'on débar-rasse de son entonnoir et qu'on dessèche dans une étuve à air.

Ensuite on fait passer un courant de gaz d'hydrogène à travers le tube-filtre chauffé doucement sur une petite flamme, afin de réduire le sous-oxyde en cuivre métallique. A cet effet, on introduit le tube-filtre D dans la pince

1. V. Soxhlet, *Chemisches Centralblatt*, 1878, p. 221.

d'un support, en le maintenant dans une position inclinée, et on adapte à sa partie supérieure un tube en caoutchouc communiquant avec un appareil producteur d'hydrogène (fig. 31). Cet appareil se compose d'un tube cylindrique A, légèrement rétréci vers son orifice inférieur qui est ouvert, maintenu dans une éprouvette bien large contenant de l'acide sulfurique étendu ; ce tube cylindrique A, rempli de morceaux de zinc, est fermé à sa partie supérieure par un bouchon perforé donnant passage à un tube à robinet, qu'on ouvre pour faire entrer l'acide dans l'intérieur du tube A. Le gaz d'hydrogène qui s'en dégage, passe d'abord par un laveur à eau B, pour se débarrasser de l'acide entraîné, et ensuite par une éprouvette C contenant du chlorure de calcium fondu et sec.

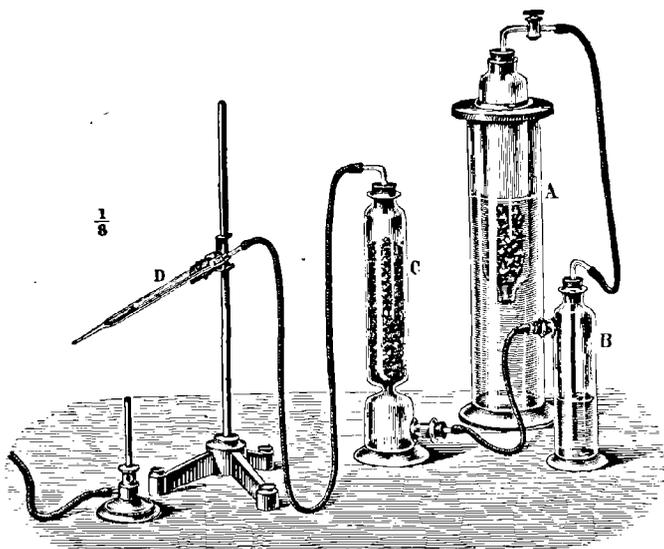


FIG. 31

En passant par le tube-filtre D, à travers la couche de sous-oxyde de cuivre, l'hydrogène se combine avec l'oxygène pour former de la vapeur d'eau et le cuivre est réduit à l'état métallique. On accélère la réduction au moyen d'une petite flamme maintenue au dessous de la couche d'amiante contenant le précipité et la vapeur d'eau formée est chassée par le gaz qui continue à passer à travers le tube. Lorsqu'on ne voit plus de vapeur condensée sur les parois de la partie étroite du tube, la réduction est terminée. On enlève la flamme, on laisse encore passer de l'hydrogène, afin de refroidir le tube, on

y fait ensuite passer un courant d'air sec, et on retire le tube-filtre que l'on pèse. Le poids de cuivre métallique obtenu correspond à un poids déterminé de chacun des différents sucres réducteurs, qu'on trouvera dans les tables suivantes.

Si le sucre à doser est le dextrose (sucre de raisin), on fera usage de la table XXI calculée par Allihn, qui donne directement le poids du dextrose en milligrammes correspondant au poids du cuivre trouvé également en milligrammes.

S'il s'agit de sucre inverti la table Allihn n'est pas applicable (1), le pouvoir réducteur du sucre inverti n'étant pas du tout le même que celui du dextrose. Dans ce cas, on fera usage de la table XXII calculée par Meissl (2) indiquant les milligrammes de cuivre correspondant aux milligrammes de sucre inverti.

Comme la première colonne de la table contient le sucre inverti avec des intervalles de 5 milligrammes, on trouvera le complément dans la troisième colonne.

Un exemple suffira pour bien saisir la manière de se servir de cette table.

Soit, cuivre pesé : 0 gr. 1750

Selon cette table, 0 gr. 1705 Cu = 0 gr. 090 sucre inverti.

La différence  $0.1750 - 0.1705 = 0.0045$ , est divisée par 1,840 trouvé dans la troisième colonne, et on a  $\frac{45}{1.84} = 0$  gr. 0025 sucre inverti qu'il faut ajouter aux 0 gr. 090, soit  $0.090 + 0.0025 = 0$  gr. 0925 sucre inverti.

Si la matière analysée contient, outre le *sucre inverti*, du *saccharose* en quantité plus ou moins grande, ce qui est le cas des sucres coloniaux, la situation est complètement modifiée. Le saccharose, bien qu'il ne réduit pas lui-même la liqueur Fehling, il influence beaucoup la réduction provoquée par le sucre inverti, ce qui résulte des travaux de *Zulkovski* et *Meissl*. Dans ce cas il faut faire usage de la table XXIII calculée également par Meissl (3), qui exige la connaissance préalable de la teneur en saccharose, afin qu'on puisse déterminer la proportion qui existe entre le saccharose et l'inverti. Voici la manière de faire le calcul en question, après avoir dosé le saccharose et pesé le cuivre réduit par le sucre inverti :

1. C'est par erreur que certains auteurs ont recommandé cette table pour le dosage du sucre inverti.

2. *Meissel*, *Zeitschrift für Zuckerindustrie*, 1879, p. 1034.

3. Voir le mémoire cité plus haut.

TABLE XXI

*Dosage du sucre de raisin (dextrose), d'après Allihn.*

mg.	mg.								
CUIVRE	DEXTROSE								
10	6.1	55	28.4	100	50.9	145	73.9	190	97.3
11	6.1	56	28.8	101	51.4	146	74.4	191	97.8
12	7.1	57	29.3	102	51.9	147	74.9	192	98.4
13	7.6	58	29.8	103	52.4	148	75.5	193	98.9
14	8.1	59	30.3	104	52.9	149	76.0	194	99.4
15	8.6	60	30.8	105	53.5	150	76.5	195	100.0
16	9.0	61	31.3	106	54.0	151	77.0	196	100.5
17	9.5	62	31.8	107	54.5	152	77.5	197	101.0
18	10.0	63	32.3	108	55.0	153	78.1	198	101.5
19	10.5	64	32.8	109	55.5	154	78.6	199	102.0
20	11.0	65	33.3	110	56.0	155	79.1	200	102.6
21	11.5	66	33.8	111	56.5	156	79.6	201	103.1
22	12.0	67	34.3	112	57.0	157	80.1	202	103.7
23	12.5	68	34.8	113	57.5	158	80.7	203	104.2
24	13.0	69	35.3	114	58.0	159	81.2	204	104.7
25	13.5	70	35.8	115	58.6	160	81.7	205	105.3
26	14.0	71	36.3	116	59.1	161	82.2	206	105.8
27	14.5	72	36.8	117	59.6	162	82.7	207	106.3
28	15.0	73	37.3	118	60.1	163	83.3	208	106.8
29	15.5	74	37.8	119	60.6	164	83.8	209	187.4
30	16.0	75	38.3	120	61.1	165	84.3	210	107.9
31	16.5	76	38.8	121	61.6	166	84.8	211	108.4
32	17.0	77	39.3	122	62.1	167	85.3	212	109.0
33	17.5	78	39.8	123	62.6	168	85.9	213	109.5
34	18.0	79	40.3	124	63.1	169	86.4	214	110.0
35	18.5	80	40.8	125	63.7	170	86.9	215	110.6
36	18.9	81	41.3	126	64.2	171	87.4	216	111.1
37	19.4	82	41.8	127	64.7	172	87.9	217	111.6
38	19.9	83	42.3	128	65.2	173	88.5	218	112.1
39	20.4	84	42.8	129	65.7	174	89.0	219	112.7
40	20.9	85	43.4	130	66.2	175	89.5	220	113.2
41	21.4	86	43.9	131	66.7	176	90.0	221	113.7
42	21.9	87	44.4	132	67.2	177	90.5	222	114.3
43	22.4	88	44.9	133	67.7	178	91.1	223	114.8
44	22.9	89	45.4	134	68.2	179	91.6	224	115.3
45	23.4	90	45.9	135	68.8	180	92.1	225	115.9
46	23.9	91	46.4	136	69.3	181	92.6	226	116.4
47	24.4	92	46.9	137	69.8	182	93.1	227	116.9
48	24.9	93	47.4	138	70.3	183	93.7	228	117.4
49	25.4	94	47.9	139	70.8	184	94.2	229	118.0
50	25.9	95	48.4	140	71.3	185	94.7	230	118.5
51	26.4	96	48.9	141	71.8	186	95.2	231	119.0
52	26.9	97	49.4	142	72.3	187	95.7	232	119.6
53	27.4	98	49.9	143	72.9	188	96.3	233	120.1
54	27.9	99	50.4	144	73.4	189	96.8	234	120.7

TABLE XXI (suite)

Dosage du sucre de raisin (dextrose) d'après Allihn

CUIVRE	DEXTROSE								
mg.	mg.								
235	121.2	281	146.1	327	171.4	373	197.4	419	223.9
236	121.7	282	146.6	328	172.0	374	198.0	420	224.5
237	122.3	283	147.2	329	172.5	375	198.6	421	225.1
238	122.8	284	147.7	330	173.1	376	199.1	422	225.7
239	123.4	285	148.3	331	173.7	377	199.7	423	226.3
240	123.9	286	148.8	332	174.2	378	200.3	424	226.9
241	124.4	287	149.4	333	174.8	379	200.8	425	227.5
242	125.0	288	149.9	334	175.3	380	201.4	426	227.8
243	125.5	289	150.5	335	175.9	381	202.0	427	228.6
244	126.0	290	151.0	336	176.5	382	202.5	428	229.2
245	126.6	291	151.6	337	177.0	383	203.1	429	229.8
246	127.1	292	152.1	338	177.6	384	203.7	430	230.4
247	127.6	293	152.7	339	178.1	385	204.3	431	231.0
248	128.1	294	153.2	340	178.7	386	204.8	432	231.6
249	128.7	295	153.8	341	179.3	387	205.4	433	232.2
250	129.2	296	154.3	342	179.8	388	206.0	434	232.8
251	129.7	297	154.9	343	180.4	389	206.5	435	233.4
252	130.3	298	155.4	344	180.9	390	207.1	436	233.9
253	130.8	299	156.0	345	181.5	391	207.7	437	234.5
254	131.4	300	156.5	346	182.1	392	208.3	438	235.1
255	131.9	301	157.1	347	182.6	393	208.8	439	235.7
256	132.4	302	157.6	348	183.2	394	209.4	440	236.3
257	133.0	303	158.2	349	183.7	395	210.0	441	236.9
258	133.9	304	158.7	350	184.3	396	210.6	442	237.5
259	134.1	305	159.3	351	184.9	397	211.2	443	238.1
260	134.6	306	159.8	352	185.4	398	211.7	444	238.7
261	135.1	307	160.4	353	186.0	399	212.3	445	239.3
262	135.7	308	160.9	354	186.6	400	212.9	446	239.8
263	136.2	309	161.5	355	187.2	401	213.5	447	240.4
264	136.8	310	162.0	356	187.7	402	214.1	448	241.0
265	137.3	311	162.6	357	188.3	403	214.6	449	241.6
266	137.8	312	163.1	358	188.9	404	215.2	450	242.2
267	138.4	313	163.7	359	189.4	405	215.8	451	242.8
268	138.9	314	164.2	360	190.0	406	216.4	452	243.4
269	139.5	315	164.8	361	190.6	407	217.0	453	244.0
270	140.0	316	165.3	362	191.1	408	217.5	454	244.6
271	140.6	317	165.9	363	191.7	409	218.1	455	245.2
272	141.1	318	166.4	364	192.3	410	218.7	456	245.7
273	141.7	319	167.0	365	192.9	411	219.3	457	246.3
274	142.2	320	167.5	366	193.5	412	219.9	458	246.9
275	142.8	321	168.1	367	194.0	413	220.4	459	247.5
276	143.3	322	168.6	368	194.6	414	221.0	460	248.1
277	143.9	323	169.2	369	195.1	415	221.6	461	248.7
278	144.4	324	169.7	370	195.7	416	222.2	462	249.3
279	145.0	325	170.3	371	196.3	417	222.8	463	249.9
280	145.5	326	170.9	372	196.8	418	223.3		

TABLE XXII

SUCRE inverti	CUIVRE réduit	CUIVRE réduit correspondant à 1 milligramme de sucre inverti	SUCRE inverti	CUIVRE réduit	CUIVRE réduit correspondant à 1 milligramme de sucre inverti
milligramm.	milligrammes	milligrammes	milligramm.	milligrammes	milligrammes
50	96.0		140	259.4	
55	105.4		145	268.1	1.744
60	114.8		150	276.8	
65	124.2	1.876	155	285.2	
70	133.5		160	293.6	
75	142.9		165	302.1	1.684
80	152.1		170	310.5	
85	161.3		175	318.9	
90	170.5	1.840	180	327.2	
95	179.7		185	335.5	
100	188.9		190	343.7	1.656
105	197.8		195	352.0	
110	206.6		200	360.3	
115	215.5	1.772	205	368.2	
120	224.4		210	376.2	
125	233.2		215	384.2	1.592
130	241.9		220	392.4	
135	250.6	1.744	225	400.1	

On divise par 2 le poids du cuivre et on obtient *approximativement* le sucre inverti, c'est-à-dire un chiffre suffisant pour établir la proportion du saccharose et de l'inverti pour 100 de leur mélange.

Ceci établi, on recherche dans la table XXIII la valeur F, correspondant

au poids du sucre inverti et à la proportion constatée entre celui-ci et le saccharose, on multiplie avec cette valeur F le poids du cuivre pesé et on divise le produit par 100. Le chiffre résultant exprime le sucre inverti en milligrammes. *Meissl* recommande la formule  $\frac{Cu}{p} \times F = \%$  de sucre inverti, dans laquelle  $Cu = mg$  cuivre pesés,  $p =$  poids de matière employée pour la réduction et  $F =$  le multiplicateur qui varie avec la quantité du sucre inverti et avec la proportion entre celui-ci et le saccharose.

TABLE XXIII

Rapport entre les deux sucres	SUCRE INVERTI EN MILLIGRAMMES								
	245	225	200	175	150	125	100	75	50
Cristal.: Sucre inverti.	F	F	F	F	F	F	F	F	F
90 : 10	56.2	55.1	54.1	53.6	53.1	52.6	52.1	51.6	51.2
91 : 9	56.2	55.1	54.1	53.6	52.6	52.1	51.6	51.2	50.7
92 : 8	56.2	54.6	53.6	53.1	52.1	51.6	51.2	50.7	50.3
93 : 7	55.7	54.1	53.6	53.1	52.1	51.2	50.7	50.3	49.8
94 : 6	55.7	54.1	53.1	52.6	51.6	50.7	50.3	49.8	48.9
95 : 5	55.7	53.6	52.6	52.1	51.2	50.3	49.4	48.9	48.5
96 : 4	—	—	52.1	51.2	50.7	49.8	48.9	47.7	46.9
97 : 3	—	—	50.7	50.3	49.8	48.9	47.6	46.2	45.1
98 : 2	—	—	49.9	48.9	48.5	47.3	45.8	43.3	40.0
99 : 1	—	—	47.7	47.3	46.5	45.1	43.3	41.2	38.1

Exemple. On a employé pour la réduction 25 c. cubes de solution sucrée, contenant 3 gr. 256 (1) de sucre colonial brut, titrant 84,6 % de saccharose,

I. On a, par exemple, pesé 26 gr. 048 de sucre pour doser le saccharose par le saccharimètre système Wenzke, on a ensuite pris 50 centimètres cubes de liquide filtré (restant de l'observation saccharimétrique) que l'on a ramené avec de l'eau et du sulfate de soude au volume de 100 centimètres cubes = 13 gr. 024 de matière, filtré et employé pour la réduction 25 centimètres cubes = 3 gr. 256 de matière.

et on a obtenu 0 gr. 290 de cuivre métallique. On aura alors  $\frac{Cu}{2} = 0 \text{ gr. } 145$  sucre inverti (approximativement = 4,45 %, contre 84,6 % de saccharose, ce qui fait la proportion 95,1 saccharose : 4,9 sucre inverti). On trouvera dans la table XXIII, pour 150 inverti et pour le rapport des deux sucres de 95:5, la valeur  $F=51,2$ . La formule  $\frac{Cu}{p} \times F$  sera =  $\frac{0,290}{3,256} \times 51,2 = 4,56 \%$  sucre inverti.

Pour le sucre contenu dans le lait, c'est-à-dire le *lactose*, les différences de concentrations sont sans influence sur la réduction, mais bien l'excès plus ou moins grand de liqueur cuivrique, ce qui résulte des observations de Soxhlet, confirmées par celles de *Rederwald* et *Tollens*. Dans ce cas, on trouvera dans la table XXIV, calculée par Soxhlet, les relations entre le cuivre pesé et le lactose cherché.

TABLEAU XXIV

CUIVRE PESÉ milligrammes	LACTOSE milligrammes	CUIVRE PESÉ milligrammes	LACTOSE milligrammes
138.3	100	300.8	225
171.4	125	333.0	250
204.0	150	363.6	275
237.5	175	392.7	300
269.6	200	»	»

Pour doser le sucre de bière (maltose), on n'a besoin d'aucune table, le pouvoir réducteur de ce sucre étant invariable et ne subissant aucune influence de l'excès plus ou moins grand de liqueur cuivrique. Selon Soxhlet, 100 milligrammes de maltose anhydride ( $C^{12}H^{22}O^{11}$ ) donnent 113 milligrammes de cuivre métallique.

#### D. — Procédés mixtes

Les opérations diverses qu'exige le procédé gravimétrique sont très délicates et longues. Aussi a-t-on cherché de doser le cuivre précipité par des procédés volumétriques, dont les uns reposent sur l'oxydation du sous-oxyde de cuivre au moyen de liqueurs étendues et titrées de permanganate de potasse, et les autres sont basés sur la réduction du sel cuivrique qui reste dans le liquide après la précipitation du sous-oxyde, afin de constater par la différence le poids de cuivre réduit par le sucre. Nous n'en citerons que deux procédés qui réussissent le mieux (1).

##### (1) *Procédé Mohr préconisé par Mategezeck*

Lorsqu'on introduit le sous-oxyde de cuivre dans une solution de sulfate de fer additionnée d'acide sulfurique libre, il se dissout complètement en s'oxydant au dépens de l'oxyde de fer, lequel peut être dosé par une solution titrée de permanganate de potasse qui se décolore par suite de l'oxydation du fer. Une précipitation d'oxyde de cuivre, qui se forme quelquefois au sein du liquide ne gêne pas le titrage.

Cette réaction a été déjà préconisée par Mohr pour le titrage général du cuivre. Mategezeck la propose pour le dosage de l'incristallisable, en opérant de la manière suivante :

La solution de sucre destiné au titrage du cristallisable est traitée ensuite avec du sulfate de soude, ramenée à un volume connu et filtrée. 50 c. cubes de ce filtrat sont introduits dans une capsule en porcelaine, on y ajoute 10 c. cubes de liqueur Fehling et 40 c. cubes d'eau, on chauffe et on maintient le liquide à l'ébullition pendant 2 minutes exactement. S'il y a du sucre inversé, il se forme un dépôt rouge (sous-oxyde de cuivre) dans le fond de la capsule, que l'on reçoit sur un filtre spécial d'amiante. Ce filtre se compose d'un simple entonnoir en verre de 100 c. cubes de capacité, dont le col est garni à l'intérieur avec les fibres d'amiante préparées, bien enfoncées à l'aide d'un agitateur en verre, de sorte que l'eau versée dans l'entonnoir ne passe que goutte à goutte. On place cet entonnoir dans un support au-dessus d'un vase destiné à recevoir le filtrat, et on verse dans l'entonnoir le con-

1. Ces procédés sont employés principalement pour le dosage de sucre inversé dans les produits industriels et commerciaux.

tenu de la capsule en porcelaine. On lave la capsule à plusieurs reprises avec de l'eau chaude, mais sans se donner la peine de rincer les petites parties de cuivre adhérentes aux parois de la capsule. On fait passer l'eau de lavage toujours par l'entonnoir en question, puis le lavage étant terminé, on renverse l'entonnoir sur la même capsule et l'on rince l'amiante et le sous-oxyde de cuivre, avec de l'eau, afin d'introduire le tout dans la capsule. On y ajoute une solution de sulfate de fer, additionnée d'acide sulfurique, de façon à dissoudre complètement le sous-oxyde de cuivre. Puis on titre le fer réduit avec une solution de permanganate de potasse titrée au 1/10 d'équivalent, laquelle se décolore par suite de l'oxydation du fer, et on s'arrête, lorsque le liquide devient rouge.

Chaque centimètre cube de la solution de permanganate de potasse au 1/10 d'équivalent, correspond à 0,007936 d'oxyde de cuivre (CuO) ou à 0,006336 de cuivre métallique (1).

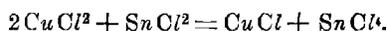
Connaissant le poids du cuivre en milligrammes, il est aisé de trouver, au moyen de la table de Meissl, les milligrammes de sucre inverti.

## (2) *Procédé Weil préconisé par Pellet*

Ce procédé est basé sur les deux faits suivants (2) :

(1) Si un liquide, chauffé à l'ébullition en présence d'acide chlorhydrique libre, contient un sel cuivrique, la présence de ce dernier, n'en existât-il que des traces, donne à la solution une couleur verdâtre caractéristique d'autant plus prononcée qu'il y a plus d'acide chlorhydrique libre dans le liquide.

(2) Le protochlorure d'étain réduit instantanément à l'ébullition et en présence d'acide chlorhydrique, les *sels cuivriques* en les transformant en *sels cuivreux*, c'est-à-dire en protochlorure de cuivre selon l'équation



La réaction est terminée au moment précis où la couleur verdâtre de bichlorure de cuivre est disparue, le protochlorure de cuivre (CuCl) et le bichlorure d'étain (SnCl<sup>4</sup>) étant tous les deux incolores. L'addition en trop d'une

1. Nous empruntons la description de cette méthode à l'ouvrage de *M. de Wachtel*, intitulé : *Hülfsbuch für chemisch-technische Untersuchungen auf dem Gesamtgebiete der Zuckerfabrikation*, Prague, Fr. Rivnác, 1884, p. 63.

2. *V. Annales de physique et de chimie* t. VII, et *Pellet et Sencier*, Fabrication du sucre, p. 152-155.

seule goutte de protochlorure d'étain est facile à constater en ajoutant à la liqueur une goutte de bichlorure de mercure, ce qui produit un précipité blanc du calomel.

Si on ajoute à une solution d'un sel cuivrique une liqueur titrée de bichlorure d'étain jusqu'à la décoloration, on pourra déduire le poids du cuivre du volume de liqueur titrée qu'on a employé pour la réaction.

On prépare la solution d'étain en dissolvant 16 à 20 grammes de protochlorure d'étain cristallisé dans de l'eau acidulée d'acide chlorhydrique. La solution ainsi obtenue, après avoir été rendue limpide par filtration, est additionnée d'environ 250 c. cubes d'acide chlorhydrique pur. On complète un volume de 1 litre par addition d'eau bouillie. Pour le dosage du cuivre et du fer on peut employer 25 grammes de protochlorure d'étain par litre, ce qui donne 8 à 9 c. cubes de liqueur par décigramme de cuivre.

#### *Titration de la liqueur de protochlorure d'étain.*

On pulvérise du sulfate de cuivre cristallisé chimiquement pur, et on le dessèche en le pressant entre des feuilles de papier buvard. On en pèse exactement 7 gr. 867, contenant 2 grammes de cuivre pur.

On dissout dans de l'eau distillée, de façon à faire 500 c. cubes, et la solution normale de cuivre ainsi obtenue est conservée dans un flacon en verre bien bouché.

A l'aide d'une pipette on introduit 25 c. cubes de cette solution de cuivre, contenant 0 gr. 1 de cuivre pur, dans un matras en verre blanc jaugé environ 100 c. cubes. On ajoute 10 ou 20 c. cubes d'acide chlorhydrique, ce qui fait virer au vert intense la couleur bleue, et l'on porte le tout à l'ébullition sur un petit bain de sable ou sur une plaquette de tôle mince. Comme l'acide chlorhydrique employé ne doit pas contenir de chlore et que l'acide pur du commerce en renferme souvent, on essaie cet acide en introduisant 10 c. cubes dans un tube bouché et ajoutant 2 à 3 gouttes d'une solution étendue de sulfate d'indigo, de manière à donner à la liqueur une légère teinte bleue. On fait bouillir jusqu'à ce que le volume primitif soit réduit des trois quarts. Ajoutant ensuite de l'eau distillée de façon à ramener le volume à 10 c. cubes, on voit que la teinte bleue n'est pas modifiée, si l'acide est exempt de chlore. Dans le cas contraire, il y a décoloration. On peut se débarrasser du chlore en étendant l'acide de 15 à 20 % d'eau et en le faisant bouillir pendant une demi-heure environ.

Quoi qu'il en soit, 25 c. cubes de la solution de cuivre étant, comme il a été dit plus haut, placés dans un matras en verre blanc d'une contenance d'à peu près 100 c. cubes, additionnés d'acide chlorhydrique concentré et pur, puis portés à l'ébullition, on remplit jusqu'au zéro, avec la dissolution de protochlorure d'étain, une burette divisée en dixièmes de centimètres cubes. On verse rapidement, au moyen de la burette, une partie de cette solution de protochlorure d'étain dans la dissolution bouillante de cuivre, jusqu'à ce que la couleur verte de cette dernière liqueur ait presque complètement disparue. On ajoute alors, goutte par goutte, de la liqueur de protochlorure d'étain jusqu'à ce que la liqueur soit devenue incolore comme de l'eau distillée. Aussitôt que ce point est atteint, on verse encore 5 ou mieux 10 c. cubes d'acide chlorhydrique pur dans le matras, et dans le cas où cette addition fait naître une très légère coloration, on ajoute de nouveau, goutte par goutte, du protochlorure d'étain jusqu'à décoloration complète. Le volume de protochlorure d'étain employé est alors noté.

On peut d'ailleurs se convaincre que la fin de la réaction est réellement atteinte, ce qui est nécessaire lorsqu'on ajoute seulement 10 c. cubes d'acide chlorhydrique, et ne l'est pas lorsqu'on en ajoute 20 c. cubes. A cet effet on introduit 1 c. cube de la solution incolore dans un tube à essai bouché par un bout, on refroidit en plongeant dans l'eau froide et l'on additionne de quelques gouttes d'une dissolution aqueuse et concentrée de bichlorure de mercure. On agite, et, dans le cas où aucun trouble sensible n'apparaît, on verse encore une goutte de protochlorure d'étain dans la solution bouillante de cuivre renfermée dans le matras.

On essaie de nouveau avec le bichlorure de mercure, et, aussitôt qu'on obtient un trouble sensible, on note le volume de la liqueur de protochlorure d'étain employée. On diminue d'un demi-dixième de centimètre cube le volume directement observé.

#### *Titrage de la liqueur cupro-potassique.*

Tout ceci étant fait pour titrer une liqueur cupro-potassique quelconque; il suffit de mettre dans un matras 10 c. cubes de la liqueur à essayer, d'y ajouter 20 c. cubes d'acide chlorhydrique et d'opérer, en un mot, sur la liqueur cupro-potassique, absolument comme on a opéré sur la solution normale de cuivre pour titrer la liqueur de photochlorure d'étain.

Si l'on trouve ainsi, par exemple, que 10 c. cubes de liqueur cuivrique contiennent 0 gr. 0927 de cuivre, on aura, pour savoir quel est le poids  $x$  de sucre qui correspond à ce poids de cuivre :

$$\frac{x}{0.0927} = \frac{342}{634} = 0 \text{ gr. } 05.$$

*Dosage du sucre.* — On a déjà vu qu'on peut titrer directement la liqueur de Fehling par le protochlorure d'étain. Il est facile par le même procédé de doser également la teneur en sucre d'une solution quelconque.

Pour cela, on fait réagir une certaine quantité de la solution sucrée à essayer sur un volume déterminé de liqueur de Fehling ou autre, en ajoutant un excès de cette dernière liqueur, de façon à ce que le mélange reste coloré en bleu après la fin de la réaction.

On fait chauffer au bain-marie, et l'opération est terminée quand le liquide bleu a atteint la température de 92 à 95 C.

On peut aussi laisser les deux liqueurs cinq ou dix minutes environ dans un bain-marie à une température de 85 à 90 degrés centigrades, ce qui vaut mieux, car, dans le bain-marie bouillant, il peut y avoir, suivant les proportions d'eau ajoutées à cette liqueur, précipitation de quantités variables de cuivre sous forme de sous-oxyde.

Cela fait, on ajoute rapidement un grand excès d'acide chlorhydrique pur, soit 20 à 25 c. cubes. Si l'on a un volume de liquide assez grand et supérieur, par exemple, à 50 c. cubes, il est préférable d'ajouter de l'acide chlorhydrique bouillant, afin de ne pas s'exposer à oxyder, pendant le temps nécessaire pour porter toute la masse à l'ébullition, une partie du protochlorure de cuivre formé.

De quelque manière que l'on ait opéré, on se trouve ainsi avoir redissout par l'acide chlorhydrique le sous-oxyde de cuivre en formant du protochlorure de cuivre incolore. La coloration verdâtre de la liqueur ne correspond donc qu'à l'excès de liqueur Fehling, transformé en bichlorure de cuivre. On détermine cette quantité de cuivre avec la liqueur titrée de protochlorure d'étain, et on a par différence la quantité de cuivre réduit par le sucre inverti. Exemple : 10 c. cubes de liqueur Fehling, correspondant, par exemple, à 16,9 c. cubes de la solution d'étain et à 0 gr. 05 de sucre inverti, ont été chauffés avec un volume déterminé de solution sucrée, puis, le liquide

rendu acide, a été décoloré par 6,4 c. cubes de la solution d'étain. On aura alors

$$16.9 - 6.4 = 10.5; \quad x : 10.5 = 0.05 : 16.9.$$

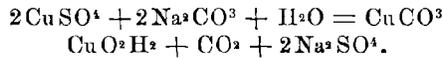
d'où :  $x = \frac{10.5 \times 0.05}{16.9} = 0 \text{ gr. } 031$  de sucre inverti.

E. — Dosage de sucre inverti au moyen de la liqueur Soldaini.

(1) *La liqueur Soldaini.* — Les diverses liqueurs cuivriques proposées jusqu'à présent pour le dosage de *sucre inverti, glucose, lévulose et lactose*, quoique très différentes dans leurs compositions, ont ceci de commun, qu'elles contiennent toutes un sel cuivrique, du tartrate double de potasse et de soude et un alcali caustique ou carbonaté. Elles sont réduites, non seulement par les matières énoncées ci-dessus, mais aussi par la dextrine et quelquefois même par la saccharose. Au bout de quelque temps, elles s'altèrent et déposent du sous-oxyde de cuivre, surtout lorsqu'elles sont exposées à la lumière.

Il n'en est pas de même de la *liqueur Soldaini* (1), dont les propriétés ont été étudiées par *Degener*. Cette liqueur n'est autre chose qu'une dissolution de carbonate hydrobasique de cuivre dans du bicarbonate de potasse; elle est donc très alcaline, mais elle ne contient rien d'organique, ce qui rend sa conservation très facile. Elle est réduite par le sucre inverti, dextrose, lévulose et lactose, mais elle n'est jamais réduite par le saccharose, ni même par la dextrine.

On prépare cette liqueur de la manière suivante : on commence par dissoudre d'un côté 40 grammes de sulfate de cuivre, et d'un autre côté 40 grammes de carbonate de soude. On mélange les deux solutions, afin de précipiter le cuivre à l'état de carbonate hydrobasique, selon l'équation :



On réunit le précipité sur un filtre qu'on lave à l'eau froide et qu'on sèche. Le précipité desséché, pesant environ 15 grammes, est introduit, avec environ 416 grammes de bicarbonate de potasse et 1400 c. cubes d'eau, dans un grand matras ou dans une capsule en porcelaine, qu'on place sur un bain de sable ou sur un bain-marie, et l'on chauffe pendant plusieurs heures, jusqu'à ce que le dégagement d'acide carbonique ait cessé. Il faut avoir

1. V. *Soldaini*, *Gazzetta chimica italiana*, t. VI, p. 322.

soin de maintenir le liquide au même niveau, en y ajoutant de l'eau distillée de temps à autre, on, en combinant l'orifice du matras, au moyen d'un bouchon perforé, avec un réfrigérant vertical. En même temps que le sel potassique, le précipité cuivrique se dissout presque entièrement, en communiquant au liquide une belle couleur bleue très foncée. On filtre pour éliminer le peu d'insolubles, on porte le liquide à l'ébullition pendant quelques minutes, et on laisse refroidir à l'air. La liqueur froide a une densité de 1,185 (22,5 Bé), et se conserve indéfiniment (1).

La sensibilité de cette liqueur est tellement grande qu'elle donne une réaction bien visible avec 0 gr. 0014 de cuivre inverti. La présence de sucre cristallisable dans la solution à essayer, augmente encore cette sensibilité, de sorte qu'on peut encore constater avec certitude la présence de 0 gr. 0005 de sucre inverti. Les sels ammoniacaux ne sont nullement nuisibles à la réaction elle-même, car ils n'influencent en rien sa sensibilité; mais ils peuvent quelquefois retenir en solution une légère quantité de cuivre. Il est donc indispensable de faire bouillir les solutions pendant cinq minutes au moins, afin d'en chasser l'ammoniaque.

Pour faire l'analyse qualitative d'un sucre, on fait bouillir pendant cinq minutes, sur un bain-marie, 50 c. cubes de liqueur Soldaïni, puis on y ajoute 15 c. cubes de la liqueur sucrée à essayer (dissolution de 10 grammes de matière dans 100 c. cubes d'eau), et l'on fait bouillir de nouveau pendant cinq minutes. On refroidit rapidement, on jette le liquide sur un filtre en papier de Suède, et on lave à l'eau jusqu'à la disparition de la couleur bleue. Puis on retire le papier et on examine le précipité qui doit être d'un rouge clair.

(2) *Méthode gravimétrique.* — La détermination quantitative du sucre inverti, au moyen du même réactif, a été étudiée par MM. *Bodenbaender* et *Scheller* (2), qui se sont arrêtés à la méthode suivante, déduite d'un grand nombre d'essais comparatifs.

100 à 150 c. cubes de liqueur Soldaïni sont versés dans un matras conique (dit d'Erlenmeyer), qu'on chauffe pendant cinq minutes sur un bec de gaz.

1. Le Dr *Preuss* recommande de préparer la liqueur Soldaïni de la manière suivante :

On introduit 15 gr. 80 de sulfate de cuivre cristallisé dans une solution chaude de 594 grammes de bicarbonate de potasse, on agite pour dissoudre le précipité formé et on ramène le tout au volume de deux litres. La liqueur ainsi préparée doit avoir une densité de 1,1789.

2. V. *Bodenbaender* et *Scheller*, *Zeitschrift des Vereins für Rübenzuckerindustrie*, 1887, p. 138.

On ajoute alors la solution contenant 10 grammes de sucre à essayer (clarifiée préalablement au sous-acétate, s'il le faut), et l'on chauffe de nouveau pendant cinq minutes, toujours sur la flamme directe. La précipitation de sous-oxyde de cuivre étant alors complète, on retire le matras, on y ajoute 100 c. cubes d'eau distillée froide, afin de refroidir le tout très rapidement. On verse le liquide sur un filtre en amiante, ayant la forme spéciale d'un tube-entonnoir (fig. 30, voir page 134), et on lave à l'eau distillée. On réduit ensuite le sous-oxyde de cuivre en faisant passer à travers le tube-entonnoir un courant d'hydrogène (en chauffant doucement l'endroit contenant le précipité), et l'on pèse ensuite le cuivre métallique dont le poids, multiplié par 0,3546, donne le poids du sucre inverti. Ce coefficient résulte d'un grand nombre d'essais bien concordants, et il correspond à la proportion théorique de 8 atomes de cuivre pour un molécule de sucre inverti (1).

Les auteurs de cette méthode prétendent qu'elle est précise à tel point qu'on en puisse faire usage pour doser sûrement 0,01 % de sucre inverti.

Bien que les manipulations décrites ne soient pas tout à fait d'une grande simplicité, il faut reconnaître que la méthode, préconisée par *Rodenbaender* et *Scheller*, est aussi pratique qu'exacte, quoiqu'elle soit susceptible d'être modifiée et simplifiée, comme nous allons le voir plus loin.

(3) *Nouvelle méthode volumétrique* (2). — En fixant le titre de la liqueur Soldaïni au moyen d'une solution normale de sucre inverti de 5 grammes par litre, on pourra en faire usage pour doser ce sucre dans les produits industriels en opérant de la manière indiquée plus haut, dans la méthode Fehling perfectionnée par Violette (voir B.), c'est-à-dire en faisant bouillir dans un tube 10 c. cubes de liqueur cuivrique, auxquelles on ajoute ensuite, petit à petit, la liqueur sucrée contenue dans une burette graduée, jusqu'à la précipitation complète du cuivre et la disparition de la couleur bleue. Il importe seulement de fixer le titre de la liqueur de la même façon, c'est-à-dire en observant la décoloration, et de répéter deux ou trois fois chaque essai. On aura ainsi, pour l'analyse des sucres bruts une méthode suffisamment exacte pour doser le sucre inverti, car, en employant la liqueur Soldaïni, on n'a pas à s'occuper des causes d'erreurs qui accompa-

1. Selon le Dr *Preuss*, la quantité de cuivre réduit varie légèrement avec les concentrations, selon la formule  $Y = 2,2868 + 3,3X + 0,0041 X^2$ , dans laquelle X = sucre inverti et Y = cuivre réduit. (V. N. Z. t. XXII, p. 220.)

2. Voir nos Etudes sur le dosage exact du sucre inverti dans les matières sucrées, *Bulletin de l'Association des Chimistes*, juillet 1886 et septembre 1888.

gnent la liqueur Fehling, énumérées plus haut dans la description de la méthode Soxhlet.

Ce procédé se recommandera particulièrement par sa grande simplicité; car, sauf le changement du réactif, il n'y a rien de changé dans les manipulations habituelles d'un dosage du sucre inverti. Seulement, le titrage ne pourra être exact que pour des matières sucrées dont les solutions peuvent être facilement décolorées, tels que les sucres bruts et les masses cuites de premier jet. Pour les arrière-produits et mélasses de sucreries, et surtout les sirops colorés de raffinerie, la couleur foncée de la solution sucrée rendra difficile la précision du point final de l'essai.

Dans ce but, nous avons mentionné un nouveau procédé basé sur des principes théoriquement exacts, lequel nous a parfaitement réussi. C'est un procédé volumétrique bien simple. En voici le mode opératoire :

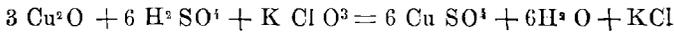
On commence d'abord par la préparation de la solution sucrée, qu'on obtient en dissolvant 25 grammes de matière dans 100 c. cubes d'eau, qu'on additionne de sous-acétate de plomb en quantité justement suffisante pour précipiter les impuretés, et on ramène le tout à un volume de 200 c. cubes; on agite et on filtre. 100 c. cubes du filtrat sont additionnés de 25 c. cubes d'une solution concentrée de carbonate de soude; on agite et on filtre de nouveau. Le second filtrat étant exempt de plomb, on en prend pour l'analyse 100 c. cubes, correspondant à 10 grammes de matière.

D'un autre côté, on introduit dans un verre de Bohême 100 c. cubes de liqueur Soldaini, et l'on chauffe pendant cinq minutes sur la flamme directe. Puis on y ajoute peu à peu la solution sucrée, et on continue le chauffage pendant cinq minutes, toujours sur la flamme directe. Ensuite on retire le verre, dans lequel on verse environ 100 c. cubes d'eau froide (tout à fait comme dans la méthode *Bodenbaender* et *Scheller*), et on filtre à travers un papier de Suède, qu'on lave à l'eau chaude, après avoir laissé écouler l'excès du réactif cuivrique. Il suffit de faire trois ou quatre lavages, et on s'arrête orsque toute réaction alcaline est complètement disparue (1).

On introduit l'entonnoir dans l'orifice d'un matras conique, on transperce le filtre au moyen d'une baguette en verre et on rince le précipité avec un peu d'eau, afin qu'il descende dans le matras. Pour éviter toute perte en cuivre, on détache doucement le filtre de l'entonnoir et on l'introduit également dans le matras. On y ajoute alors 25 c. cubes d'acide sulfurique normal (à l'é-

1. Il est plus pratique d'employer un filtre en amiante, tel que nous l'avons décrit plus haut (p. 142) ou procédé *Mohr-Matejczek*.

quivalent), et deux ou trois cristaux de chlorate de potasse, et on chauffe doucement pour dissoudre complètement le sous-oxyde de cuivre, qui se transforme en sulfate cuivrique, d'après l'équation :



L'addition du chlorate de potasse n'a d'autre but que la transformation en sel cuivrique du sulfate cuivreux, lequel s'oxyde un peu à l'air et dérange légèrement la réaction.

La formation du sulfate cuivrique exige la saturation d'une partie déterminée d'acide sulfurique normal employé qui perd ainsi sa réaction acide. On pourra donc doser le reste d'acide normal libre et constater par différence le volume d'acide combiné et, par conséquent, le poids du cuivre précipité par le sucre inverti. Cette dernière opération est effectuée très facilement au moyen d'une liqueur ammoniacale titrée (demi-normale par exemple), dont le meilleur indicateur alcalimétrique est le sulfate de cuivre lui-même (\*).

On opère le titrage de la manière suivante :

Après avoir refroidi le contenu du matras, on y introduit une quantité d'ammoniaque titré, équivalent à 25 c. cubes d'acide normale. Le liquide, qui contient un sel cuivrique, prend une couleur bleue foncée, car il y a un excès d'ammoniaque, une partie d'acide étant saturée par le cuivre. On place alors le matras sous une burette graduée en 1/10 c. cubes, contenant de l'acide sulfurique normal, et on fait tomber goutte à goutte de l'acide dans le matras, en agitant ce dernier à chaque addition d'acide. La couleur bleue disparaît à chaque addition d'acide, pour reparaitre après l'agitation du matras. A un moment donné, la couleur bleue disparaît complètement sans reparaitre après l'agitation, c'est que la dernière trace d'ammoniaque est saturée, et l'on arrête alors le titrage. Le liquide conserve alors un ton verdâtre très faible, ce qu'on distingue très facilement de la couleur bleue foncée. On lit sur la burette le nombre de c. cubes d'acide normal usé à la dernière opération, lequel est équivalent au cuivre précipité. L'équivalent du cuivre métallique (Cu), étant de 31,7, il en résulte qu'un centimètre cube d'acide normal (à l'équivalent) sature 0<sup>m</sup>0317 de cuivre. Pour trouver le poids correspondant de sucre inverti, il faut multiplier le cuivre par 0.8546, coefficient établi par *Bodenbeander et Scheller*.

1. On prépare la liqueur ammoniacale en mélangeant 200 c. cubes d'ammoniaque du commerce avec 800 c. cubes d'eau. On prélève 25 c. cubes qu'on additionne de 2 c. cubes d'une solution concentrée de sulfate de cuivre et qu'on titre avec de l'acide normal jusqu'à la disparition complète de la couleur bleue.

Pour simplifier les calculs, on multipliera le nombre de c. cubes d'acide normal par le coefficient 0,01124 et on aura le poids du sucre inverti, ou par 0,1124 pour avoir les tant pour 100 de ce dernier.

Il sera peu pratique de remplacer la liqueur ammoniacale par une liqueur sodique ou potassique dont l'effet sera entravé par la précipitation d'un hydrate basique de cuivre produite un peu avant la saturation complète de l'acide.

Lorsqu'on tient à simplifier l'opération en titrant l'excès d'acide directement avec la liqueur ammoniacale, en s'arrêtant à la première apparition de la couleur bleue, il faut tenir compte de l'excès d'alcali nécessaire pour produire la couleur. Dans ce but, on fait un essai à blanc, afin de déterminer le volume de liqueur ammoniacale nécessaire à la production de la couleur bleue.

Nous croyons cependant qu'il est préférable d'opérer de la manière décrite plus haut, où le titrage se termine par la *disparition de la couleur bleue* ce qui est plus facile à observer.

La nouvelle méthode volumétrique que nous venons de décrire, est applicable à tous les produits de sucrerie ou de raffinerie, pour y doser le sucre inverti. Elle est aussi exacte que la méthode préconisée par *Bodenbaender* et *Scheller*, mais elle est plus facile à exécuter.

Il va sans dire qu'on peut appliquer ce procédé au dosage des autres sucres réducteurs, en suivant la méthode indiquée par *Allihn* et en faisant usage des différentes tables reproduites plus haut.

#### F. — Procédés basés sur la réduction de mercure.

Les sels mercuriques en solutions alcalines sont, comme les sels cuivriques, réduits par les sucres réducteurs et il se précipite du sous-oxyde de mercure insoluble, dont le poids est en rapport avec le poids de sucre employé. Pour les dosages quantitatifs d'un sucre réducteur, on emploie une des deux liqueurs suivantes, ayant chacune des propriétés spéciales.

(1) *Liqueur Knapp*. On dissout 10 grammes de cyanure de mercure pur et sec dans un peu d'eau distillée, on y ajoute 100 centimètres cubes de lessive de soude de 1.145 densité (18.2 Bè) et on ramène le tout, avec de l'eau distillée, au volume d'un litre.

Pour faire un essai de sucre, on emploie une solution sucrée ayant environ

1 % qu'on verse dans une burette graduée. On fait bouillir dans une capsule ou dans une fiole 100 c. cubes de liqueur mercurique et l'on ajoute de la solution sucrée en doses de 2 c. cubes environ, en faisant bouillir 2 à 3 minutes après chaque addition, jusqu'au moment où tout le mercure est précipité. Pour reconnaître la fin de l'essai, on laisse reposer le liquide, on enlève avec un tube un peu de liquide clair surnageant le précipité mercurieux, et on le met en contact avec quelques gouttes d'une solution alcaline de protochlorure d'étain, qui produit un précipité brun noir avec la moindre trace de mercure. Selon l'intensité du précipité, on prendra, dans le second essai, un peu moins de liqueur sucrée, en ajoutant celle-ci en doses plus petites, jusqu'au moment où le protochlorure d'étain ne produit plus de trouble dans le liquide surnageant le précipité mercurieux. En opérant dans ces conditions, le volume de solution sucrée nécessaire pour la réduction de 100 centimètres cubes de liqueur Knappe contient exactement 0 gr. 250 de sucre de raisin (dextrose).

Soxhlet a apporté à la méthode Knapp la même modification que nous avons décrite pour la liqueur Fehling, c'est-à-dire qu'il préfère d'ajouter à la fois toute la liqueur sucrée nécessaire pour la réduction de 100 centimètres cubes de liqueur mercurique. Naturellement on ne peut trouver que par tâtonnement la quantité de liqueur sucrée correspondant exactement à la quantité de mercure; on filtre le liquide bouillant, après chaque essai, à travers un triple filtre en papier, et on examine avec le protochlorure d'étain en solution alcaline, pour voir s'il se produit un trouble plus ou moins fort et de couleur plus ou moins foncée. Avec cinq ou six essais, on parvient à arriver juste au point final, et on note le volume de la solution sucrée, qui contient, en solution :

0 gr. 202 dextrose,  
0 gr. 200 sucre inverti,  
0 gr. 198 lévulose,  
0 gr. 308 maltose,  
et 0 gr. 311 lactose.

On voit qu'il y a une différence notable entre la réduction opérée en une seule fois ou celle qu'on produit petit à petit par l'addition du sucre en petites doses. Dans ce dernier cas, il faut beaucoup plus de sucre pour réduire un poids déterminé de mercure.

(2) *Liqueur Sachsse*. — On prépare d'une part une dissolution de 18 grammes d'iodure mercurique ( $HgI^2$ ) dans une solution aqueuse de 25

grammes d'iodure de potassium, et d'autre part on dissout 80 grammes de potasse caustique dans 200 c. cubes d'eau distillé. On verse la dernière solution dans la première, et l'on ajoute de l'eau de manière à former un litre de liqueur.

On opère sur 100 c. cubes de liqueur qu'on réduit avec une solution sucrée de 0,5 % environ, en suivant la manière indiquée pour la liqueur Knapp, et en faisant également usage du protochlorure d'étain pour vérifier le point final.

En suivant la méthode Soxhlet, le volume de liqueur sucrée, nécessaire pour la réduction de 100 c. cubes de liqueur Sachsse, contient :

0 gr. 325 dextrose,  
0 gr. 269 sucre inverti,  
0 gr. 213 lévulose,  
0 gr. 491 maltose,  
et 0 gr. 387 lactose.

En ajoutant la solution sucrée en petites doses, on obtiendra la réduction de 100 c. cubes de liqueur mercurique avec *moins* de sucre qu'il faut pour la méthode Soxhlet. Cette propriété est donc *opposée* à celle de la liqueur Knapp.

Les liqueurs mercuriques ne peuvent pas être employées pour le dosage du sucre dans les vins, parce que la glycérine qui y est contenue réduit également ces liqueurs, mais elle n'attaque pas les liqueurs cuivriques. Néanmoins, l'usage des liqueurs mercuriques peut rendre de grands services dans l'analyse de produits contenant deux sucres réducteurs différents, en faisant un contre-essai avec la liqueur cuivrique.

---

## TROISIÈME PARTIE

---

### IX.

#### **Essai de sucres bruts.**

L'analyse commerciale d'un sucre brut comprend ordinairement les dosages suivants :

- 1° du sucre cristallisable (saccharose),
- 2° du sucre inverti ou glucose,
- 3° de l'humidité et
- 4° des cendres carbonatées.

qu'on exprime en tant % de matière brute. Comme la somme de ces dosages n'atteint pas 100, on a l'habitude d'en établir la différence et de l'indiquer comme *inconnu* ou comme *matières organiques*, quoique cette dernière expression n'est pas toujours exacte, comme nous le verrons plus loin.

Certains sucres bruts, provenant principalement du travail de mélasses par un procédé de sucrate, contiennent souvent, outre les éléments énoncés plus haut, du *raffinose* qui dévie fortement le plan de la lumière polarisée, en augmentant considérablement le titre de cristallisable, de sorte que l'analyse ordinaire indique une composition tout à fait anormale ; il arrive même que la somme des éléments dosés dépasse le chiffre de 100, par suite de la valeur exagérée qu'on trouve pour le cristallisable. Nous verrons plus loin quelles sont les méthodes permettant de doser le *raffinose* d'une manière certaine et d'établir ensuite le sucre cristallisable dans ce cas anormal.

Les sucres bruts de betteraves, à l'état normal, sont presque exempts de sucre inverti. Ce dosage ne devient nécessaire que dans l'analyse de sucres coloniaux ou de sucres de betteraves altérés par suite d'une cause particulière.

L'échantillon de sucre brut soumis à l'analyse doit être bien homogène ;

s'il contient des parties agglomérées, il faut les casser avec le pilon d'un mortier en verre ou en biscuit. Cependant il faut bien se garder de triturer le sucre dans le mortier, ce qui pourrait produire un peu de sucre inverti. Sur l'échantillon bien mélangé on prélèvera ce qu'il faut pour les différents dosages qu'on a à effectuer.

L'analyse même se fait d'après deux méthodes distinctes, dont l'une est en usage dans les laboratoires de commerce, et l'autre, proposée par *Riche* et *Bardy*, est appliquée seulement aux essais de certaines administrations officielles, telles que la Régie et les Douanes. Nous verrons dans la suite en quoi consiste la différence de ces deux méthodes, dont nous appellerons la première, *méthode commerciale*, et la seconde, *méthode de la Régie*.

#### A. — Méthode commerciale.

(1) *Dosage du sucre cristallisable*. — Sur un trébuchet de précision A (fig. 32), sensible à 5 milligrammes environ, on pèse une quantité de sucre correspondant à la prise d'essai du saccharimètre dont on dispose, soit 16 gr. 19 pour les instruments français et 26 gr. 048 pour les appareils allemands, qu'on dissout ensuite dans 50 à 70 c. cubes d'eau de source bien limpide (\*).

Cette dissolution peut être faite de différentes manières : soit qu'on pèse le sucre dans une capsule métallique B et qu'on le dissout dans la capsule même, soit qu'on transvase dans un verre à pied le sucre pesé, et qu'on rince ensuite la capsule avec un peu d'eau qui sert ensuite pour dissoudre le sucre dans le verre. Dans les deux cas, on fait usage d'une baguette en verre à bout aplati, à l'aide duquel on agite la masse et on écrase les grumeaux qui ne se dissolvent que lentement. La dissolution achevée, on transvase, avec précaution, le liquide sucré dans une fiole E, jaugée de 100 centimètres cubes, en appuyant l'agitateur contre le bec de la capsule, qu'on rince ensuite avec de l'eau pour enlever les dernières traces de sucre. Les eaux de lavages sont réunies dans la fiole jaugée E qu'on remplit ainsi aux trois quarts environ.

Quelques chimistes préfèrent d'opérer d'une manière différente. (Voir les détails de la fig. 32).

On pèse le sucre sur un petit plateau en feuille de cuivre pliée en forme

1. On peut très bien éviter le luxe d'employer de l'eau distillée pour les opérations saccharimétriques, surtout lorsqu'on fait les essais sur une grande échelle.

d'une rigole C ; puis, au moyen d'un entonnoir en maillechort D, on verse le sucre directement dans la fiole E ; en passant sur l'entonnoir un filet d'eau qui fait descendre le sucre dans la fiole et qui rince en même temps l'entonnoir. Lorsque le sucre est gras, il en adhère souvent un peu aux parois du petit plateau qui a servi à la pesée ; mais il est facile d'enlever les cristaux adhérents au moyen d'un pinceau plat I, formé simplement d'une plume coupée, et le plateau, qui reste sec et propre, peut servir immédiatement pour l'essai suivant. On ajoute encore de l'eau dans la fiole de manière à la remplir aux trois quarts environ et on l'agite, en lui communiquant un léger mouvement de rotation, afin de dissoudre le sucre.

De cette façon on évite le transvasement et les lavages, etc., ce qui est

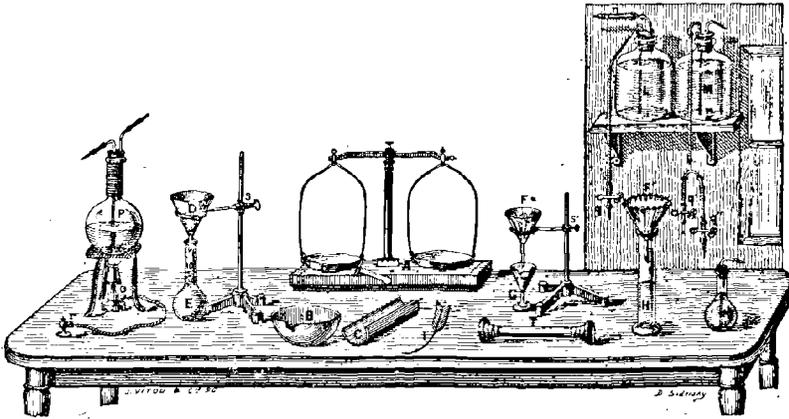


FIG. 32

(DÉTAILS)

A, trébuchet sensible à 5 milligrammes. — B, capsule à bec, en maillechort ou en nickel, pour la pesée de l'échantillon. — C, petite rigole en cuivre, forme d'une feuille mince pliée, dans laquelle on pèse l'échantillon. — D, entonnoir métallique à large douille coupée en biseau. — E, fiole de 100 centimètres cubes, marquée sur son col d'un trait de jauge; on la dispose au-dessous de l'entonnoir D placé dans un support S. — F et F', entonnoirs en verre garnis de filtres à plis. — G, verre à pied pour filtration. — H, éprouvette en verre portant l'entonnoir F', pour la filtration à l'abri de l'air. — I, petit pinceau confectionné d'une plume de coupée obliquement. — K, petite fiole renfermant de l'éther sulfurique; elle est fermée d'un bouchon donnant passage à un tube recourbé et à bout effilé. — L, réservoir-siphon pour sous-acétate de plomb; l'air pénétrant dans la bouteille passe par le tube  $n$  garni de potasse caustique, afin de se débarrasser de son acide carbonique. — M, réservoir pour l'eau à double siphon donnant un courant ordinaire par la pince Mohr  $q'$  et un filet très fin par la pince  $q''$ . — P, pissette à eau chaude, disposée sur le brûleur à gaz o. —  $q$ ,  $q'$  et  $q''$ , pinces Mohr. —  $r$ , robinet à gaz. — S et S', supports en fer. — T, tube saccharimétrique de 20 centimètres de longueur.

très avantageux lorsqu'on a à faire toute une série d'essais du même genre ; mais la dissolution s'opère un peu plus lentement et il faut agiter la fiole très fréquemment pour achever cette opération.

La fiole jaugée E, dont on fait usage aux essais de sucres, doit avoir un col cylindrique long et bien droit, au milieu duquel se trouve le trait de jauge, afin qu'il reste au-dessus de ce dernier une espace assez grande permettant de mélanger le liquide par le retournement de la fiole. Il va sans dire que le trait circulaire marquant 100 c. cubes doit être vérifié d'avance au moyen de la balance (1).

Il arrive souvent qu'on fait usage d'une fiole portant sur son col deux traits : l'un marquant 100 et l'autre 110 centimètres cubes on a alors l'avantage de pouvoir se servir du second trait dans le cas qu'on ait dépassé le premier par une cause quelconque.

Lorsque le sucre est complètement dissout, le liquide sucré présente ordinairement une limpidité insuffisante et très souvent même une coloration trop forte pour qu'on puisse l'observer directement au saccharimètre ; il a besoin d'être décoloré et clarifié, avant qu'on remplit la fiole jusqu'au trait de jauge. Dans ce but, on ajoute de 1 à 3 centimètres cubes d'une solution concentrée de *sous-acétate de plomb*, qui forme avec les matières organiques non sucrées un précipité se déposant plus ou moins rapidement. Pour les sucres blancs, on remplace le réactif plombique par l'*hydrate d'alumine* délayé dans l'eau, dont on prend, 2 ou 3 centimètres cubes pour clarifier le liquide sucré.

On ajoute ensuite de l'eau jusqu'à ce que le liquide remonte dans le col de la fiole, un peu au-dessus du trait de jauge. Il arrive souvent qu'il se forme des bulles d'air sur la couche supérieure du liquide et il importe de les enlever. A cet effet, on fait tomber dans la fiole une goutte d'éther sulfurique de pharmacie, renfermé dans une petite bouteille K munie d'un tube recourbé à bout effilé ; l'éther, en s'évaporant, fait disparaître instantanément les bulles d'air. On ajoute alors de l'eau en filet très fin, jusqu'à ce que le niveau du liquide vienne affleurer le trait de jauge marquant 100 c. cubes. Il importe

1. Cette vérification se fait de la manière suivante :

On remplit la fiole (tarée) avec de l'eau distillée exactement jusqu'au trait circulaire, en laissant tomber d'une pipette les dernières gouttes d'eau de façon à ce que *ce bas du ménisque* vienne affleurer le trait de jauge, et on pèse le tout. On observe la température de l'eau et on regarde si son poids net est bien de 99 gr. 8080 à 15° C, 99 gr. 7197 à 20° C. ou 99 gr. 6076 à 25° C.; s'il en est ainsi, la fiole contient exactement, jusqu'au trait de jauge, 100 centimètres cubes.

de bien atteindre ce point en se conformant exactement à la manière dont les fioles sont jaugées. Le trait de 100 c. cubes est, en effet, marqué au point où le niveau de ce volume (ou le poids d'eau distillée de 99 gr. 8080 à 15° C.) forme son ménisque inférieur quand on l'observe à la hauteur de l'œil.

Lorsqu'on a atteint le volume de 100 c. cubes de la manière indiquée, on ferme la fiole avec le pouce et on l'agite fortement, pour bien mélanger le liquide ; il se forme aussitôt un précipité qui donne au liquide un aspect opaque et une couleur jaune ambrée ou grise. Après l'avoir secoué plusieurs fois et laissé reposer ensuite pendant quelques minutes (1), on verse le liquide trouble sur un filtre à plis disposé dans un entonnoir F maintenu par un support S au-dessus d'un verre à pied G, destiné à recevoir le liquide filtré.

Quelques chimistes préfèrent placer l'entonnoir F' sur une petite éprouvette cylindrique H qui sert de récipient au liquide filtré. L'extrémité de de l'entonnoir F' est coupée obliquement et l'ouverture de l'éprouvette récipient H se trouve fermée par la partie conique de l'entonnoir. On évite ainsi l'absorption de l'acide carbonique de l'air par le liquide filtré qui contient un excès de plomb.

Le liquide découle alors limpide et peu coloré. On rejette les premières gouttes de liquide filtré qui ne sont ordinairement pas limpides. Les sucres roux et, en général, les produits de sucrerie, donnent des solutions plus ou moins colorées ; cela n'empêche nullement l'observation au saccharimètre, surtout si celui-ci est un appareil à pénombre. Mais la limpidité la plus parfaite est indispensable ; on ne fera jamais l'observation saccharimétrique si le liquide filtré n'est pas brillant de clarté. Pour peu que le liquide soit louche, il est opaque dans les tubes du saccharimètre, de sorte que même un très léger manque de limpidité rend parfaitement inexacte l'observation saccharimétrique. Dans ce cas il faut remettre sur le filtre le liquide louche, afin qu'il filtre de nouveau. Avec du bon papier à filtrer, on n'a que rarement besoin de filtrer deux fois et il faut rejeter tout papier peu apte à clarifier complètement. En France, on se sert beaucoup de filtres Laurent, pliés à la mécanique, qui remplissent toutes les conditions nécessaires pour une filtration parfaite et rapide.

1. Ceci a son importance, car il y a des sucres (ou d'autres produits de sucrerie) qui ne donnent de liquide clair qu'après un contact un peu prolongé avec le réactif plombique. La filtration immédiate ne réussit pas toujours, (Stammer).

Quand tout est filtré, on agite légèrement le verre à pied ou l'éprouvette contenant le liquide à observer, afin de le rendre homogène, et on en remplit le tube à observation T de 20 c. de longueur, après l'avoir rincé préalablement avec ce liquide même; on ferme les disques et capsules, en ayant soin de *ne pas serrer* fortement les petites glaces contre la tranche du tube. Les tubes de Laurent (à ressorts) ont l'avantage d'éviter tout serrage des glaces par une disposition spéciale. On pose le tube dans le saccharimètre après l'avoir mis au zéro deux ou trois fois, et on tourne le bouton à droite jusqu'à la mise au point, on lit ensuite sur l'échelle les degrés observés qui expriment directement les tant pour 100 de sucre cristallisable. Il est prudent de recommencer plusieurs fois la mise au point en faisant tourner le tube sur lui-même, jusqu'à coïncidence presque complète des lectures, de manière à être sûr du résultat.

*Préparation du sous-acétate de plomb.* — Dans une grande capsule en porcelaine ou tout autre récipient dans lequel on peut mêler et doucement chauffer, on introduit les matières suivantes (1):

- 1 kg. 900 grammes d'acétate neutre de plomb,
- 560 grammes de litharge finement pulvérisée,
- 5 litres d'eau distillée ou de condensation,

et on digère le tout, en agitant fréquemment, pendant 6 heures environ, à une température de 50 à 70° C., le mieux sur la vapeur d'eau d'un grand bain-marie.

Après refroidissement, on laisse déposer et l'on décante dans une grande bouteille L de 5 litres de capacité. La bouteille L est fermée hermétiquement par un bouchon en caoutchouc à deux trous, dont l'un donne passage à un long tube descendant presque jusqu'au fond de la bouteille, recourbé dans sa partie supérieure, au bout de laquelle est adapté un tube en caoutchouc très long, fermé par une pince Mohr *k* et formant ainsi un siphon (fig. 32); dans le second trou du bouchon, est introduit un tube recourbé *n* rempli dans sa partie cylindrique de chaux sodée granulée, afin de débarrasser de son acide carbonique l'air pénétrant dans la bouteille. Cette dernière précaution est indispensable, car sans cela le réactif plombique se trouble au bout de peu de temps.

1. Ces chiffres sont établis de façon à former une solution normale contenant par litre l'équivalent de  $Pb^3 C^8 H^{14} O^{10}$ . — Quelques chimistes préfèrent la proportion de 600 grammes d'acétate neutre de plomb et 200 grammes de litharge par litre.

L'eau de source servant à la dissolution du sucre à analyser est renfermée également dans une bouteille siphon M, ayant les mêmes dimensions que la bouteille L et disposée comme celle-ci sur une étagère élevée, afin de donner un filet d'eau sous une certaine pression. Le tube *n* y est remplacé par un simple tube recourbé permettant l'entrée de l'air tout en mettant le liquide à l'abri de la poussière. Le tube en caoutchouc formant siphon est muni à son extrémité d'un tube en forme de **T**, dont les deux bouts, recourbés, sont munis de tubes en caoutchouc serrés par des pinces Mohr, afin d'avoir un courant fort (*q'*) pour le remplissage de la fiole jaugée et un filet très fin (*q''*) pour affleurer le trait de jauge, ce qui est plus commode que l'emploi d'une pissette à jet.

(2) *Dosage du sucre inverti.* — Les sucres de betteraves ne renferment qu'exceptionnellement du sucre inverti ; mais il faut néanmoins en faire la recherche qualitative dans chaque essai de sucre. Pour les produits exotiques on procédera directement au dosage quantitatif.

a) Dans ce but, on se sert du restant du liquide sucré résultant de l'essai saccharimétrique. On introduit dans ce liquide un peu de sulfate de soude en poudre sèche et l'on agite avec une baguette, afin de précipiter l'excès de plomb, on verse sur un filtre plié et le liquide clair, exempt de plomb, est examiné sur son pouvoir réducteur. Pour la recherche qualitative, on en fait bouillir quelques centimètres cubes avec un peu de *liqueur Soldaini* (dissolution de carbonate hydrobasique de cuivre dans du bicarbonate de potasse) et l'on filtre sur un papier sec ; la moindre trace de réduction se manifeste par une coloration rouge plus ou moins prononcée. Si l'on observe une réduction de cuivre, on cherchera si le sucre inverti y est contenu en quantité appréciable. Dans ce but, on verse le liquide sucré dans une burette graduée en centimètres cubes, et on en fait couler lentement dans un tube à essai contenant 1 c. cube de liqueur Fehling, porté à l'ébullition. On continue le chauffage et l'addition de liquide sucré, jusqu'à la décoloration complète de la liqueur cuivrique, suivant la méthode de Violette (voir chapitre VIII). Lorsqu'on peut ajouter plus de 35 c. cubes de la solution sucrée de 16 gr. 20 %, ou plus de 22 c. cubes de la solution de 26 gr. 048 %, sans amener la décoloration de la liqueur bleue, on peut être assuré que le sucre essayé ne contient pas de sucre inverti en quantité dosable.

Dans le cas contraire, il faut procéder au dosage quantitatif, qu'on opère par la méthode Violette ou par celle de Soxhlet, l'une et l'autre décrites dans le chapitre VIII. Dans ce but, on note le nombre de centimètres

cubes de solution sucrée qu'on a usé pour l'essai préliminaire et on recommence l'opération sur une quantité plus forte de liqueur cuivrique. Pour avoir des résultats exacts, il importe de fixer le titre de la liqueur cuivrique au moyen d'une solution normale de sucre inverti, en suivant la même méthode dont on fait usage à l'essai de sucres bruts. On note le nombre définitif de centimètres cubes de liqueur sucrée usés pour la réduction complète de la liqueur cuivrique, et on trouvera par un simple calcul le tant pour 100 de sucre essayé.

Soit par exemple, qu'on a pesé pour le saccharimètre 16 gr. 19 de sucre et qu'on a employé 26,3 c. cubes de liqueur sucrée pour réduire 10 c. cubes de liqueur cuivrique correspondant à 0 gr. 050 de sucre inverti. On aura alors :

$$26.3 \times 0.1619 : 0.05 = 100 : X ; = \frac{5.00}{26.3 \times 0.1619} = 1.173 \%$$

On a donc à multiplier avec 100 le titre de la liqueur et à diviser le produit par le nombre de centimètres cubes de liqueur sucrée multiplié par le centième de la prise d'essai du saccharimètre ; le résultat obtenu exprimera le sucre inverti % de sucre brut essayé.

b) *Méthode à la pesée du cuivre métallique.* — Quelques chimistes préfèrent de doser le sucre inverti, dans ce cas, par la méthode pondérale de *Allihn* et *Meissl*, décrite dans le chapitre VIII. A cet effet, on prélève avec une pipette un volume déterminé de solution sucrée débarrassée de l'excès plombique, que l'on choisit de façon à contenir de 0 gr. 100 à 0 gr. 200 de sucre inverti, et on le fait tomber dans un vase de Bohême contenant 50 c. cubes de liqueur Fehling ; on ramène le mélange à un volume de 100 c. cubes environ, on le porte à l'ébullition pendant 2 minutes exactement, on laisse refroidir, on filtre le tout sur un tube-filtre de Soxhlet garni d'amiante (fig. 30, p. 134), on lave à l'eau chaude le sous-oxyde de cuivre précipité, qu'on réduit ensuite, par un courant de gaz d'hydrogène, à l'état de cuivre métallique et l'on pèse après refroidissement.

Connaissant le titre du sucre cristallisable, ainsi que le poids du sucre réduit, on établit la quantité de sucre inverti, au moyen de la table XXIII (*Meissl*), tenant compte de l'influence du sucre cristallisable sur le pouvoir réducteur du sucre inverti (v. p. 140).

Si le sucre essayé renferme moins de 1 % de sucre inverti, la table de *Meissl* est insuffisante. Dans ce cas, il faut modifier légèrement la manière d'opérer, afin d'avoir des résultats exacts.

On pèse alors 25 grammes de sucre qu'on dissout dans 50 c. cubes d'eau environ, on additionne d'un peu de sous-acétate de plomb, on ramène avec de l'eau au volume jaugé de 100 c. cubes et l'on filtre. 60 c. cubes de liquide filtré sont introduits dans une fiole marquée 75 c. cubes, on ramène au trait de jauge avec une dissolution concentrée de sulfate de soude, on agite le tout et l'on filtre. 50 c. cubes de liquide filtré, correspondant à 10 grammes de sucre essayé, additionnés de 50 c. cubes de liqueur Fehling, sont traités de la

TABLE XXV

CUIVRE mg.	SUCRE inverti %	CUIVRE mg.	SUCRE inverti %	CUIVRE mg.	SUCRE inverti %
50	0.05	140	0.51	230	1.02
55	0.07	145	0.53	235	1.05
60	0.09	150	0.56	240	1.07
65	0.11	155	0.59	245	1.10
70	0.14	160	0.62	250	1.13
75	0.16	165	0.65	255	1.16
80	0.19	170	0.68	260	1.19
85	0.21	175	0.71	265	1.21
90	0.24	180	0.74	270	1.24
95	0.27	185	0.76	275	1.27
100	0.30	190	0.79	280	1.30
105	0.32	195	0.82	285	1.33
110	0.35	200	0.85	290	1.36
115	0.38	205	0.88	295	1.38
120	0.40	210	0.90	300	1.41
125	0.43	215	0.93	305	1.44
130	0.45	220	0.96	310	1.47
135	0.48	225	0.99	315	1.50

manière indiquée par Meissl, c'est-à-dire chauffés à l'ébullition, filtrés, le précipité lavé, séché, réduit en cuivre métallique et pesé. La petite table XXV, calculée par Herzfeld (\*) à l'aide des nombreux essais directs, donne le sucre inverti en tant pour 100 de sucre essayé.

c) *Méthode à la liqueur Soldaini.* — Rappelons ensuite qu'on peut doser facilement et exactement le sucre inverti au moyen de la *liqueur Soldaini*, comme nous l'avons indiqué dans le chapitre VIII, soit en pesant le cuivre métallique, selon *Bodenbaender et Scheller*, soit en employant la méthode volumétrique indiquée par nous. Dans ce cas on peut opérer sur un volume déterminé de liquide sucré restant de l'essai saccharimétrique, débarrassé (de la manière indiquée) de l'excès plombique.

Pour ne pas répéter deux fois la même chose, nous renvoyons le lecteur au chapitre VIII pour tous les détails de l'opération.

(3) *Dosage de l'humidité.* — Le dosage de l'humidité se fait ordinairement par la dessiccation complète, à la température de 105-110° C, d'un poids déterminé de sucre ; la perte de poids correspond à l'humidité de l'échantillon.

Si simple que paraît être ce dosage, il exige bien des précautions dont il faut tenir compte pour obtenir des résultats exacts. D'abord, les pesées avant et après la dessiccation doivent être faites avec une grande précision, soit tout au moins aux milligrammes ; on ne peut pas faire usage d'un simple trébuchet tel qu'on emploie aux essais saccharimétriques, une balance de précision étant indispensable aussi bien pour ce dosage que pour celui des cendres, effectué le plus souvent sur l'échantillon ayant servi au dosage de l'humidité. Ensuite, il ne faut faire monter que très lentement la température de l'étuve, durant la dessiccation, en ayant soin de ne pas dépasser 110° C, le sucre pouvant se décomposer légèrement (\*) à une température plus élevée. Toutefois, à une température plus basse, telle que 100° C., il serait difficile de chasser les dernières traces d'eau

Durant la pesée de la matière desséchée, on ne doit point négliger de couvrir la capsule contenant le sucre, afin d'éviter toute absorption d'humidité de l'air par les matières organiques hygroscopiques. Puis, il ne faut point admettre *à priori* qu'il suffit d'exposer un sucre à l'étuve pendant un cer-

1. Voir notre *Etude sur le dosage exact de l'incristallisable dans les matières sucrées* (Bulletin de l'Association des Chimistes, juillet 1886).

2. Cette décomposition se manifeste par une coloration brune, plus ou moins prononcée, de la matière desséchée.

tain temps, pour que sa dessiccation soit complète ; car tous les sucres n'ont pas le même degré d'humidité, ni la même faculté de se dessécher. Il est donc indispensable de continuer l'étuvage jusqu'à ce que deux pesées successives, faites à un quart d'heure d'intervalle, aient donné le même poids.

Lorsqu'on fait la dessiccation et l'incinération sur la même pesée, on opère sur 5 grammes de matière qu'on pèse dans une capsule ronde de platine, à fond plat, légèrement évasé à la partie supérieure (fig. 33). Cette capsule a un diamètre de 50 millimètres et une hauteur de 25 millimètres environ, et pèse environ 22 grammes. Comme le plus souvent on a à faire plusieurs essais à la fois, il est bon d'avoir plusieurs capsules portant chacune un numéro d'ordre gravé en un ou deux endroits.



FIG. 33

Chaque capsule a sa tare formée par un petit flacon bouché à l'émeri, rempli de plomb de chasse et portant le numéro d'ordre correspondant à la capsule. Il est pratique de tarer la capsule additionnée d'un poids de 5 grammes, de

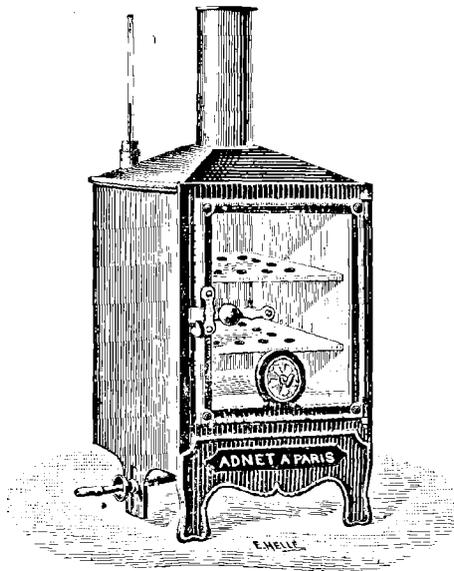


FIG. 34

sorte qu'on n'a qu'à remplir la capsule avec le sucre pour faire équilibre avec la tare. Après la dessiccation, on aura à ajouter sur le plateau contenant la capsule, des poids pour faire également équilibre à la tare, et cette addition

de poids donnera le chiffre exprimant l'humidité. Cette manière de peser est assez connue pour que nous ayons besoin d'insister sur ses avantages.

Il est bon de vérifier la tare de la capsule avant chaque essai, surtout si la capsule a servi à une ou plusieurs incinérations.

*Étuves.*— On se sert ordinairement de l'étuve de *Wiesnegg* (1), à ailettes à double parois formant cheminée tout autour, émaillée à l'intérieur, chauffée par une série de flammes à gaz (fig. 34 p. 165). Elle contient dans l'intérieur deux tablettes perforées, mobiles, et un bain de sable, formant ainsi plusieurs compartiments, ce qui permet d'obtenir plusieurs températures bien constantes, en raison même de la grandeur de l'étuve. Un ou plusieurs thermomètres à mercure indiquent la température de chaque compartiment qu'on peut régler par l'entrée du gaz et le tirage de l'étuve.

Pour obtenir des températures bien constantes il est bon que l'entrée du gaz soit commandée par un thermorégulateur maintenu, comme le thermomètre, dans une des deux ouvertures de la partie supérieure de l'étuve. Il existe plusieurs modèles de thermorégulateurs à mercure; la fig. 35 en



FIG. 35

présente le plus simple, celui de *Chancel*. Il se compose d'un gros tube en verre, formant une cuve allongée remplie de mercure, dont l'ouverture est fermée par un robinet rodé à l'émeri. Le gaz entre dans A, traverse le robinet creux et sort par le tube latéral B, soudé au tube principal. Le tube creux du robinet est, dans sa partie qui est tournée vers B, percé d'un tout petit trou qui laisse échapper un peu de gaz. On place la cuve à mercure dans l'orifice de l'étuve, et l'on combine, au moyen des tubes en caoutchouc, l'entrée du gaz A avec le robinet de la conduite, la sortie du gaz B avec le système de becs qui chauffent l'étuve. Dès que la température est arrivée à un certain degré, le mercure de la cuve monte par dilatation et ferme l'orifice inférieure du robinet creux A; le gaz ne peut plus arriver jusqu'à B que par le petit trou latéral, ce qui fait diminuer la flamme sans toutefois l'éteindre. Un robinet à ressort V, disposé latéralement, permet de régler sans aucune difficulté la hauteur de la colonne de mercure, selon la température désirée.

Après une heure de dessiccation à 105° C., on sort la capsule de l'étuve et

1. La fig. 34 représente l'étuve ayant une porte transparente (Système *Adnet*) ce qui permet d'observer ce qui se passe à l'intérieur durant la dessiccation.

on la dépose sous une cloche (1) sur un support disposé au-dessus d'un vase contenant de l'acide sulfurique concentré ou du chlorure de calcium (fig. 36), jusqu'à refroidissement complet et l'on pèse. On remet ensuite la capsule dans l'étuve et l'on continue la dessiccation pendant 15 minutes ; on pèse la capsule de nouveau et s'il y a une diminution de poids par rapport à la pesée précédente, on continue la dessiccation jusqu'à l'obtention d'un poids bien constant.

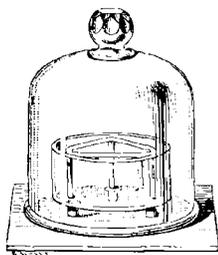


FIG. 36



FIG. 37

La différence entre le poids primitif avant la dessiccation et celui de la dernière pesée, donne l'humidité qu'on multiplie par 20 pour avoir le tant pour 100 de sucre essayé.

En général les sucres bruts se dessèchent assez complètement dans une heure de temps ; mais il y a des cas où la dessiccation exige même jusqu'à trois heures.

Il est absolument nécessaire de maintenir la température à  $-105^{\circ}$  C. environ ; au-dessous de cette température la dessiccation n'est pas complète, et si on laisse monter la température au dessus de  $110^{\circ}$  C., la dessiccation est accélérée, c'est vrai, mais elle est suivie d'une décomposition des matières organiques qui se manifeste par une coloration brune plus ou moins prononcée de la matière essayée, suivant la température et la durée de l'opération.

Pour remédier à cet inconvénient, *M. Scheibler* proposa (en 1876) de faire la dessiccation dans le vide, au moyen d'une étuve spéciale très ingénieuse (2) ce qui a le double avantage d'éviter la décomposition des matières organiques et d'accélérer considérablement toute l'opération.

Malheureusement, le procédé Scheibler n'a pas trouvé beaucoup d'applica-

1. *M. Scheibler* remplace cette cloche par l'appareil représenté par la fig. 37 qui est d'un usage plus commode.

2. *V. Scheibler*. Sur un appareil pour dessécher dans le vide les échantillons de sucre brut et des matières sucrées en général, *Zeitschrift des Vereins für Zuckerfabrikation*. 1876, p. 331.

tions pratiques, malgré les nombreux avantages qu'il offre ; peut-être parce que l'étuve décrite par ce savant était un peu trop compliquée et difficile à manier.

La figure 38 représente une étuve très simple, fonctionnant avec le vide, construite sur nos indications.

Elle se compose d'un cylindre métallique A à double parois, qui s'ouvre latéralement par une porte B garnie d'un verre épais et légèrement cintré ; un cadre en caoutchouc durci, fixé sur les bords de l'ouverture, assure la fermeture hermétique de la porte B. Le corps cylindrique A est supporté par un trépied.

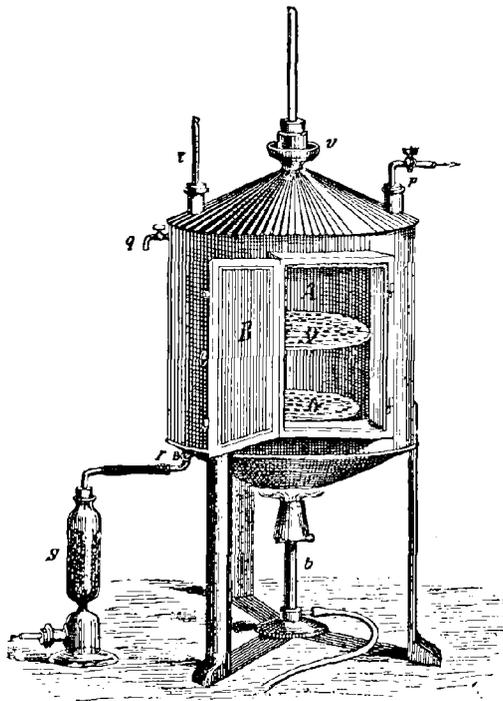


FIG. 38

Le fond de l'étuve, c'est-à-dire du cylindre intérieur, est plat, mais celui du cylindre extérieur est voûté et l'espace intermédiaire sert de chaudière. Le dôme de l'étuve porte au sommet un entonnoir *v*, par lequel on remplit avec de l'eau l'espace intermédiaire formée par les deux cylindres concentriques. Deux tuyaux traversent le dôme et descendent dans l'intérieur de

l'étuve : l'un est surmonté d'un petit tuyau courbé à l'angle droit et portant un robinet  $p$ , et dans l'autre s'engage un thermomètre  $t$ .

Pour faire fonctionner l'étuve, on verse d'abord de l'eau dans l'entonnoir  $v$ , en ouvrant le petit robinet  $q$  placé latéralement, qui sert de trop-plein, et qu'on ferme dès que l'eau commence à couler, c'est-à-dire que le corps cylindrique intérieur se trouve entouré d'eau.

On allume le brûleur à gaz  $b$  surmonté d'une cheminée et placé au-dessous de la voûte inférieure de l'étuve, et l'on porte l'eau à l'ébullition ; la vapeur qui se forme remonte dans l'espace vide du dôme, s'y condense en partie ou s'échappe par  $v$ . Pour éviter des projections, on ferme  $v$  au moyen d'un bouchon percé donnant passage à un long tube en verre servant de condenseur (1).

Les capsules contenant les échantillons soumis à l'analyse sont posées sur ces plateaux perforés  $o$ , placés à l'intérieur du corps cylindrique A.

On ferme hermétiquement la porte B et l'on ouvre le robinet  $p$  qu'on met en communication avec un aspirateur hydraulique ou avec un tuyau piqué sur la conduite d'aspiration de la pompe à air du triple effet, selon la disposition du laboratoire, et on fait actionner le vide dans l'intérieur de l'étuve. La température ne tarde pas à descendre, sous l'influence du vide, et la dessiccation marche très rapidement, les vapeurs d'eau qui se dégagent de la matière essayée étant enlevées promptement par l'aspirateur. Au bout d'environ 40 minutes, la dessiccation étant complète, on ferme le robinet  $p$  et on ouvre un petit robinet  $r$ , placé au fond de l'étuve et communiquant avec une éprouvette S contenant du chlorure de calcium sec et fondu, afin de faire entrer dans l'étuve un courant d'air sec ; on ouvre la porte B, on sort les capsules qu'on place immédiatement dans le dessiccateur et qu'on pèse après refroidissement.

La durée de 40 minutes est suffisante pour obtenir une dessiccation complète de sucres bruts. Dans le cas où l'on craint que la dessiccation soit incomplète, on la répètera après la première pesée, en maintenant les échantillons durant 15 minutes dans l'étuve, et en pesant de nouveau pour voir si le poids précédemment constaté est demeuré constant.

Le corps cylindrique de l'étuve a un diamètre d'environ 26 centimètres sur 30 centimètres de hauteur.

Comme il y a deux plateaux perforés  $o$ , on peut faire à la fois la dessiccation d'un grand nombre d'échantillons.

1. On peut remplacer le tube en verre par un réfrigérant vertical, afin d'assurer la condensation complète de la vapeur.

(4) *Dosage des cendres.* — L'incinération à l'air d'une matière sucrée laisse un résidu minéral de couleur blanche ou légèrement rougeâtre composé de carbonates de chaux, de soude et de potasse. Le poids de ces cendres carbonatées ne correspond pas toujours à celui des sels minéraux renfermés dans les matières essayées (1), bien qu'en pratique on confond l'un avec l'autre. En effet, les bases alcalines, contenues dans les matières sucrées, ne se trouvent pas entièrement, à l'état de carbonates, une partie étant combinée à des acides minéraux, tels que chlorhydrique, sulfurique et nitrique, et une autre partie à des acides organiques se transformant par la combustion en acide carbonique.

Quant à la préparation quantitative des cendres carbonatées, elle présente certaines difficultés, la combustion complète du sucre en présence de certains sels étant presque impossible, parce que ces derniers, en fondant, englobent des particules de charbon et les soustraient de l'action du feu.

L'unique méthode qui permet d'effectuer la combustion complète d'un sucre, consiste à chauffer, dans une capsule de platine, un poids déterminé de sucre, jusqu'à la carbonisation complète, c'est-à-dire jusqu'au moment où la production de gaz aura cessé; puis, on enlève la flamme, on triture finement le charbon au moyen du pilon d'un mortier, on l'arrose avec de l'eau chaude on le jette sur un petit filtre au moyen d'un filet d'eau chaude et on lave plusieurs fois; on remet ensuite le charbon épuisé dans la capsule de platine, qu'on dessèche et qu'on incinère sans difficulté. L'extrait aqueux contenant les sels solubles, est évaporé et incinéré à part; on peut aussi le réduire à un petit volume et l'ajouter aux cendres précédemment obtenues; on évapore à sec, on incinère de nouveau et l'on pèse la totalité des cendres.

Ce mode d'opérer est, on le conçoit, long et délicat; il ne peut donc être appliqué qu'aux essais purement scientifiques. Aussi a-t-on cherché une modification qui convient mieux pour les essais industriels, et qui consiste à imbiber la matière sucrée, avant l'incinération, avec de l'acide sulfurique qui facilite la carbonisation des matières organiques et transforme en même temps les sels alcalins en sulfates qui ne fondent pas à une chaleur modérée. Cette modification (proposée par *Reiche* et *Scheibler*), donnant des cendres sulfatées au lieu de cendres carbonatées, est actuellement l'unique méthode en

1. D'après *Landolt*, le poids réel des sels minéraux serait approximativement le double de celui des cendres carbonatées. (V. *Stammer*, *Traité de la fabrication du sucre*, I, p. 33.)

usage ; elle a été adoptée dans le commerce comme base pour le calcul du rendement en raffiné.

Pour traduire les cendres sulfatées en cendres carbonatées, *Scheibler* a proposé (1) de multiplier les premières par 0.9, coefficient résultant de nombreux essais comparatifs. On a donc à déterminer le poids du résidu de l'incinération sulfurique et d'en déduire 10 %. Cette manière d'opérer est entrée dans les habitudes commerciales du monde sucrier, malgré les nombreuses discussions qu'elle a soulevées au sujet de l'exactitude du coefficient 0.9. En effet, cette question est, selon nous, sans importance ; car on n'a aucun intérêt de connaître le poids exact des cendres carbonatées lesquels ne correspondent nullement aux sels renfermés dans la matière essayée, et l'habitude de considérer comme sels le résidu de l'incinération est purement conventionnelle.

*Mode opératoire.* — On se sert très souvent, comme nous l'avons dit plus haut, de l'échantillon qui a servi au dosage de l'humidité. On humecte le sucre avec deux ou trois centimètres cubes d'acide sulfurique pur et concentré, de manière à en imbiber toute la masse.

Si par une cause quelconque on fait l'incinération sur un échantillon à part, on pèse 5 grammes de sucre brut dans une capsule de platine (fig. 33 p. 165) et l'on ajoute de l'acide sulfurique ; on place la capsule pendant quelques minutes dans une étuve, jusqu'au noircissement de toute la masse, avant de commencer l'incinération dans le moufle.

Pour verser l'acide sulfurique, on se sert avantageusement d'un flacon compte-gouttes, permettant d'imbiber toute la matière sans mettre un excès d'acide.

Une fois le sucre humecté, on porte la capsule, au moyen d'une pince à creuset (2), dans un *fourneau à moufle*, chauffé au rouge sombre. Sous l'action de l'acide et de la chaleur, le sucre se fond et donne une masse noire qui tend à augmenter rapidement de volume. On a soin de ne lâcher la capsule que lorsque le boursoufflement s'est complètement produit, afin de pouvoir la retirer promptement du moufle, si le sucre en brûlant menace de déborder. Le boursoufflement est moins considérable, si on place la capsule dans le moufle chauffé au rouge vif, mais il faut alors retirer la capsule et abaisser la température dès que le charbon commence à brûler (3).

1. V. *Scheibler*, *Zeitschrift für Zuckerindustrie*, 1864, p. 182.

2. Il est pratique d'employer des pinces à creuset, recourbées, dont les bouts sont garnis de petites lames de platine.

3. V. *Commerson* et *Laugier*, *Guide pour l'analyse de matières sucrées*, 3<sup>me</sup> édition, p. 54-55, d'où sont empruntées les indications fort pratiques concernant l'incinération des sucres.

Autant que possible, l'incinération doit se faire au rouge sombre. Les points brillants, qui indiquent que la calcination n'est pas terminée, persistent pendant un temps plus ou moins long; demi-heure à une heure, quelquefois plus; dans ce cas, *il ne faut pas porter la température au rouge vif*, pour accélérer la combustion; on s'exposerait, au contraire, à la ralentir en fondant les sulfates, et en englobant dans ces sulfates fondus les dernières particules du charbon.

Pendant l'incinération, on peut remuer légèrement les cendres avec un fil de platine pour amener au contact de l'air le charbon qui se trouve au fond de la capsule sous les cendres déjà formées; mais on fera encore mieux de ne pas chercher à activer ainsi la combustion; elle n'exigera pas beaucoup plus de temps et on aura évité une forte chance d'erreur.

Si, par une cause quelconque, des particules de charbon ou de cendres sont projetées hors de la capsule, ne pas essayer de les y remettre, mais recommencer un nouveau dosage.

Si, malgré les précautions prises, on a englobé du charbon dans les sulfates fondus, il est prudent, lorsque les points brillants ont enfin disparu, de sortir la capsule du moufle, d'y verser, après l'avoir laissé refroidir, une ou deux gouttes d'acide sulfurique, et de la reporter dans le moufle en la réchauffant *très lentement* pour éviter les projections. Cette nouvelle addition d'acide a pour but de transformer en sulfates les sulfures qui auraient pu provenir de la décomposition de ces sulfates par le charbon.

On pourrait produire le même effet en projetant sur les points noirs de l'azotate d'ammoniaque fondu et pulvérisé.

Dans tous les cas, lorsque la calcination est terminée, on porte, pendant quelques instants, la capsule au rouge vif pour ramener à l'état de sulfate les bisulfates assez difficilement décomposables. Quand bien même à ce moment on fondrait les cendres, il n'y aurait pas à s'en inquiéter; leur poids ne changerait pas pour cela.

L'incinération étant bien conduite, on obtient des cendres blanches ou rougêtres. On retire la capsule du moufle, avec précaution, et on la dépose sous la cloche d'un dessiccateur (fig. 36 et 37). On pèse après refroidissement et l'on déduit 1/10 du poids brut, pour obtenir le poids des cendres carbonatées. On multiplie par 20 le chiffre obtenu, pour avoir les cendres pour 100 de matière, l'essai ayant été fait sur 5 grammes de sucre brut.

Pour d'autres matières sucrées, telles que masses-cuites ou mélasses, on fera l'incinération de 2 grammes de matière seulement, afin d'éviter un déborde

TABLE XXVI

donnant les cendres % en poids ou en volume pour une incinération de 2, 3, 5 et 10 gr. ou cc. (déduction de 1/10 pour l'acide sulfurique).

Cendres en milligr.	2	3	5	10
	Cendres %			
1	.015	0.030	0.018	0.009
2	0.090	0.060	0.036	0.018
3	0.135	0.090	0.054	0.027
4	0.180	0.120	0.072	0.036
5	0.225	0.150	0.090	0.045
6	0.270	0.180	0.108	0.054
7	0.315	0.210	0.126	0.063
8	0.360	0.240	0.144	0.072
9	0.405	0.270	0.162	0.081
10	0.450	0.300	0.180	0.090
11	0.495	0.330	0.198	0.099
12	0.540	0.360	0.216	0.108
13	0.585	0.390	0.234	0.117
14	0.630	0.420	0.252	0.126
15	0.675	0.450	0.270	0.135
16	0.720	0.480	0.288	0.144
17	0.765	0.510	0.306	0.153
18	0.810	0.540	0.324	0.162
19	0.855	0.570	0.342	0.171
20	0.900	0.600	0.360	0.180
21	0.945	0.630	0.378	0.189
22	0.990	0.660	0.396	0.198
23	1.035	0.690	0.414	0.207
24	1.080	0.720	0.432	0.216
25	1.125	0.750	0.450	0.225
26	1.170	0.780	0.468	0.234
27	1.215	0.810	0.486	0.243
28	1.260	0.840	0.504	0.252
29	1.305	0.870	0.522	0.261
30	1.350	0.900	0.540	0.270
31	1.395	0.930	0.558	0.279
32	1.440	0.960	0.576	0.288
33	1.485	0.990	0.594	0.297
34	1.530	1.020	0.612	0.306
35	1.575	1.050	0.630	0.315
36	1.620	1.080	0.648	0.324
37	1.665	1.110	0.666	0.333
38	1.710	1.140	0.684	0.342
39	1.755	1.170	0.702	0.351
40	1.800	1.200	0.720	0.360
41	1.845	1.230	0.738	0.369
42	1.890	1.260	0.756	0.378
43	1.935	1.290	0.774	0.387
44	1.980	1.320	0.792	0.396

TABLE XXVI (suite)

donnant les cendres % en poids ou en volume pour une incinération de 2, 3, 5 et 10 gr. ou cc. (déduction de 1/10 pour l'acide sulfurique).

Cendres en milligr.	2	3	5	10
	Cendres %			
45	2.025	1.350	0.810	0.405
46	2.070	1.380	0.828	0.414
47	2.115	1.410	0.846	0.423
48	2.160	1.440	0.864	0.432
49	2.205	1.470	0.882	0.441
50	2.250	1.500	0.900	0.450
51	2.295	1.530	0.918	0.459
52	2.340	1.560	0.936	0.468
53	2.385	1.590	0.954	0.477
54	2.430	1.620	0.972	0.486
55	2.475	1.650	0.990	0.495
56	2.520	1.680	1.008	0.504
57	2.565	1.710	1.026	0.513
58	2.610	1.740	1.044	0.522
59	2.655	1.770	1.062	0.531
60	2.700	1.800	1.080	0.540
61	2.745	1.830	1.098	0.549
62	2.790	1.860	1.116	0.558
63	2.835	1.890	1.134	0.567
64	2.880	1.920	1.152	0.576
65	2.925	1.950	1.170	0.585
66	2.970	1.980	1.188	0.594
67	3.015	2.010	1.206	0.603
68	3.060	2.040	1.224	0.612
69	3.105	2.070	1.242	0.621
70	3.150	2.100	1.260	0.630
71	3.195	2.130	1.278	0.639
72	3.240	2.160	1.296	0.648
73	3.285	2.190	1.314	0.657
74	3.330	2.220	1.332	0.666
75	3.375	2.250	1.350	0.675
76	3.420	2.280	1.368	0.684
77	3.465	2.310	1.386	0.693
78	3.510	2.340	1.404	0.702
79	3.555	2.370	1.422	0.711
80	3.600	2.400	1.440	0.720
81	3.645	2.430	1.458	0.729
82	3.690	2.460	1.476	0.738
83	3.735	2.490	1.494	0.747
84	3.780	2.520	1.512	0.756
85	3.825	2.550	1.530	0.765
86	3.870	2.580	1.548	0.774
87	3.915	2.610	1.566	0.783
88	3.960	2.640	1.584	0.792

TABLE XXVI (suite)

donnant les cendres % en poids ou en volume pour une incinération de 2, 3, 5 et 10 gr. ou cc. (déduction de 1/19 pour l'acide sulfurique).

Cendres en milligr.	2	3	5	10
	Cendres %			
89	4.005	2.670	1.602	0.801
90	4.050	2.700	1.620	0.810
91	4.095	2.730	1.638	0.819
92	4.140	2.760	1.656	0.828
93	4.185	2.790	1.674	0.837
94	4.230	2.820	1.692	0.846
95	4.275	2.850	1.710	0.855
96	4.320	2.880	1.728	0.864
97	4.365	2.910	1.746	0.873
98	4.410	2.940	1.764	0.882
99	4.455	2.970	1.782	0.891
100	4.500	3.000	1.800	0.900
200	9.00	6.000	3.60	1.80
300	13.50	9.000	5.40	2.70
400	18.00	12.000	7.20	3.60
500	22.50	15.000	9.00	4.50
600	27.00	18.000	10.80	5.40
700	31.50	21.000	12.60	6.30
800	36.00	24.000	14.40	7.20
900	40.50	27.000	16.20	8.10
1000	45.00	30.000	18.00	9.00

ment de la capsule par le boursofflement de la masse au commencement de l'opération.

La table XXVI, (1) donne les cendres pour 100 de matière essayée, pour une incinération de 2, 3, 5 ou 10 grammes ou c. cubes, selon que la matière soumise à l'essai est une masse solide ou un liquide.

*Fourneaux à incinération.* — Le fourneau à moufle dont on fait usage en France et en Belgique, est ordinairement celui de Wiesnegg, représenté par la figure 39 page suivante; il est chauffé par une rampe de cinq becs à gaz Bunsen, à couronnement mobile, dont on règle facilement les flammes par l'arrivée du gaz (2).

1. V. Gallois et Dupont, Manuel-Agenda du Fabricant de sucre, p. 196-197.

2. La figure 39 représente le fourneau de Wiesnegg avec une petite modification (bain de sable) de la Société Centrale des Produits chimiques de Paris.

Pour allumer le fourneau, il est bon d'en chasser d'abord l'air en ouvrant la conduite à gaz qu'on ferme aussitôt. On tient alors, à l'aide d'une pince, une allumette vers l'orifice supérieure des becs et on ouvre lentement la conduite à gaz. On évitera ainsi que les petits becs s'allument dans l'intérieur des tubes.

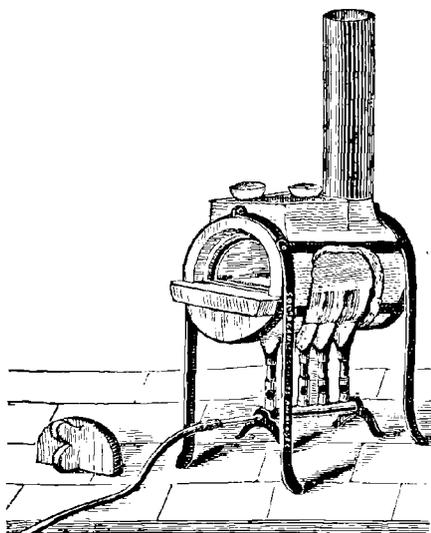


FIG. 39

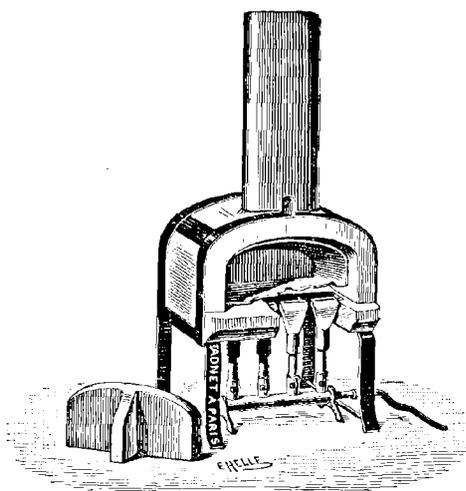


FIG. 40

On place les capsules à incinérer dans l'entrée du moufle et lorsque le boursoufflement est achevé, on avance lentement les capsules vers le fond du moufle.

L'expérience a démontré que l'incinération se fait mieux dans l'entrée du moufle que dans le fond, parceque dans le premier cas la combustion est favorisée par un accès d'air qui passe devant le moufle. Cette considération a amené MM. *Adnet et Coton* à modifier le fourneau *Wiesnegg*, en lui donnant la forme indiquée par la figure 40, dont le moufle est plus large et plus court que celui de *Wiesnegg*. Naturellement, la disposition de la rampe à gaz se trouve changée.

En même temps que ces constructeurs et partant du même principe, M. *Courtonne* a construit un four à moufle à deux étages et plusieurs compartiments (fig. 41), permettant d'incinérer à la fois un grand nombre d'échantillons avec économie de gaz. Ce moufle peut recevoir 32 capsules, placées sur deux rangs.

Comme le moufle, le four présente plusieurs dispositions avantageuses. Entièrement cerclé de tôle pour assurer sa solidité, il porte trois cheminées et trois tuyaux d'appel, munis de clefs, qui permettent d'utiliser à volonté le tiers, les deux tiers ou la totalité du moufle. Pour correspondre à ces trois sections, la rampe, qui peut recevoir le gaz par les deux bouts, est divisée en trois parties au moyen de deux robinets.

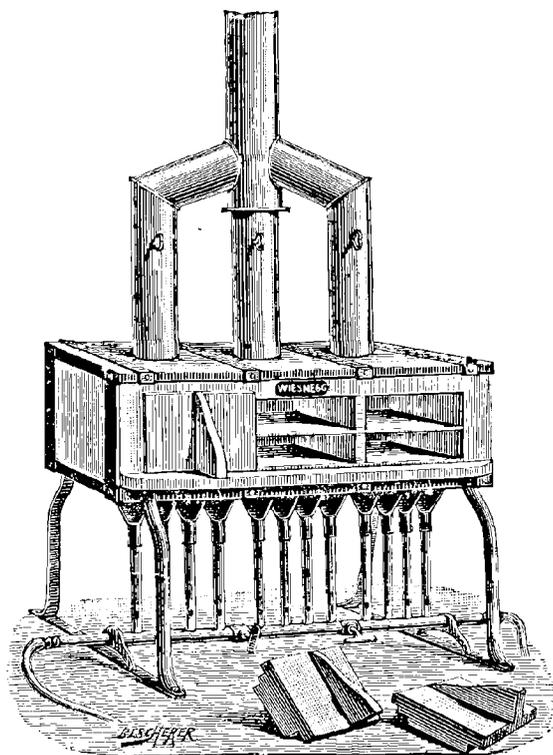


FIG. 41

De plus, par l'emploi de pièces de terre réfractaire d'épaisseur convenable, figurées sur le dessin, on peut séparer le moufle en plusieurs sections variant avec le nombre de capsules à chauffer, évitant ainsi toute déperdition de chaleur en dehors de la partie utilisée du moufle.

En Allemagne et en Amérique on fait usage d'un fourneau à moufle simple et portable, recommandé par Scheibler en 1867 (1) ; il est représenté par

1. V. *Scheibler*, *Zeitschrift für Zuckerindustrie*, 1867, p. 330.

la figure 42. Le moufle est formé d'une feuille de platine pliée et il est ouvert à ses deux extrémités ; il repose sur quelques fils de platine tendus sur le cadre d'un support dont un côté s'élève de 1 à 2 centimètres sur l'autre. Quelques carreaux en terre réfractaire se posent sur un châssis entourant le moufle ; ils servent à maintenir la chaleur du moufle fournie par une petite rampe à becs Bunsen ou par une lampe à alcool.

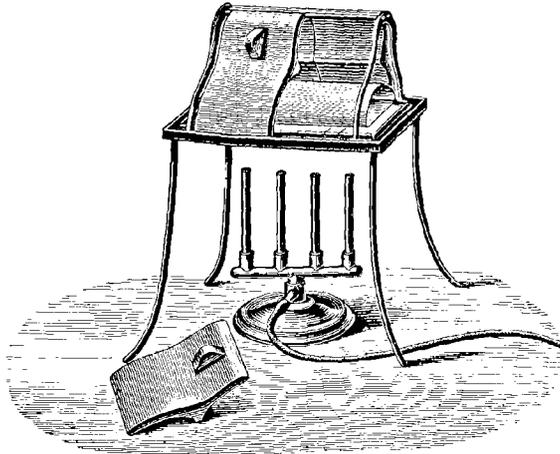


FIG. 42

Pour l'incinération on se sert de petites capsules de platine à manche, à fond plat, dans lesquelles on pèse exactement 3 grammes de sucre qu'on humecte d'acide sulfurique et qu'on incinère. L'incinération est favorisée par un courant d'air qui traverse le moufle ouvert de deux côtés et l'opération est terminée au bout de trois quarts d'heure environ. Les cendres pesées sont multipliées par 30, ( $30 \times 3 = 100 \times 0,9$ ), pour avoir les tant pour 100 de cendres carbonatées.

Dans ce moufle on ne peut cependant incinérer que, tout au plus, deux échantillons à la fois.

(5) *Matières organiques.* — Après avoir effectué les dosages de *sucre cristallisable*, de *sucre inverti*, d'*humidité* et de *cendres*, on les additionne ensemble et on retranche leur somme de 100 ; la différence, c'est-à-dire les matières non déterminées, sont souvent portées au bulletin d'analyse comme *matières organiques*. En réalité, la différence entre 100 et la somme des matières dosées exprime aussi mal les matières organiques que les cen-

*dres conventionnelles* indiquent les *matières salines*, et il convient mieux de noter la dite différence comme *inconnu*, ce que font d'ailleurs bien des chimistes de commerce. (1)

(6) *Rendement en raffiné*. — On multiplie les cendres par 4, le sucre inverti par 2, on retranche ces valeurs du chiffre représentant le sucre cristallisable et on note la différence comme *rendement en sucre raffiné*.

Cette formule, qui fait la base de transactions commerciales en France, est tout à fait empirique et ne repose sur aucune donnée scientifique. On sait par l'expérience qu'en raffinerie on obtient, outre le sucre raffiné, une mélasse finale qui contient environ 4 parties de sucre cristallisable sur 1 partie de cendres, déterminées par incinération sulfurique avec déduction de 1/10 du poids brut; on en conclut qu'une partie de cendres empêche la cristallisation de quatre parties de sucre trouvées au saccharimètre. Quant au coefficient adopté pour le sucre inverti, il n'est pas déduit de la composition de mélasses de raffinerie, mais il repose sur quelques données expérimentales (\*).

*Scheibler* a proposé une méthode analytique pour déterminer théoriquement le rendement d'un sucre brut en sucre raffiné, mais ce procédé, très ingénieux d'ailleurs, n'est pas entré dans les habitudes commerciales qui ont conservé, dans presque tous les pays sucriers, des formules basées sur le cristallisable et les cendres du sucre donné, en appliquant aux derniers, soit le coefficient 4, comme en France, soit le coefficient 5, comme en Angleterre.

## B. — Méthode de la Régie

Dans la méthode commerciale, décrite plus haut, on se contente généralement de mélanger les sucres à la main, puis on pèse 16 gr. 19 pour le saccharimètre et 5 grammes pour le dosage des cendres; mais, comme les sucres bruts sont en cristaux plus ou moins humectés de sirop, chacune de ces prises d'essai diffère souvent des autres et de l'échantillon entier; de

1. Les dosages individuels de différents acides organiques, contenus dans les matières sucrées, ne sont pas compris dans les essais industriels. Pour ces dosages, MM. *Laugier et Bittmann* ont décrit la marche à suivre, que la place nous manque pour reproduire. On la trouvera dans *Post: Traité d'analyse appliquée aux essais industriels*, édition française, (chapitre Sucre de betteraves).

2. Ces coefficients ont été vérifiés expérimentalement, avec beaucoup de soin par M. Aimé Girard (V. Journal des fabricants de sucre du 15 septembre 1877)

plus, les sucres bruts contiennent souvent des matières minérales insolubles qui, si elles se trouvent inégalement répandues dans le sucre, rendent incertain le dosage des cendres, et qui, dans tous les cas, ne doivent pas être déduites quatre fois du titre saccharimétrique, comme sels mélassigènes, lorsqu'on fait le calcul du rendement.

MM. A. Riche et Ch. Bardy ont fait connaître en 1876 (1) une modification qui, tout en respectant les usages commerciaux, écarte les inconvénients résultant de prises d'essai différentes, élimine totalement les matières insolubles et rend la pratique de l'analyse beaucoup plus expéditive.

A raison de ces avantages multiples, cette méthode a été adoptée dans les laboratoires de la Régie et aussi par les commissaires-experts au Ministère du commerce.

Dans le procédé de Riche et Bardy, on fait les divers dosages sur une liqueur unique (2).

On pèse par la méthode des doubles pesées, 80 gr. 950 de sucre, quantité qui représente le quintuple de la prise d'essai nécessaire au saccharimètre ; on les dissout à froid dans 160 à 180 c. cubes d'eau distillée, et on laisse reposer. On décante le liquide dans un ballon jaugé de 250 c. cubes, on lave quatre ou cinq fois le premier vase, on complète le volume de 250 c. cubes avec de l'eau, et l'on agite le liquide pour le rendre homogène.

(a) *Sucre cristallisable.* — La liqueur ayant été abandonnée au repos pendant un quart d'heure environ, on en mesure 50 c. cubes (correspondant exactement à 16 gr. 19 du sucre à analyser) dans un petit ballon soigneusement jaugé, et on les verse dans un ballon de 100 c. cubes ; on rince plusieurs fois le ballon de 50 c. cubes, et l'on réunit ces eaux de lavage dans le ballon de 100 c. cubes.

Les dissolutions de sucre sont ordinairement plus ou moins colorées ; cette coloration augmentant considérablement lorsque le liquide est vu dans une épaisseur de 20 centimètres, il résulterait de ce fait que la lecture saccharimétrique serait impossible dans beaucoup de cas et extrêmement difficile dans d'autres.

On remédie à cet inconvénient en décolorant le liquide par l'addition de quelques gouttes d'une solution de tannin et d'une solution de sous acétate de plomb.

1. V. Comptes-rendus de l'Académie des Sciences, t. 82, p. 1438.

2. La description qui suit est celle que M. Ch. Bardy a donné dans son excellent ouvrage intitulé *Sucre de betteraves, Fabrication, raffinage et analyse*, p. 267-71 et reproduite dans la *Sucrierie indigène de 1882*, p. 466-580 et 31-204.

Ces réactifs n'agissent que sur les impuretés dont la majeure partie se trouve éliminée sous la forme d'un précipité volumineux insoluble dans la liqueur sucrée, de telle sorte qu'après la filtration la liqueur se présente incolore ou très peu colorée. Des expériences récentes ont d'ailleurs montré que la présence du précipité dans le liquide ne faussait nullement le titre saccharimétrique, ainsi qu'on serait tenté de le croire au premier abord.

Lorsque la solution a été convenablement décolorée, on complète le volume de 100 c. cubes avec de l'eau distillée (1) ; on agite vivement le ballon pour opérer un mélange parfait, puis on jette le liquide sur un filtre. On laisse perdre les premières gouttes de liquide qui passent, et la liqueur claire qu'on recueille est prête pour l'essai saccharimétrique.

On emploie le saccharimètre Laurent à lumière monochromatique. L'observation est faite dans un tube de 20 centimètres de longueur ; les degrés lus à l'échelle de l'instrument expriment, sans calcul, les tant pour 100 de sucre cristallisable.

(b) *Dosage du sucre inverti.* — Ce dosage se fait au moyen de la liqueur cuivrique, en suivant la méthode Violette. On prépare la liqueur cuivrique de Fehlingen suivant les indications données dans le chapitre VIII.

*Titrage de la liqueur.* — Lorsque la liqueur a été bien préparée avec des réactifs très purs, chaque centimètre cube correspond à 0 gr. 005 de sucre inverti. Mais comme, d'une part, on n'emploie pas toujours des réactifs chimiquement purs et que d'autre part, la liqueur a pu subir des altérations depuis le moment où elle a été préparée, il est plus sage d'en déterminer le titre au moment d'en faire usage.

Pour cela, on pèse très exactement 4 gr. 75 de sucre pur et sec, qu'on dissout dans 250 à 300 c. cubes d'eau additionnée préalablement de 2 à 3 grammes d'acide sulfurique pur ; on chauffe le vase au bain-marie pendant une demi-heure, en ayant soin que le niveau de l'eau du bain-marie soit inférieur au niveau de la liqueur. On laisse refroidir, on transvase dans une carafe jaugée de 1 litre, et on complète ce volume avec de l'eau distillée, la température du liquide étant redescendue jusqu'à 15° C.

Chaque c. cube de cette liqueur contient exactement 0 gr. 00475 de sucre de canne ou 0 gr. 005 de sucre inverti.

Pour faire l'essai, on prend une quantité soigneusement mesurée de la li-

1. Il faut tenir compte du *ménisque concave* que forme le niveau du liquide dans les tubes étroits, comme nous l'avons indiqué plus haut.

queur cupro-alkaline (20 c. cubes par exemple) ; on les introduit dans un tube en verre, on porte le liquide à l'ébullition, et l'on y fait tomber, peu à peu, en agitant, la solution sucrée qui est contenue dans une burette graduée en dixièmes de centimètres cubes.

Il se fait au contact des deux liquides, un précipité jaunâtre qui devient rapidement rouge vif. On verse presque sans discontinuer en tenant la liqueur à l'ébullition. Quand la coloration de la liqueur devient très faible, on retire le vase du feu, et on l'examine ; si la liqueur paraît encore verdâtre on chauffe de nouveau et l'on ajoute de la liqueur sucrée goutte à goutte ; on continue ainsi jusqu'à ce que le liquide ait perdu complètement sa teinte verdâtre sans cependant être devenu jaune. Tant qu'il reste du cuivre dans la liqueur la goutte sucrée qui tombe produit une trace orangée au point où elle arrive. Au moment où le cuivre a totalement disparu, la liqueur s'éclaircit manifestement.

Supposons qu'il ait fallu 19<sup>cc</sup>,75 de la solution sucrée pour décolorer les 20 c. cubes de liqueur cupro-alkaline, le calcul s'établira de la façon suivante :

1 c. cube de la solution sucrée contient 0 gr. 00475 de sucre de canne, par conséquent 19<sup>cc</sup>,75 renferment

$$0,00475 \times 19,75 = 0 \text{ gr. } 0938125 \text{ de sucre de canne}$$

ce qui revient à dire que les 20 c. cubes de liqueur cupro-alkaline correspondent à cette quantité de sucre : le titre de la liqueur, c'est-à-dire le poids de sucre correspondant à 1 c. cube, sera

$$\frac{0.0938125}{20} = 0 \text{ gr. } 00469062,$$

De la liqueur cuivrique titrée on mesure un centimètre cube qu'on introduit dans un tube à essai et qu'on porte à l'ébullition ; on y fait tomber goutte à goutte (de manière à ne pas arrêter l'ébullition) la solution sucrée qui reste de l'essai saccharimétrique. Cette solution est placée dans une burette divisée en centimètres cubes et fractions de centimètres cubes.

On note le nombre de centimètres cubes de solution sucrée qu'il a fallu employer, et on répète le dosage en prenant une plus forte quantité de liqueur bleue (5 ou 10 c. cubes par exemple). On observe le volume usé de liqueur sucrée, soit par exemple 27,5 c. cubes, pour la décoloration de 10 c. cubes de liqueur Fehling, dont le titre a été trouvé égal à 0 gr. 0056 de sucre

TABLE XXVII

0,5 cm. cub. de liqueur de Fehling	1 cm. cub. de liqueur de Fehling	2 cm. cub. de liqueur de Fehling	2,5 cm. cub. de liqueur de Fehling	5 cm. cub. de liqueur de Fehling	10 cm. cub. de liqueur de Fehling	Le titre de la liqueur de Fehling étant
1.544	3.088	6.176	7.720	15.441	30.883	0.00500
1.549	3.119	6.238	7.798	15.596	31.192	0.00505
1.575	3.150	6.300	7.875	15.750	31.500	0.00510
1.590	3.180	6.362	7.952	15.904	31.809	0.00515
1.606	3.212	6.424	8.029	16.059	32.118	0.00520
1.621	3.243	6.485	8.106	16.213	32.427	0.00525
1.637	3.274	6.541	8.184	16.368	32.736	0.00530
1.652	3.304	6.603	8.261	16.522	33.045	0.00535
1.668	3.335	6.670	8.338	16.676	33.353	0.00540
1.683	3.366	6.732	8.415	16.831	33.662	0.00545
1.698	3.397	6.794	8.492	16.985	33.971	0.00550
1.714	3.428	6.856	8.570	17.140	34.280	0.00555
1.729	3.458	6.917	8.647	17.294	34.589	0.00560
1.744	3.489	6.979	8.724	17.449	34.898	0.00565
1.760	3.520	7.041	8.801	17.603	35.206	0.00570
1.775	3.551	7.103	8.878	17.757	35.515	0.00575
1.791	3.582	7.164	8.955	17.912	35.824	0.00580
1.806	3.613	7.226	9.033	18.066	36.133	0.00585
1.822	3.644	7.288	9.110	18.221	36.442	0.00590
1.837	3.676	7.350	9.187	18.375	36.751	0.00595
1.852	3.706	7.411	9.264	18.529	37.059	0.00600

inverti. On divise par 27,5 l'un des nombres indiqués dans la table XXVII, c'est-à-dire celui qui correspond au volume et au titre de la liqueur, soit dans ce cas  $\frac{34,589}{27,5} = 1,25$  ; le chiffre obtenu 1.25 indique le sucre inverti en tant pour 100.

*Nota.* La prise d'essai pour le saccharimètre étant de 16 gr. 19 de sucre dans 100 c. cubes.

(c.) *Dosage des matières salines.* Le dosage des cendres s'opère sur le reste des 250 c. cubes de la liqueur primitive ; pour cela on jette cette liqueur sur un filtre placé dans un entonnoir pouvant se recouvrir d'une plaque rodée (cette précaution est nécessaire pour éviter l'évaporation), on laisse perdre les premières gouttes, et on recueille la liqueur claire dans un flacon. A l'aide d'une pipette convenablement jaugée, on prélève une quantité de solution correspondant exactement à 4 grammes de sucre brut. Cette pipette est munie d'un robinet en verre qui permet de produire l'écoulement toujours avec la même vitesse, et par suite de prélever toujours une fraction du liquide rigoureusement égale à celle qui correspond à 4 grammes de sucre.

Le liquide versé dans une capsule de platine, préalablement tarée, est additionnée de 1 c. cube d'acide sulfurique pur et concentré, puis introduit immédiatement dans une étuve dont la température est maintenue soigneusement aux environs de 130° C. La masse ne tarde pas à noircir, puis à se boursouffler considérablement. Au bout de deux heures environ, elle est devenue complètement sèche et peut être portée au moufle.

On doit avoir la précaution de n'entrer la capsule dans le moufle que petit à petit, afin d'éviter les projections de matières qui se produiraient infailliblement si on la mettait de suite au milieu du moufle chauffé au rouge. Si la moindre parcelle de la matière s'échappait de la capsule, l'essai serait manqué et devrait être de suite recommencé.

On maintient les capsules dans le moufle jusqu'à ce que tout le charbon ait disparu. A ce moment, on retire les capsules et on les laisse refroidir en les plaçant sous une cloche en verre renfermant une substance capable d'absorber l'humidité (fig. 36 et 37).

On procède ensuite à la pesée.

Cette opération se fait (de même que la tare de la capsule) sur une balance de précision permettant d'obtenir facilement le demi-milligramme.

Pour abrégé le travail, les capsules ont été tarées en plaçant à côté d'elles, sur le plateau de la balance, un poids de 4 gr. 2.

TABLE XXVIII  
Calcul des cendres sulfuriques

MILLI-GRAMMES	CENDRES p. 100		MILLI-GRAMMES		CENDRES p. 100		MILLI-GRAMMES		CENDRES p. 100		MILLI-GRAMMES		CENDRES p. 100		MILLI-GRAMMES		CENDRES p. 100		MILLI-GRAMMES		CENDRES p. 100		MILLI-GRAMMES		CENDRES p. 100		MILLI-GRAMMES		CENDRES p. 100		
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	
0	4.50	20	4.05	40	3.60	60	3.15	80	2.70	100	2.25	120	1.80	140	1.35	160	0.90	180	0.45												
1	4.48	21	4.03	41	3.58	61	3.13	81	2.68	101	2.23	121	1.78	141	1.33	161	0.88	181	0.43												
2	4.46	22	4.01	42	3.56	62	3.11	82	2.66	102	2.20	122	1.76	142	1.31	162	0.85	182	0.41												
3	4.43	23	3.98	43	3.53	63	3.08	83	2.63	103	2.18	123	1.73	143	1.28	163	0.83	183	0.38												
4	4.41	24	3.96	44	3.51	64	3.06	84	2.61	104	2.16	124	1.71	144	1.26	164	0.81	184	0.36												
5	4.39	25	3.94	45	3.49	65	3.04	85	2.59	105	2.14	125	1.69	145	1.24	165	0.79	185	0.34												
6	4.37	26	3.92	46	3.47	66	3.02	86	2.57	106	2.12	126	1.67	146	1.22	166	0.77	186	0.31												
7	4.34	27	3.89	47	3.44	67	2.99	87	2.54	107	2.09	127	1.64	147	1.19	167	0.74	187	0.29												
8	4.32	28	3.87	48	3.42	68	2.97	88	2.52	108	2.07	128	1.62	148	1.17	168	0.72	188	0.27												
9	4.30	29	3.85	49	3.40	69	2.95	99	2.50	109	2.05	129	1.60	149	1.15	169	0.70	189	0.25												
10	4.28	30	3.83	50	3.38	70	2.93	90	2.48	110	2.03	130	1.58	150	1.13	170	0.68	190	0.23												
11	4.25	31	3.80	51	3.35	71	2.90	91	2.45	111	2.00	131	1.55	151	1.10	171	0.65	191	0.20												
12	4.23	32	3.78	52	3.33	72	2.88	92	2.43	112	1.98	132	1.53	152	1.08	172	0.63	192	0.18												
13	4.21	33	3.76	53	3.31	73	2.86	93	2.41	113	1.96	133	1.51	153	1.06	173	0.61	193	0.16												
14	4.19	34	3.74	54	3.29	74	2.84	94	2.39	114	1.94	134	1.49	154	1.04	174	0.59	194	0.14												
15	4.16	35	3.71	55	3.26	75	2.81	95	2.36	115	1.91	135	1.46	155	1.01	175	0.56	195	0.11												
16	4.14	36	3.69	56	3.24	76	2.79	96	2.34	116	1.89	136	1.44	156	0.99	176	0.54	196	0.09												
17	4.12	37	3.67	57	3.22	77	2.77	97	2.32	117	1.87	137	1.42	157	0.97	177	0.52	197	0.07												
18	4.10	38	3.65	58	3.20	78	2.75	98	2.30	118	1.85	138	1.40	158	0.95	178	0.50	198	0.05												
19	4.07	39	3.62	59	3.17	79	2.72	99	2.27	119	1.82	139	1.37	159	0.92	179	0.47	199	0.02												

NOTA. — La colonne 1 contient le nombre de milligrammes ajoutés à la balance à côté de la capsule, celle-ci étant tarée à 4 gr. 200.  
La colonne 2 contient le poids de cendres dans 100 de sucre, la pesée étant de ± grammes et la correction de 1/10.

Le poids de 4 grammes reste toujours à côté de la capsule pendant la pesée des cendres (tant que le sucre n'a pas plus de 4.5 % de cendres, ce qui est le cas le plus général) ; en sorte que l'opérateur n'a plus à manier que les poids compris entre 2 décigrammes et 1 milligramme.

La table XXVIII, donne directement, toute correction faite, la teneur de cendres en centièmes.

Si, par exemple, après l'incinération sulfurique, on a dû ajouter au poids de 4 grammes, placé à côté de la capsule, un poids représentant 132 milligrammes, le sucre essayé renferme 1.51 % de cendres ; il en contiendrait au contraire 4.25 % s'il n'avait fallu ajouter que 11 milligrammes.

(d) La méthode mise en pratique dans les laboratoires officiels élimine toutes les matières insolubles contenues dans les sucres bruts et permet de les doser au besoin, mais elle donnerait des résultats faux si, accidentellement ou frauduleusement, on avait ajouté des sels solubles dans les échantillons.

On doit surtout se tenir en garde contre la présence de la chaux rendue soluble par le sucre. Cet alcali aurait pour résultat, si l'on n'y prenait garde, d'augmenter dans une proportion exagérée le poids des cendres, en même temps qu'il atténuerait, dans une certaine mesure, la notation saccharimétrique.

Pour reconnaître la présence de la chaux, on dirige un courant d'acide carbonique dans une portion de la liqueur. Si le sucre ne renferme que la minime portion de chaux normale, la liqueur ne louchit pas sensiblement tandis qu'il se forme un précipité plus ou moins abondant lorsque la chaux s'y rencontre en quantité notable. Dans ce cas, on la dose au moyen de l'oxalate d'ammoniaque dont l'excès n'agit que peu sur la lumière polarisée.

(e) Selon *Riche et Bardy*, les sels minéraux contenus dans un sucre brut n'exercent presque aucune influence sur la lecture saccharimétrique, ce qui résulte des essais spéciaux faits par ces savants avec du sucre pur, auquel on a additionné, dans la proportion de 5 %, un des sels suivants : nitrate de potasse, sulfate de potasse, chlorure de potassium, carbonate de potasse et chlorure de sodium, sans qu'ils aient pu constater quelque diminution du pouvoir rotatoire du sucre primitif.

M. Bardy a ensuite déterminé, dans un grand nombre d'essais, la proportion normale d'acide sulfurique, de chlore et d'acide nitrique, contenus dans les sucres bruts de betteraves, et il a consigné les résultats dans la table XXIX.

TABLE XXIX

Dosages effectués au Laboratoire Central sur des sucres de betterave de toute origine et de différents titres saccharométriques, pour déterminer la proportion normale des éléments minéraux.

TITRES SACCHARIMÉ- TRIQUES	NOMBRE de DOSAGES effectués	ACIDE SULFURIQUE DANS 100 PARTIES					
		DE SUCRE			DE CENDRES		
		Minimum	Maximum	Moyenne	Minimum	Maximum	Moyenne
96	20	Traces.	0.17	0.06	0.00	14.0	5.7
95	23	<i>Idem</i>	0.36	0.08	0.00	22.5	5.8
94	28	<i>Idem</i>	0.45	0.18	1.60	25.3	7.8
93	30	0.03	0.42	0.19	1.80	17.9	3.3
92	26	0.00	0.32	0.14	0.00	15.7	6.3
91	25	0.03	0.38	0.20	1.40	13.5	9.6
90	18	0.12	0.70	0.33	3.90	21.0	11.2
89	23	0.05	0.45	0.21	1.10	12.3	6.8
88	22	0.11	0.36	0.25	3.40	12.6	8.0
87	16	0.09	0.59	0.24	2.70	14.5	6.7
86	10	0.20	0.37	0.30	5.60	15.8	8.9

TABLE XXIX (suite)

CHLORE

TITRES SACCHARIMÉ- TRIQUES	NOMBRE de DOSAGES effectués	CHLORE DANS 100 PARTIES					
		DE SUCRE			DE CENDRES		
		Minimum	Maximum	Moyenne	Minimum	Maximum	Moyenne
98	49	0.006	0.029	0.013	3.1	13.5	6.9
97	20	0.017	0.078	0.044	5.1	11.1	7.7
96	47	0.040	0.120	0.077	4.9	11.0	7.8
95	52	0.065	0.170	0.097	6.2	10.8	8.5
94	49	0.055	0.170	0.102	5.4	10.4	7.8
93	53	0.075	0.170	0.119	5.1	10.0	7.4
92	38	0.090	0.270	0.147	5.3	17.7	7.5
91	37	0.091	0.221	0.140	4.0	9.6	6.6
90	34	0.090	0.310	0.216	4.3	10.9	7.8
89	37	0.130	0.350	0.248	5.3	10.8	8.3
88	29	0.150	0.351	0.221	5.5	11.2	7.6
87	26	0.145	0.385	0.226	5.4	9.7	7.3
86	16	0.121	0.371	0.234	4.3	10.0	7.4

TABLE XXIX (suite)  
ACIDE NITRIQUE

TITRES SACCHARI- MÉTRIQUES	NOMBRE de DOSAGES effectués	ACIDE NITRIQUE DANS 100 PARTIES					
		DE SUCRE		DE CENDRES			
		Minimum	Maximum	Moyenne			
88	36	0.03	0.28	0.11	0.75	7.75	3.41
89	40	0.04	0.32	0.14	1.34	9.69	4.72
90	33	0.03	0.21	0.11	1.04	6.53	3.95
91	33	0.04	0.19	0.09	1.90	7.38	4.37
92	39	0.02	0.19	0.08	1.05	9.13	4.39
93	35	0.04	0.15	0.085	1.53	12.72	5.12

### C. — Inversion Optique

(a). Le dosage du sucre cristallisable par l'observation saccharimétrique, ne peut conduire à des résultats exacts que lorsque la liqueur sucrée, observée au saccharimètre ne renferme, outre le sucre, aucune matière agissant sur la lumière polarisée. Tel est le cas général des sucres bruts de betteraves ; mais il arrive quelquefois que l'observation saccharimétrique donne des résultats inexacts, soit par suite de la présence de sucre inverti en forte quantité, qui dévie à gauche le plan de la lumière polarisée et diminue ainsi la déviation à droite produite par le sucre cristallisable ; soit que cette dernière est au contraire augmentée par la présence de matières déviant, comme le sucre cristallisable, à droite le rayon polarisé.

Pour reconnaître cette cause d'erreur, et surtout pour obtenir le titre exact du sucre cristallisable, on emploie la méthode dite de *l'inversion optique*, indiquée d'abord par *Clerget* et perfectionnée depuis par *Casamajor*, *Reichardt* et *Bittmann*, *Pellet* et *Biard*, *Landolt*, *Cregdt*, *Herzfeld* et *Lindet*. Elle repose sur le fait constaté par *Clerget*, que lorsqu'on invertit le sucre cristallisable au moyen d'acide chlorhydrique, la solution du sucre inverti qui en résulte, dévie à gauche le plan de la lumière polarisée, et que si la solution normale ait indiqué  $100^{\circ}$  à droite, la solution invertie indiquerait  $44^{\circ}$  à gauche (1) à la température de  $0^{\circ}\text{C}$ , ou  $44^{\circ} - \frac{T}{2}$  à la température  $T$ , de sorte que la déviation sera nulle à  $88^{\circ}\text{C}$ .

Voici la manière d'opérer :

On fait l'observation directe de la manière décrite plus haut, on prend le reste du liquide filtré et on remplit, jusqu'au trait de 50 c. cubes, une fiole jaugée à deux traits, 50 et 55 c. cubes ; on ajoute 5 c. cubes (c'est-à-dire jusqu'au trait de 55 c. cubes) d'acide chlorhydrique concentré, ayant une densité de 1.188 (= 38 % HCl), on agite la fiole par retournement pour rendre le liquide homogène, et l'on plonge dans un bain-marie chauffé à  $70^{\circ}\text{C}$  ; on place un thermomètre dans la fiole qu'on agite pour ramener son contenu à  $67-68^{\circ}\text{C}$ , ce qui exige environ 5 minutes ; on maintient encore pendant 10 minutes la fiole dans le bain-marie dont la température doit rester constante à  $68^{\circ}\text{C}$ . On retire la fiole qu'on refroidit par l'immersion dans un bain

1. Les récentes expériences de *Landolt* ont donné le chiffre de  $42^{\circ}4$  au lieu de  $44^{\circ}$ , trouvé primitivement par *Clerget*.

d'eau froide, et lorsque le thermomètre est descendu à environ 20° C, on le retire; on ajoute au liquide, s'il est coloré, 0 gr. 5 à 1 gramme de noir animal pulvérisé, épuisé par l'acide chlorhydrique, afin de le décolorer; on agite, on filtre rapidement, on en remplit un tube spécial de 22 centimètres de longueur, ayant une tubulure latérale permettant d'y plonger un thermomètre, et on l'observe au saccharimètre où l'on trouvera une déviation à gauche. On note les degrés lus et on observe la température du liquide.

Le sucre cristallisable est alors trouvé par la formule suivante, indiquée par Clerget et modifiée légèrement par Landolt :

$$R = \frac{200 S}{284,8 - T}$$

dans laquelle R = richesse saccharine ou sucre cristallisable, S la somme des deux lectures saccharimétriques, avant (P) et après (P') l'inversion, sans tenir compte du signe négatif de la dernière, et T = température de la dernière observation en centigrades. La table suivante supprime les calculs (1); elle donne pour chaque température le sucre correspondant à la somme des deux polarisations (P + P'), faites avant et après l'inversion.

On compare la valeur de R, ainsi calculée avec le résultat de l'observation directe (P). Si R est supérieur à l'observation directe, c'est que le sucre essayé contient du sucre inverti ou autre matière lévogyre; dans le cas contraire, il y a des matières dextrogyres.

(b) *Dosage du raffinose.* — Certains sucres et notamment ceux qui sont extraits de mélasses par les procédés de sucrates, contiennent fréquemment du *raffinose* qui, par suite de son pouvoir rotatoire spécifique plus élevé de celui du sucre cristallisable, communique à la solution sucrée une déviation anormale du rayon polarisé, de sorte qu'il arrive quelquefois que la somme des dosages habituels dépasse 100, sans rien laisser pour les matières non déterminées, même dans le cas que la somme des dosages effectués est inférieure à 100; on reconnaît l'exagération du titre du cristallisable, en le vérifiant par l'inversion optique.

Toutefois, la formule indiquée plus haut ne suffit pas, dans ce cas, pour rectifier le titre du sucre cristallisable, et encore moins pour en déduire la quantité de *raffinose*.

1. Voyez le Rapport de l'Association des Chimistes de Sucrierie de la Louisiane (T. J. Bird, Bâton-Rouge, 1889).

TABLE XXX  
Table pour l'inversion optique

Somme $P + P'$	10°	11°	12°	13°	14°	15°	16°	17°	18°	19°	20°	21°	22°	23°
0.1	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08
0.2	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
0.3	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23
0.4	0.29	0.29	0.29	0.29	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30
0.5	0.36	0.36	0.37	0.37	0.37	0.37	0.37	0.37	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38
0.6	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.46	0.46
0.7	0.51	0.51	0.51	0.51	0.52	0.52	0.52	0.52	0.53	0.53	0.53	0.53	0.53	0.53
0.8	0.58	0.58	0.59	0.59	0.59	0.59	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.61	0.61	0.61
0.9	0.65	0.66	0.66	0.66	0.66	0.67	0.67	0.67	0.68	0.68	0.68	0.68	0.68	0.69
1.0	0.73	0.73	0.73	0.74	0.74	0.74	0.74	0.75	0.75	0.75	0.76	0.76	0.76	0.76
1.1	0.80	0.80	0.81	0.81	0.81	0.82	0.82	0.82	0.82	0.83	0.83	0.83	0.84	0.84
1.2	0.87	0.88	0.88	0.88	0.89	0.89	0.89	0.90	0.90	0.90	0.91	0.91	0.91	0.91
1.3	0.95	0.95	0.95	0.96	0.96	0.96	0.97	0.97	0.97	0.98	0.98	0.99	0.99	0.99
1.4	1.02	1.02	1.02	1.03	1.03	1.04	1.04	1.05	1.05	1.05	1.06	1.06	1.07	1.07
1.5	1.09	1.10	1.10	1.10	1.11	1.11	1.12	1.12	1.13	1.13	1.14	1.14	1.14	1.15
1.6	1.16	1.17	1.17	1.18	1.18	1.19	1.19	1.19	1.20	1.20	1.21	1.21	1.22	1.22
1.7	1.24	1.24	1.24	1.25	1.26	1.26	1.26	1.27	1.27	1.28	1.28	1.29	1.29	1.30
1.8	1.31	1.31	1.32	1.32	1.33	1.33	1.34	1.34	1.35	1.35	1.36	1.36	1.37	1.38
1.9	1.38	1.39	1.39	1.40	1.40	1.41	1.41	1.42	1.42	1.43	1.44	1.44	1.45	1.45
2.0	1.46	1.46	1.47	1.47	1.48	1.48	1.49	1.49	1.50	1.50	1.51	1.52	1.52	3.53
2.1	1.53	1.53	1.54	1.55	1.55	1.56	1.56	1.57	1.57	1.58	1.59	1.59	1.60	1.60
2.2	1.60	1.61	1.61	1.62	1.62	1.63	1.64	1.65	1.65	1.66	1.66	1.67	1.67	1.68
2.3	1.67	1.68	1.69	1.69	1.70	1.70	1.71	1.72	1.72	1.73	1.74	1.74	1.75	1.76
2.4	1.75	1.75	1.76	1.77	1.77	1.78	1.79	1.79	1.80	1.81	1.81	1.82	1.83	1.83
2.5	1.82	1.83	1.83	1.84	1.85	1.85	1.86	1.87	1.87	1.88	1.89	1.90	1.90	1.91
2.6	1.89	1.90	1.91	1.91	1.92	1.93	1.93	1.94	1.95	1.96	1.96	1.97	1.98	1.99
2.7	1.96	1.97	1.98	1.99	1.99	2.00	2.01	2.02	2.02	2.03	2.04	2.05	2.05	2.06
2.8	2.04	2.04	2.05	2.06	2.07	2.08	2.08	2.09	2.10	2.11	2.12	2.12	2.13	2.14
2.9	2.11	2.12	2.13	2.13	2.14	2.15	2.16	2.17	2.17	2.18	2.19	2.20	2.21	2.22
3.0	2.18	2.19	2.20	2.21	2.22	2.22	2.23	2.24	2.25	2.26	2.27	2.28	2.28	2.29
3.1	2.26	2.26	2.27	2.28	2.29	2.30	2.31	2.32	2.32	2.33	2.34	2.35	2.36	2.37
3.2	2.33	2.34	2.35	2.35	2.36	2.37	2.38	2.39	2.40	2.41	2.42	2.43	2.43	2.44
3.3	2.40	2.41	2.42	2.43	2.44	2.45	2.46	2.46	2.47	2.48	2.49	2.50	2.51	2.52
3.4	2.47	2.48	2.49	2.50	2.51	2.52	2.53	2.54	2.55	2.56	2.57	2.58	2.59	2.60
3.5	2.55	2.56	2.57	2.58	2.58	2.59	2.60	2.61	2.62	2.63	2.64	2.65	2.66	2.67
3.6	2.62	2.63	2.64	2.65	2.66	2.67	2.68	2.69	2.70	2.71	2.72	2.73	2.74	2.75
3.7	2.69	2.70	2.71	2.72	2.70	2.74	2.75	2.76	2.77	2.78	2.79	2.81	2.82	2.83
3.8	2.77	2.78	2.79	2.80	2.81	2.82	2.83	3.84	2.85	2.86	2.87	2.88	2.89	2.90
3.9	2.84	2.85	2.86	2.87	2.88	2.89	2.90	2.91	2.92	2.93	2.95	2.96	2.97	2.98
4.0	2.91	2.92	2.93	2.94	2.95	2.97	2.98	2.99	3.00	3.01	3.02	3.03	3.04	3.06
4.1	2.98	2.99	3.01	3.02	3.03	3.04	3.05	3.06	3.07	3.09	3.10	3.11	3.12	3.13
4.2	3.06	3.07	3.08	3.09	3.10	3.11	3.12	3.14	3.15	3.16	3.17	3.18	3.20	3.21
4.3	3.13	3.14	3.15	3.16	3.18	3.19	3.20	3.21	3.22	3.24	3.25	3.26	3.27	3.28
4.4	3.20	3.21	3.23	3.24	3.25	3.26	3.27	3.29	3.30	3.31	3.32	3.34	3.35	3.36
4.5	3.27	3.29	3.30	3.31	3.32	3.34	3.35	3.36	3.37	3.39	3.40	3.41	3.42	3.44
4.6	3.35	3.36	3.37	3.38	3.40	3.41	3.42	3.44	3.45	3.46	3.47	3.49	3.50	3.51
4.7	3.42	3.43	3.45	3.46	3.47	3.48	3.50	3.51	3.52	3.54	3.55	3.56	3.58	3.59
4.8	3.49	3.51	3.52	3.53	3.55	3.56	3.57	3.58	3.60	3.61	3.63	3.64	3.65	3.67
4.9	3.57	3.58	3.59	3.60	3.62	3.63	3.65	3.66	3.67	3.69	3.70	3.71	3.72	3.74
5.0	3.64	3.65	3.67	3.68	3.69	3.71	3.72	3.73	3.75	3.76	3.78	3.79	3.81	3.82
5.1	3.71	3.73	3.74	3.75	3.77	3.78	3.79	3.81	3.82	3.84	3.85	3.87	3.88	3.90
5.2	3.78	3.80	3.81	3.83	3.84	3.85	3.87	3.88	3.90	3.91	3.93	3.94	3.96	3.97
5.3	3.86	3.87	3.89	3.90	3.91	3.93	3.94	3.96	3.97	3.99	4.00	4.02	4.03	4.05
5.4	3.93	3.94	3.96	3.97	3.99	4.00	4.02	4.03	4.05	4.06	4.08	4.09	4.11	4.13
5.5	4.00	4.02	4.03	4.05	4.06	4.08	4.09	4.11	4.12	4.14	4.15	4.17	4.19	4.20
5.6	4.07	4.09	4.11	4.12	4.14	4.15	4.17	4.18	4.20	4.21	4.23	4.25	4.26	4.28
5.7	4.15	4.16	4.18	4.19	4.21	5.23	4.24	4.26	4.27	4.29	4.31	4.32	4.34	4.35

TABLE XXX  
Table pour l'inversion optique

Somme p + p'	10°	11°	12°	13°	14°	15°	16°	17°	18°	19°	20°	21°	22°	23°
5.8	4.22	4.24	4.25	4.27	4.28	4.30	4.32	4.33	4.35	4.36	4.38	4.40	4.42	4.43
5.9	4.29	4.31	4.33	4.34	4.36	4.37	4.39	4.41	4.42	4.44	4.46	4.47	4.49	4.51
6.0	4.37	4.38	4.40	4.41	4.43	4.45	4.46	4.48	4.50	4.51	4.53	4.55	4.57	4.58
6.1	4.44	4.46	4.47	4.49	4.51	4.52	4.54	4.56	4.57	4.59	4.61	4.62	4.64	4.66
6.2	4.51	4.53	4.55	4.56	4.58	4.60	4.61	4.63	4.67	4.67	4.68	4.70	4.72	4.74
6.3	4.59	4.60	4.62	4.63	4.65	4.67	4.69	4.70	4.72	4.74	4.76	4.78	4.79	4.81
6.4	4.66	4.67	4.69	4.71	4.73	4.74	4.76	4.78	4.80	4.82	4.83	4.85	4.87	4.89
6.5	4.73	4.75	4.77	4.79	4.80	4.82	4.84	4.85	4.87	4.89	4.91	4.93	4.95	4.97
6.6	4.80	4.82	4.84	4.86	4.87	4.89	4.91	4.93	4.95	4.97	4.98	5.00	5.02	5.04
6.7	4.88	4.89	4.91	4.93	4.95	4.97	4.99	5.00	5.02	5.04	5.06	5.08	5.10	5.12
6.8	4.95	4.97	4.99	5.00	5.02	5.04	5.06	5.08	5.10	5.12	5.14	5.16	5.17	5.19
6.9	5.02	5.04	0.06	5.08	5.10	5.11	5.13	5.15	5.17	5.19	5.21	5.23	5.25	5.27
7.0	5.09	5.11	5.13	5.15	5.17	5.19	5.21	5.23	5.25	5.27	5.29	5.31	5.33	5.35
7.1	5.17	5.19	5.21	5.22	5.24	5.26	5.28	5.30	5.32	5.34	5.36	5.38	5.40	5.42
7.2	5.24	5.26	5.28	5.30	5.32	5.34	5.36	5.38	5.40	5.42	5.44	5.46	5.48	5.50
7.3	5.31	5.33	5.35	5.37	5.39	5.41	5.43	5.45	5.47	5.49	5.51	5.53	5.56	5.58
7.4	5.39	5.41	5.43	5.44	5.47	5.49	5.51	5.53	5.55	5.57	5.59	5.61	5.63	5.65
7.5	5.46	5.48	5.50	5.52	5.54	5.56	5.58	5.60	5.62	5.64	5.66	5.69	5.71	5.73
7.6	5.53	5.55	5.57	5.59	5.61	5.63	5.65	5.68	5.70	5.72	5.74	5.76	5.78	5.81
7.7	5.60	5.62	5.65	4.67	5.69	4.71	5.73	5.75	5.78	5.79	5.82	5.84	5.86	5.88
7.8	5.68	5.70	5.72	5.74	5.76	5.78	5.80	5.83	5.85	5.87	5.89	5.91	5.94	5.96
7.9	5.75	5.77	5.79	4.81	5.83	5.86	5.88	5.90	5.92	5.94	5.97	5.99	6.01	3.04
8.0	5.82	5.84	5.87	5.89	5.91	5.93	5.95	5.97	6.00	6.02	6.04	6.07	6.09	6.11
8.1	5.90	5.92	5.94	5.96	5.98	6.00	6.03	6.05	6.07	7.09	6.12	6.14	6.16	6.19
8.2	5.97	5.99	6.01	6.03	6.06	6.08	6.10	6.12	6.15	6.17	6.19	6.22	2.24	6.26
8.3	1.04	6.06	6.09	6.11	6.13	6.15	6.18	6.21	6.22	6.25	6.27	6.29	6.32	6.34
8.4	6.11	6.14	6.16	6.18	6.24	6.23	6.25	6.28	6.30	6.32	6.34	6.37	6.39	6.42
8.5	6.19	6.21	6.23	6.25	6.28	6.30	6.32	6.35	6.37	6.40	6.42	6.44	1.47	6.49
8.6	1.26	6.28	6.30	6.33	6.35	6.37	6.40	6.42	6.45	6.47	6.50	6.52	6.54	6.57
8.7	6.33	6.35	6.38	6.40	6.43	6.45	6.47	6.50	6.52	6.55	6.57	6.60	6.62	6.65
8.8	6.40	6.43	6.45	6.48	6.50	6.52	6.55	6.57	6.60	6.62	6.65	6.66	6.70	6.72
8.9	6.48	6.50	6.52	6.55	6.58	6.57	6.60	6.62	6.65	6.67	6.70	6.72	6.75	6.80
9.0	6.55	6.57	6.60	6.62	6.65	6.67	6.70	6.72	6.75	6.77	6.80	6.82	6.85	6.88
9.1	6.62	6.65	6.67	6.70	6.72	6.75	6.77	6.80	6.82	6.84	6.87	6.90	6.92	6.95
9.2	6.70	6.72	6.74	6.77	6.79	6.82	6.85	6.87	6.90	6.92	6.95	6.97	7.00	7.03
9.3	3.77	6.79	6.82	6.84	6.87	6.89	6.92	6.95	6.97	7.00	7.02	7.05	7.08	7.10
9.4	6.84	6.87	6.89	6.92	6.94	6.97	6.99	7.02	7.05	7.07	7.10	7.13	7.15	7.18
9.5	6.91	6.94	6.96	6.99	7.02	7.04	7.07	7.09	7.12	7.15	7.18	7.20	7.23	7.26
9.6	6.99	7.01	7.04	7.06	7.09	7.12	7.14	7.17	7.20	7.22	7.25	7.28	7.31	7.33
9.7	7.06	7.09	7.11	7.14	7.16	7.19	7.22	7.24	7.28	7.30	7.33	7.35	7.38	7.41
9.8	7.13	7.16	7.18	7.21	7.24	7.26	7.29	7.32	7.35	7.37	7.40	7.43	7.46	7.49
9.9	7.21	7.23	7.26	7.28	7.31	7.34	7.37	7.39	7.42	7.45	7.48	7.51	7.53	7.56
10.0	7.28	7.30	7.33	7.36	7.39	7.41	7.44	7.47	7.50	7.52	7.55	7.58	7.61	7.64
20.0	14.56	14.61	14.66	14.72	14.77	14.83	14.88	14.94	14.99	15.05	15.11	15.16	15.22	15.28
30.0	21.83	21.91	21.99	22.07	22.16	22.24	22.32	22.40	22.49	22.57	22.66	22.74	22.83	22.92
40.0	29.11	29.22	29.33	29.43	29.54	29.65	29.76	29.87	29.98	30.10	30.21	30.33	30.44	30.56
50.0	36.39	36.52	36.66	36.79	36.93	37.06	37.20	37.34	37.46	37.62	37.76	37.91	38.05	38.20
60.0	43.67	43.83	43.99	44.15	44.31	44.47	44.64	44.81	44.98	45.15	45.32	45.49	45.60	45.84
70.0	50.95	51.13	51.32	51.51	51.70	51.89	52.08	52.28	52.47	52.67	52.87	53.07	53.27	53.48
80.0	58.22	58.44	58.65	58.87	59.08	59.30	59.52	59.74	59.97	60.20	60.42	60.65	60.88	61.12
90.0	65.50	65.74	65.98	66.22	66.47	66.73	66.96	67.21	67.47	66.72	67.98	68.23	68.49	68.75
100.0	72.78	73.05	73.31	73.58	73.85	74.23	74.40	74.68	74.96	75.24	75.52	75.81	76.10	76.39
110.0	80.00	80.35	80.64	80.94	81.24	81.54	81.84	82.15	82.46	82.77	83.08	83.40	83.71	84.03
120.0	87.34	87.65	87.98	88.30	88.63	88.95	89.28	89.62	89.95	90.29	90.63	90.98	91.32	91.67
130.0	94.61	94.96	95.31	95.66	96.01	96.37	96.72	97.09	97.45	97.82	98.19	98.56	98.93	99.31

TABLE XXX  
Table pour l'inversion optique.

24°	25°	26°	27°	28°	29°	30°	31°	32°	33°	34°	35°	Somme P+P'
4.45	4.46	4.48	4.50	4.52	4.53	4.55	4.57	4.59	4.61	4.63	4.64	5.8
4.52	4.54	4.56	4.58	4.60	4.61	4.63	4.65	4.67	4.69	4.70	4.72	5.9
4.60	4.62	4.64	4.65	4.67	4.69	4.71	4.73	4.75	4.77	4.78	4.80	6.0
4.68	4.70	4.71	4.73	4.75	4.77	4.79	4.81	4.83	4.85	4.86	4.88	6.1
4.73	4.77	4.78	4.81	4.83	4.85	4.87	4.89	4.91	4.92	4.94	4.96	6.2
4.83	4.85	4.87	4.89	4.91	4.93	4.95	4.96	4.98	5.00	5.02	5.04	6.3
4.91	4.93	4.95	4.97	4.98	5.00	5.02	5.04	5.06	5.08	5.10	5.12	6.4
4.98	5.00	5.02	5.04	5.06	5.08	5.10	5.12	5.14	5.16	5.18	5.20	6.5
5.06	5.08	5.10	5.12	5.14	5.16	5.18	5.20	5.22	5.24	5.26	5.28	6.6
5.14	5.16	5.18	5.20	5.22	5.24	5.26	5.28	5.30	5.32	5.34	5.36	6.7
5.21	5.23	5.25	5.28	0.30	5.32	5.34	5.36	5.38	5.40	5.42	5.44	6.8
5.29	5.31	5.33	5.35	5.37	5.39	5.42	5.44	5.46	5.48	5.50	5.52	6.9
5.37	5.39	5.41	5.43	5.45	5.47	5.49	5.52	5.54	5.56	5.58	5.60	7.0
5.44	5.47	5.49	5.51	5.53	5.55	5.57	5.59	5.62	5.64	5.66	5.69	7.1
5.52	5.54	5.56	5.59	5.61	5.63	5.65	5.67	5.70	5.72	5.74	5.76	7.2
5.60	5.62	5.64	5.66	5.69	5.71	5.73	5.75	5.78	5.80	5.82	5.84	7.3
5.67	5.70	5.72	5.74	5.76	5.79	5.81	5.83	5.85	5.88	5.90	5.92	7.4
5.75	5.77	5.80	5.82	5.84	5.86	5.89	5.91	5.93	5.96	5.98	6.00	7.5
5.83	5.85	5.87	5.90	5.92	5.94	5.97	5.99	6.01	6.04	6.06	6.08	7.6
5.90	5.93	5.95	5.97	6.00	6.02	6.04	6.07	6.09	6.12	6.14	6.16	7.7
5.98	6.00	6.03	6.05	6.07	6.10	6.12	6.15	6.17	6.20	6.22	6.24	7.8
6.06	6.08	6.11	6.13	6.15	6.18	6.20	6.23	6.25	6.27	6.30	6.33	7.9
6.13	6.16	6.18	6.21	6.23	6.25	6.28	6.30	6.33	6.36	6.38	6.41	8.0
6.21	6.24	6.26	6.29	6.31	6.33	6.36	6.38	6.41	6.43	6.46	6.49	8.1
6.29	6.31	6.34	6.36	6.39	6.41	6.44	6.46	6.49	6.51	6.54	6.57	8.2
6.36	6.39	6.41	6.44	6.46	6.49	6.51	6.54	6.57	6.59	6.62	6.65	8.3
6.44	6.47	6.49	6.51	6.54	6.57	6.59	6.62	6.65	6.67	6.70	6.73	8.4
6.52	6.54	6.57	6.59	6.62	6.65	6.67	6.70	6.72	6.76	6.78	6.81	8.5
6.60	6.62	6.65	6.67	6.70	6.72	6.75	6.78	6.80	6.83	6.86	6.89	8.6
6.67	6.70	6.72	6.75	6.78	6.80	6.83	6.86	6.88	6.91	6.94	6.97	8.7
6.75	6.77	6.80	6.83	6.85	6.88	6.91	6.93	6.96	6.99	7.02	7.05	8.8
6.83	6.85	6.88	6.90	6.93	6.96	6.99	7.01	7.04	7.07	7.10	7.13	8.9
6.90	6.93	6.96	6.98	7.01	7.04	7.06	7.08	7.12	7.15	7.18	7.21	9.0
6.98	7.01	7.03	7.06	7.09	7.11	7.14	7.17	7.20	7.23	7.26	7.28	9.1
7.06	7.08	7.11	7.14	7.17	7.18	7.22	7.25	8.28	7.31	7.34	7.37	9.2
7.13	7.16	7.19	7.21	7.24	7.27	7.30	7.33	7.36	7.39	7.42	7.45	9.3
7.21	7.24	7.26	7.29	7.32	7.35	7.38	7.41	7.44	7.47	7.50	7.53	9.4
7.29	7.31	7.34	7.37	7.40	7.43	7.46	7.49	7.52	7.55	7.58	7.61	9.5
7.36	7.39	7.42	7.45	7.48	7.51	7.54	7.57	7.59	7.62	7.66	7.69	9.6
7.44	7.47	7.50	7.53	7.55	7.58	7.61	7.64	7.67	7.70	7.74	7.77	9.7
7.52	7.54	7.57	7.60	7.63	7.66	7.69	7.72	7.75	7.79	7.81	7.85	9.8
7.59	7.62	7.65	7.68	7.71	7.74	7.77	7.80	7.83	7.86	7.89	7.93	9.9
7.67	7.70	7.73	7.76	7.79	7.82	7.85	7.88	7.91	7.94	7.97	8.01	10.0
15.34	15.40	15.46	15.52	15.58	15.64	15.70	15.78	15.82	15.89	15.96	16.01	20.0
23.01	23.10	23.19	23.27	23.36	23.46	23.55	23.64	23.73	23.83	23.92	24.02	30.0
30.67	30.79	30.91	31.04	31.15	31.27	31.40	31.52	31.65	31.77	31.90	32.03	40.0
38.34	38.38	38.64	38.79	38.94	39.05	39.25	39.40	39.56	39.71	39.87	40.03	50.0
46.01	46.19	46.38	46.55	46.73	46.91	47.10	47.28	47.47	47.66	47.85	48.04	60.0
53.68	53.89	54.10	54.31	54.52	54.73	54.95	55.16	55.38	55.60	55.82	56.04	70.0
61.35	61.59	61.82	62.06	62.31	62.55	62.79	63.04	63.29	63.54	63.80	64.55	80.0
69.02	69.28	69.55	69.82	70.09	70.37	70.64	70.92	71.20	71.49	71.77	72.06	90.0
76.69	76.98	77.28	77.58	77.88	78.11	78.49	78.80	79.11	79.43	79.74	80.06	100.0
84.36	84.68	85.01	85.34	85.67	86.00	86.34	86.68	87.03	87.37	87.72	88.07	110.0
92.02	92.38	92.74	93.09	93.46	93.82	94.19	94.56	94.94	95.31	95.69	96.08	120.0
99.69	100.08	100.46	100.85	101.25	101.64	102.04	102.44	102.85	103.26	103.67	104.09	130.0

TABLE XXX.  
Table pour l'inversion optique

24°	25°	26°	27°	28°	29°	30°	31°	32°	33°	34°	35°	Somme P.P.
0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.1
0.15	0.15	0.15	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.2
0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.3
0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.32	0.32	0.32	0.32	0.4
0.38	0.38	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.40	0.40	0.40	0.40	0.5
0.46	0.46	0.46	0.47	0.47	0.47	0.47	0.47	0.47	0.48	0.48	0.48	0.6
0.54	0.54	0.54	0.54	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.56	0.56	0.56	0.7
0.61	0.62	0.62	0.62	0.62	0.63	0.63	0.63	0.63	0.64	0.64	0.64	0.8
0.69	0.69	0.70	0.70	0.70	0.70	0.71	0.71	0.71	0.71	0.72	0.72	0.9
0.77	0.77	0.77	0.78	0.78	0.78	0.78	0.79	0.79	0.79	0.80	0.80	1.0
0.84	0.85	0.85	0.85	0.86	0.86	0.86	0.87	0.87	0.87	0.88	0.88	1.1
0.92	0.92	0.93	0.93	0.93	0.94	0.94	0.95	0.95	0.95	0.96	0.96	1.2
1.00	1.00	1.00	1.01	1.01	1.02	1.02	1.02	1.03	1.03	1.04	1.04	1.3
1.07	1.08	1.08	1.09	1.09	1.09	1.10	1.10	1.11	1.11	1.12	1.12	1.4
1.15	1.15	1.16	1.16	1.17	1.17	1.18	1.18	1.19	1.19	1.20	1.20	1.5
1.23	1.23	1.24	1.24	1.25	1.25	1.26	1.26	1.27	1.27	1.28	1.28	1.6
1.30	1.31	1.31	1.32	1.32	1.33	1.33	1.34	1.34	1.35	1.36	1.37	1.7
1.38	1.39	1.39	1.40	1.40	1.41	1.41	1.42	1.42	1.43	1.44	1.44	1.8
1.46	1.46	1.47	1.47	1.48	1.49	1.49	1.50	1.50	1.51	1.52	1.52	1.9
1.53	1.54	1.55	1.55	1.56	1.56	1.57	1.58	1.58	1.59	1.59	1.60	2.0
1.61	1.62	1.62	1.63	1.64	1.64	1.65	1.65	1.66	1.67	1.67	1.68	2.1
1.69	1.69	1.70	1.71	1.71	1.72	1.73	1.73	1.74	1.75	1.75	1.76	2.2
1.76	1.76	1.78	1.78	1.79	1.80	1.81	1.81	1.82	1.83	1.83	1.84	2.3
1.84	1.85	1.85	1.86	1.87	1.88	1.88	1.89	1.90	1.91	1.91	1.92	2.4
1.92	1.92	1.93	1.94	1.95	1.95	1.96	1.97	1.98	1.99	1.99	2.00	2.5
1.99	2.00	2.01	2.02	2.02	2.03	2.04	2.05	2.06	2.07	2.07	2.08	2.6
2.07	2.08	2.09	2.09	2.10	2.11	2.12	2.13	2.14	2.14	2.15	2.16	2.7
2.15	2.16	2.16	2.17	2.18	2.19	2.20	2.21	2.22	2.22	2.23	2.24	2.8
2.22	2.23	2.24	2.25	2.26	2.27	2.28	2.29	2.29	2.30	2.31	2.32	2.9
2.30	2.31	2.32	2.33	2.34	2.35	2.35	2.36	2.37	2.38	2.39	2.40	3.0
2.38	2.39	2.40	2.40	2.41	2.42	2.43	2.44	2.45	3.46	2.47	2.48	3.1
2.45	2.46	2.47	2.48	2.49	2.50	2.51	2.52	2.53	2.54	2.56	2.56	3.2
2.53	2.54	2.55	2.56	2.57	2.58	2.59	2.60	2.61	2.62	2.63	2.64	3.3
2.61	2.62	2.63	2.64	2.65	2.66	2.67	2.68	2.69	2.70	2.71	2.72	3.4
2.68	2.69	2.70	2.72	2.73	2.74	2.75	2.76	2.77	2.78	2.79	2.80	3.5
2.76	2.77	2.78	2.79	2.80	2.81	2.83	2.84	2.85	2.86	2.87	2.88	3.6
2.84	2.85	2.86	2.87	2.88	2.89	2.90	2.92	2.93	2.94	2.95	2.96	3.7
2.91	2.93	2.94	2.95	2.96	2.97	2.98	2.99	3.01	3.02	3.03	3.04	3.8
2.99	3.00	3.01	3.03	3.04	3.05	3.06	3.07	3.09	3.10	3.11	3.12	3.9
3.07	3.08	3.09	3.10	3.12	3.13	3.14	3.15	3.16	3.18	3.19	3.20	4.0
3.14	3.16	3.17	3.18	3.19	3.21	3.22	3.23	3.24	3.26	3.27	3.28	4.1
3.22	3.23	3.25	2.26	3.28	3.29	3.30	3.31	3.32	3.34	3.35	3.36	4.2
4.30	3.31	3.32	3.34	3.35	3.36	3.38	3.39	3.40	3.42	3.43	3.44	4.3
3.37	3.39	3.40	3.41	3.43	3.44	3.45	3.47	3.48	3.49	3.51	3.52	4.4
3.45	3.46	3.48	3.49	3.50	3.52	3.53	3.55	3.56	3.57	3.59	3.60	4.5
3.53	3.54	3.56	3.57	3.58	3.60	3.61	3.62	3.63	3.65	3.67	3.68	4.6
3.60	3.62	3.64	3.65	3.66	3.67	3.69	3.70	3.72	3.73	3.75	3.76	4.7
3.68	3.70	3.71	3.72	3.74	3.75	3.77	3.78	3.80	3.81	3.83	3.84	4.8
3.76	3.77	3.79	3.80	3.82	3.83	3.85	3.86	3.88	3.89	3.91	3.92	4.9
3.83	3.85	3.86	3.88	3.89	3.91	3.92	3.94	3.96	3.97	3.99	4.00	5.0
3.91	3.93	3.94	3.96	3.97	3.99	4.00	4.02	4.03	4.05	4.07	4.08	5.1
3.99	4.00	4.02	4.03	4.05	4.07	4.08	4.10	4.11	4.13	4.15	4.16	5.2
4.06	4.08	4.10	4.11	4.13	4.14	4.16	4.18	4.19	4.21	4.23	4.24	5.3
4.14	4.16	4.17	4.19	4.21	4.22	4.24	4.26	4.27	4.29	4.31	4.32	5.4
4.22	4.23	3.25	4.27	4.28	4.30	4.32	4.33	4.35	4.37	4.39	4.40	5.5
4.29	4.31	4.33	4.34	4.36	4.38	4.40	4.41	4.43	4.45	4.47	4.48	5.6
4.37	4.39	4.40	4.42	4.44	4.46	4.47	4.49	4.51	4.53	4.55	4.56	5.7

MATIÈRES SUCRÉES

Mais il est facile de trouver par l'inversion optique, aussi bien le cristallisable que le raffinose, en employant la formule indiquée par Creydt (1) déduite des expériences directes faites sur des mélanges préparés avec les deux produits, chimiquement purs, en proportions connues.

Ce savant a trouvé que, lorsqu'on fait l'inversion, dans les conditions indiquées plus haut, d'une solution de sucre de canne indiquant + 100° au saccharimètre, la solution invertie indiquera, à la température de 20° C., — 32° 0; une solution de raffinose marquant, avant l'inversion, + 100° au saccharimètre, donnera après l'inversion une déviation à droite de + 50° 7 à la température de 20° C.

Un mélange des deux substances, en proportion définie, et traité de la même manière, devra donc fournir une rotation intermédiaire :

Soit A la rotation par observation directe ;

» B » par inversion et à 20° C. ;

» C la différence de ces deux nombres, l'affaiblissement de la rotation.

On obtiendra la teneur en sucre cristallisable S, et en raffinose R, par les formules (2) :

$$(1) S = \frac{C - 0.493 A}{0.827}$$

$$(2) R = \frac{A - S}{1.57} = 1.017 A - \frac{C}{1.298}$$

Naturellement la détermination, d'après ce calcul, ne s'applique qu'au cas de la seule présence de ces deux substances optiquement actives. Pour les mélanges plus compliqués, le résultat devient d'autant moins approximatif qu'il y a une plus grande quantité d'autres substances actives en présence.

Le procédé Creydt exige beaucoup de précaution, et particulièrement celle de maintenir dans le bain-marie, pendant toute la durée de l'inversion, la température constante de 68° C., ce qui n'est point facile.

M. Lindet propose (3) d'ajouter au liquide acide, porté à l'ébullition, du zinc en poudre, afin de modérer l'action de l'acide sur les deux sucres, de l'arrêter aussitôt l'inversion terminée et de décolorer en même temps le liquide par l'hydrogène naissant. L'inversion se fait à la vapeur du bain-

1. V. Scheibler, Neue Zeitschrift für Zuckerindustrie, t. XIX, p. 71.

2. Elles sont exactes, non seulement pour la température de 20° C., mais aussi pour les températures voisines, comprises entre 15 et 25° C.

3. V. Journal des fabricants de sucre du 4 septembre 1889.

marie, et l'on n'a à se préoccuper ni de la quantité d'acide, ni du temps nécessaire à l'inversion. Voici la manière d'opérer, indiquée par ce savant (1):

On pèse 16 gr. 20 du sucre à essayer, que l'on dissout dans environ 60 à 75 c. cubes d'eau; on ajoute du sous-acétate de plomb, on ramène avec de l'eau au volume de 100 c. cubes, ou agite, on filtre, et on passe au saccharimètre. Nous appellerons A la déviation observée.

Puis on prendra de ce liquide 40 c. cubes et on les placera dans une fiole de 100 c. cubes qui n'a pas besoin d'être graduée. Cette fiole sera suspendue au-dessus de l'eau d'un bain-marie, bien noyée dans la vapeur; on y ajoutera environ 5 grammes de zinc en poudre, et, quand le liquide de la fiole aura pris la température du bain-marie, on y fera tomber 20 c. cubes d'acide chlorhydrique étendu dans son volume d'eau, soit 10 c. cubes d'acide pur. Cette addition devra être faite en un quart d'heure, vingt minutes, à intervalles réguliers, autant que possible, toutes les cinq minutes, par exemple.

Ceci fait, on laissera refroidir la fiole ou on la refroidira artificiellement, on filtrera dans une fiole jaugée à 20 c. cubes, et l'on complètera à ce volume. On refroidira exactement à 20° C, et on passera la solution au saccharimètre, en multipliant par 2,5 la déviation observée, afin d'avoir celle qui aurait été produite par la liqueur normale. En appelant B cette déviation, et C la différence (A-B) des deux polarisations, on trouve les quantités respectives de sucre (S) et de raffinose (R), à l'aide des formules suivantes :

$$(1) S = \frac{C - 0.489 A}{0.810} \qquad (2) R = \frac{A - S}{1.54} \quad (2)$$

M. Scheibler a indiqué (3) une méthode très ingénieuse pour le dosage du raffinose, qui repose sur la grande solubilité de celui-ci dans l'alcool méthylique, alors que le sucre de canne s'y dissout fort peu. MM. Lotmann et Gunning (4) ont étudié cette méthode, à laquelle ils ont apporté quelques modifications.

1. V. même journal du 18 septembre 1889.

2. Le mode opératoire indiqué par M. Lindet est susceptible de bien des modifications qui ne changent pas le principe de la méthode. (Voir *Bulletin de l'Association des Chimistes*, de mai, juin et juillet 1890).

3. V. *Bulletin de l'Association des Chimistes*, t. IV, p. 332-335.

4. *Fresenius, Zeitschrift für anal. Chemie*, t. XXVIII, p. 45-47.

#### D. Causes d'erreurs dans l'analyse commerciale des sucres bruts

Malgré les soins minutieux apportés par les chimistes de commerce dans les essais de sucres bruts, il arrive encore souvent que les résultats trouvés pour le même échantillon par deux chimistes différents, présentent des écarts très sensibles.

Or, l'expérience générale nous a démontré, que les plus grandes différences dans les analyses commerciales des sucres, proviennent notamment des écarts dans les chiffres exprimant le sucre cristallisable. Ces différences sont causées principalement par l'emploi d'instruments et surtout de fioles de 100 c. cubes qui ne sont pas jaugées d'une manière parfaite.

Pour que le titrage de cristallisable soit exact, il est indispensable que le ballon jaugé à 100 c. cubes, que le tube du saccharimètre ayant une longueur de 200 millimètres, ainsi que l'échelle même du saccharimètre, soient gradués de manière à ne pas donner lieu à des différences dépassant un dixième %, l'échelle du saccharimètre étant divisée en mille parties.

Il faut donc que le ballon, dans lequel on opère la dissolution du sucre analysé, soit jaugé à 0.1 de c. cube, ce qu'on ne trouve que rarement. Puis, un ballon ayant un col large, même en étant exactement jaugé, ne permettra pas d'affleurer le trait de jauge à 0,1 c. cube de différence. On jugera facilement combien l'analyse du chimiste le plus habile et le plus consciencieux, peut devenir fautive par l'emploi des ballons de commerce mal jaugés (1). Dans la méthode de la Régie, cette erreur est un peu réduite par l'emploi de ballons ayant 250 c. cubes de capacité.

Le tube du saccharimètre est ordinairement de 20 c. cubes, dont la millième partie sera de 0,2 millimètres. Il faut donc disposer de tubes mesurés à deux 10<sup>es</sup> de millimètres près, mais les chimistes n'ont pas toujours le moyen de vérifier cette mesure, et ils se contentent généralement des indications plus ou moins suffisantes du constructeur. Or, un tube, ayant un 1/2 millimètre de longueur en plus ou en moins, provoquera une différence d'environ 3 % au saccharimètre, laquelle est quelquefois augmentée encore par la faute d'observation qui peut être taxée à 0,2 %. On n'a donc point à s'étonner des différences de 0,50 rencontrées souvent dans les chiffres représentant le sucre cristallisable.

1. La vérification des ballons de 100 centimètres cubes doit être opérée de la manière indiquée plus haut p. 158.

Enfin, la division du saccharimètre employé est-elle toujours la même? On prétend que les saccharimètres français sont tous vérifiés au moyen d'une lame de quartz, ayant exactement 1 millimètre d'épaisseur, laquelle dévie la lumière polarisée du même angle qu'une solution de 16 gr. 20 par 100 c. cubes de sucre chimiquement pur.

Cependant il arrive souvent que des saccharimètres construits par le même opticien ne donnent pas les mêmes résultats, les échelles des deux instruments ne concordant pas ensemble. Il est prudent de ne se rapporter point à l'affirmation du constructeur et de vérifier soi-même l'échelle du saccharimètre, par les moyens indiqués plus haut (p. 118-119).

## X

### Essai de mélasses

On désigne par le nom de *mélasses* les égouts de turbinage des dernières cristallisations ; elles présentent en général une masse liquide épaisse, visqueuse et de couleur très foncée, contenant une certaine quantité de sucre dont la cristallisation est empêchée par la présence de matières salines et organiques en forte proportion. Les mélasses de sucrerie forment la matière première de sucreries et de distilleries ; quelquefois on en extrait du sucre au moyen de l'osmose.

L'analyse industrielle d'une mélasse comprend les dosages suivants :

- (1) Densité ou degré Baumé ;
- (2) Sucre cristallisable ;
- (3) Sucre inverti ;
- (4) Eau ;
- (5) Matières salines, (cendres) et
- (6) Matières organiques.

La nature spéciale des mélasses, c'est-à-dire leur viscosité et leur impureté, rend difficile l'application directe, pour ces dosages, des méthodes employées à l'analyse de sucre brut, et on est obligé de les modifier de la manière que nous allons expliquer.

(1) *Densité ou degré Baumé.* — La viscosité des mélasses ne permet pas l'emploi de la balance hydrostatique et encore moins celui d'un picnomètre. Ordinairement on fait usage d'un aréomètre Baumé qu'on plonge lentement dans une éprouvette contenant la mélasse à essayer et qu'on abandonne à

lui même pendant une heure ou deux ; on observe alors le point de l'échelle qui affleure le niveau de la mélasse, on tient compte de la température de celle-ci qu'il est bon de choisir entre 15° et 25° C., et on corrige les degrés Baumé à l'aide de la table suivante de *Collardeau-Vacher*, afin de les ramener à la température normale de 15° C.

TABLE XXXI

*Indications de l'Aréomètre (pèse mélasse) ramenées à la température de 15° C.*

TEMPÉRATURES centigrades	DEGRÉS OBSERVÉS						
	37°	38°	39°	40°	41°	42°	43°
0. . . . .	36°1	37°1	38°1	39°1	40°1	41°1	42°1
1. . . . .	36.1	37.1	38.1	39.2	40.2	41.2	42.2
2. . . . .	36.2	37.2	38.2	39.2	40.2	41.2	42.2
3. . . . .	36.2	37.2	38.2	39.2	40.3	41.3	42.3
4. . . . .	36.3	37.3	38.3	39.3	40.3	41.3	42.3
5. . . . .	36.3	37.3	38.3	39.3	40.4	41.4	42.4
6. . . . .	36.4	37.4	38.4	38.4	40.4	41.4	42.4
7. . . . .	36.4	37.5	38.4	39.5	40.5	41.5	42.5
8. . . . .	36.5	37.5	38.5	39.5	40.5	41.5	42.5
9. . . . .	36.5	37.6	38.6	39.6	40.6	41.6	42.6
10. . . . .	36.6	37.6	38.7	39.7	40.6	41.6	42.6
11. . . . .	36.7	37.7	38.7	39.7	40.7	41.7	42.7
12. . . . .	36.8	37.8	38.8	39.8	40.8	41.7	42.7
13. . . . .	36.9	37.9	38.9	39.9	40.8	41.8	42.8
14. . . . .	36.9	37.9	38.9	39.9	40.9	41.9	42.9
15. . . . .	37°	38°	39°	40°	41°	42°	43°
16. . . . .	37.0	38.1	39.0	40.0	41.0	42.0	43.0
17. . . . .	37.1	38.1	39.1	40.1	41.1	42.1	43.1
18. . . . .	37.1	38.2	39.2	40.1	41.1	42.2	43.1
19. . . . .	37.2	38.2	39.2	40.2	41.2	42.2	43.2
20. . . . .	37.2	38.3	39.3	40.2	41.3	42.3	43.2
21. . . . .	37.3	38.4	39.4	40.3	41.3	42.3	43.3
22. . . . .	37.3	38.4	39.4	40.4	41.4	42.4	43.4
23. . . . .	37.4	38.5	39.5	40.4	41.4	42.5	43.5
24. . . . .	37.4	38.5	39.5	40.5	41.5	42.5	43.5
25. . . . .	37.5	38.6	38.6	40.5	41.5	42.6	43.6
26. . . . .	37.5	38.6	39.6	40.6	41.6	42.6	43.6
27. . . . .	37.6	38.7	39.7	40.7	41.7	42.7	43.7
28. . . . .	37.6	38.7	39.7	40.7	41.7	42.7	43.7
29. . . . .	37.7	38.8	39.8	40.8	41.8	42.8	43.8
30. . . . .	37.7	38.8	39.8	40.8	41.8	42.8	43.9

Connaissant les degrés Baumé, on trouvera la densité correspondante dans une des tables de concordance que nous avons reproduites dans le chapitre VI.

Cette manière d'opérer ne donne pas toujours la densité exacte, surtout lorsque la mélasse est très épaisse, l'aréomètre ne pouvant flotter librement dans le liquide, à cause de la viscosité. Puis, les mélasses, et surtout les égouts de turbinage, renferment beaucoup d'air qui fausse l'indication aréométrique. On peut cependant remédier à ce dernier inconvénient, en chauffant la mélasse dans un grand vase placé sur un bain-marie en ébullition; l'air s'échappe et remonte à la surface en formant une mousse blanche qu'on enlève avec un écumoir; la mélasse qui reste complètement débarrassée de l'air, est ramenée à la température ambiante et soumise ensuite à l'essai aréométrique.

Pour déterminer la densité des mélasses avec une précision analytique, on fait usage d'une méthode très simple que nous avons indiquée en 1881 <sup>(1)</sup>. Elle a pour principe de mesurer d'une manière particulière, le volume occupé par un poids donné de mélasse. Voici la manière d'opérer :

On commence d'abord par débarrasser la mélasse de l'air qu'elle renferme, en chauffant dans un bain-marie un hectogramme de mélasse environ, contenu dans un vase de Bohême d'environ 150 c. cubes, la méthode à suivre n'exigeant pas beaucoup de matière. Après avoir écumé la mélasse, on la verse toute chaude dans un flacon jaugé de 50 c. cubes, taré d'avance, qu'on remplit jusqu'à un ou deux centimètres au dessous du trait de jauge, en ayant soin de ne pas couler de la mélasse sur les parois intérieures du col, au-dessus du trait de jauge. Ce remplissage se fait d'une manière très simple : on prend un entonnoir B à douille longue et coupée obliquement, on le place dans l'anneau d'un support, disposé au-dessus d'un flacon jaugé A (fig. 43. p. 202), et l'on fait descendre la douille de l'entonnoir B dans le col du flacon A, de manière à ce que son orifice se trouve un peu au-dessous du trait de jauge, marquant 50 c. cubes. On verse la mélasse dans l'entonnoir B, d'où elle descend dans le flacon A ; lorsque le niveau de la mélasse commence à monter dans le col du flacon, la partie sphérique étant remplie, on introduit dans l'entonnoir B une petite baguette C munie d'un bout de tube de caoutchouc, et l'on fait descendre dans l'orifice supérieur de la douille, afin d'arrêter le passage de la mélasse. On enlève l'entonnoir avec précaution

1. V. *Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie*, 1881, p. 192, et dans la plupart des traités de chimie sucrière.

et on place le flacon A dans un bain d'eau fraîche, afin de ramener la mélasse à la température de 15° C., ou à une température voisine.

Après refroidissement complet, on retire le flacon qu'on essuie soigneusement et qu'on pèse. En retranchant du poids brut la tare du flacon, on a le poids de la mélasse. Dans le cas où on se servirait toujours du même flacon, il serait plus pratique de lui faire une tare fixe en plomb, qu'on vérifierait de temps à autre, quoique le poids du flacon vide ne se modifiera guère.

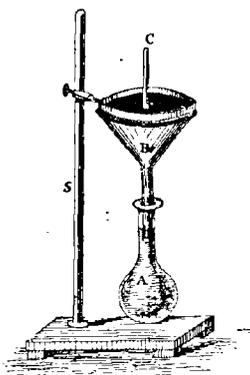


FIG. 43

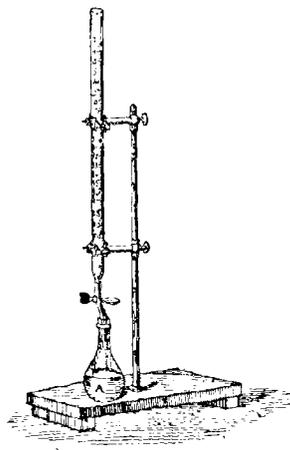


FIG. 44

On place alors le flacon A sous une burette Mohr graduée en centimètres cubes et dixièmes de centimètres cubes, préalablement remplie avec de l'eau de 15° C. ou avec tout autre liquide transparent de même température, et l'on introduit dans le col du flacon le bout effilé de la burette mise au zéro (fig. 44). On ouvre légèrement la pince Mohr et l'on fait couler l'eau dans le flacon très lentement, vers la fin goutte à goutte, jusqu'à ce que le niveau de l'eau vienne affleurer, avec son ménisque inférieur, le trait circulaire marquant 50 c. cubes. On lit sur la burette le volume d'eau usé qu'on retranche de 50, pour avoir le volume occupé par la mélasse. En divisant le poids P de la mélasse par son volume V on obtient la densité  $D = \frac{P}{V}$ .

Exemple :

Poids du flacon avec de la mélasse . . . . .	79 gr. 740
»           »   vide . . . . .	13 » 236
Poids net de la mélasse . . . . .	<hr style="width: 100%; border: 0; border-top: 1px solid black; margin-bottom: 5px;"/> 66 » 504

Pour atteindre le trait de jauge de 50 c. cubes, on a fait couler 2,7 c.

cubes d'eau de la burette graduée ; on a donc  $50,0 - 2,7 = 47,3$  c. cubes de mélasse, pesant 66 gr. 504 ; en divisant 66,504 par 47,3 on obtient

$$\frac{66,504}{47,3} = 1,406,$$

qui est la densité de la mélasse essayée.

Si la densité, ainsi déterminée, a été prise à une température au-dessus ou au-dessous de la normale, on fera la correction nécessaire à l'aide du tableau suivant (1).

TABLE XXXII

*Nombre de grammes à retrancher ou à ajouter au poids du litre de mélasse pour le ramener à 50° C.*

TEMPÉRATURE centigrade	NOMBRE de grammes à retrancher	TEMPÉRATURE centigrade	NOMBRE de grammes à ajouter
0	2.0	16	0.2
1	1.9	17	0.5
2	1.8	18	0.7
3	1.7	19	1.0
4	1.6	20	1.2
5	1.5	21	1.5
6	1.4	22	1.7
7	1.3	23	2.0
8	1.2	24	2.2
9	1.1	25	2.5
10	1.0	26	2.8
11	0.9	27	3.1
12	0.7	28	3.4
13	0.5	29	3.7
14	0.2	30	4.0
15	0.0	»	»

1. Calculé par *Pellet et Biard* (voir *Spénelé*, Agenda du fabricant de sucre, p. 182).

On reconnaîtra aisément que cette manière d'opérer donne des résultats d'une grande précision, si le flacon est bien jaugé, ce qui est facile à vérifier avec de l'eau distillée ; il doit renfermer exactement 49 gr. 904 à 15° C. ou 49 gr. 860 à 20° C.

(2) *Sucre cristallisable*. — Le dosage se fait par l'une des trois méthodes suivantes :

- a) Polarisation directe ;
- b) Inversion optique ;
- et c) Inversion cuivrique.

a) *Polarisation directe*. — Dans une capsule de maillechort (ou de nickel) à bec large (fig. 45), on pèse une quantité de mélasse correspondant à cinq fois la prise d'essai du saccharimètre employé, soit 81 grammes pour les appareils français et 130 gr. 24 pour les instruments allemands. Pour faciliter la pesée de mélasse, on fait usage d'une petite baguette de verre afin d'ajouter ou d'enlever une petite goutte de mélasse selon le besoin. On verse un peu d'eau chaude dans

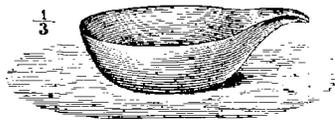


FIG. 45

la capsule en délayant la masse avec une baguette à bout aplati et la mélasse se dissout en partie ; on décante le liquide dans un matras jaugé de 250 c. cubes, en appuyant le bec de la capsule contre l'orifice du matras, afin d'éviter l'intermédiaire d'un entonnoir. On y ajoute de nouveau de l'eau chaude, afin de dissoudre une nouvelle portion de mélasse qu'on verse également dans le matras jaugé et on continue ainsi jusqu'à la dissolution complète de toute la pesée, dont on fait un volume de 200 c. cubes environ ; vers la fin on rince la capsule avec un jet d'eau chaude, et l'on ajoute les eaux de lavage à la solution principale, on agite le tout en imprimant au matras un léger mouvement de rotation, on le ramène à la température ambiante, on achève avec de l'eau distillée froide le volume jaugé, on ferme le matras et on l'agite par retournement, afin de rendre la solution homogène. On mesure ensuite, à l'aide d'une petite fiole jaugée, 50 c. cubes de la solution ainsi préparée, qu'on verse dans une fiole jaugée de 100 c. cubes, on rince la petite fiole avec de l'eau qu'on verse dans la grande fiole, on y ajoute quelques gouttes d'une solution alcoolique de tanin, afin de précipiter quelques matières colorantes, on ajoute ensuite 7 à 8 c. cubes de sous-acétate de plomb, c'est-à-dire le volume strictement nécessaire pour produire le précipité, on complète avec de l'eau le volume de 100 c. cubes, on agite, on filtre

et l'on observe au saccharimètre dans un tube de 20 centimètres de longueur. Les degrés observés expriment directement le tant pour 100 de sucre cristallisable.

Il arrive quelquefois que le liquide filtré est encore trop coloré pour être observé au saccharimètre avec certitude. Dans ce cas on le décolore avec quelques grammes de noir épurant fin, bien sec, épuisé par l'acide chlorhydrique et lavé à grande eau (1), comme l'a conseillé M. Vivien. On introduit le noir dans le liquide filtré, on agite avec une baguette, et on filtre après 15 ou 20 minutes; le liquide filtré est alors assez décoloré pour être examiné au saccharimètre (2).

(b) *Inversion optique.* — Comme il peut arriver que la mélasse analysée contient d'autres matières optiquement actives que le sucre, la polarisation directe ne peut pas indiquer d'une manière certaine la teneur en sucre cristallisable et il faut doser celui-ci par l'*inversion optique*, dont les principes et la marche à suivre ont été indiqués dans le chapitre précédent. Pour cela, on fait d'abord la polarisation directe comme il vient d'être indiqué, et l'on note le résultat. On prend ensuite 50 c. cubes de la solution primitive (3) de mélasse (sans être déféquée au sous-acétate de plomb) qu'on verse dans une fiole de 100 c. cubes; on y ajoute 5 c. cubes d'acide chlorhydrique de 1,185 de densité, on agite et on chauffe à 68° C., pendant 15 minutes en plongeant la fiole dans un bain-marie et en suivant exactement les indications données dans le chapitre précédent. L'inversion achevée on fait l'observation saccharimétrique en tenant compte de la température, on note le résultat qu'on additionne de la polarisation directe, on multiplie par 200 la somme obtenue et on divise le produit par  $(284,8 - t)$ ,  $t$  étant la température en centigrades de l'observation après inversion. Pour éviter les calculs, on consultera la table XXX, reproduite dans le chapitre précédent.

On compare le résultat de l'inversion avec celui de la polarisation directe; une différence qui n'atteint pas 1 % de mélasse indiquera une composition normale, l'absence de matières dextrogyres, et surtout de raffinose.

1. Pour préparer ce noir épurant on fait digérer pendant plusieurs jours, du noir animal neuf dans un grand excès d'acide, le charbon très divisé qui reste est lavé à grande eau d'abord et ensuite à l'eau ammoniacale, séché et calciné à l'abri de l'air. On lui donne le grain d'une poudre de chasse moyenne.

2. L'emploi de noir animal donne lieu à une cause d'erreur par suite de l'absorption par le noir d'un peu de sucre.

3. Quelques chimistes conseillent de faire l'inversion sur la solution déféquée au sous-acétate de plomb, dont on enlève l'excès de plomb au moyen d'un courant d'hydrogène sulfuré. (*Procédé Dupont.*)

Lorsque la différence entre les résultats des deux méthodes serait plus forte, on en conclura de la présence du raffinose, l'expérience ayant démontré que le dextrose et le sucre inverti ne sont nullement modifiés par le chauffage avec de l'acide chlorhydrique dans les conditions de l'analyse.

Dans ce cas, on détermine le sucre cristallisable et le raffinose par la méthode de Creydt, ou par celle de *Lindet*, indiquées dans le chapitre précédent.

c) *Inversion cuivrique*. — On opère sur le restant du liquide ayant servi à l'observation saccharimétrique, c'est-à-dire à la polarisation directe, on y ajoute un peu de sulfate de soude en solution concentrée, afin de précipiter l'excès de plomb; on ajoute de l'eau pour doubler le volume du liquide primitif, l'on agite et l'on filtre; l'on a ainsi une dissolution de 8 gr. 10 ou 13 gr. 02 de mélasse par 100 c. cubes, selon le système du saccharimètre en usage. On prend 50 c. cubes de ce liquide qu'on additionne d'acide chlorhydrique à raison de 1 c. cube par 1 gramme de mélasse, soit 4 ou 6,5 c. cubes selon le saccharimètre employé, on fait bouillir faiblement pendant 15 minutes, on refroidit et l'on sature l'acidité du liquide par une dose correspondante de soude caustique. On ajoute alors de l'eau pour étendre la solution de manière à ce qu'elle contienne environ 1 % de sucre inverti et on le dose immédiatement par la méthode volumétrique de Violette, si le liquide est suffisamment décoloré. Dans le cas contraire on fera le dosage par la méthode de la pesée, en suivant les indications de Meissl, décrites dans le chapitre VII.

Nous préférons faire ce dosage par la liqueur Soldaini, en suivant la nouvelle méthode volumétrique que nous avons indiquée à sa place respective.

On dose le sucre inverti qu'on multiplie par 0,95 pour avoir celui du sucre cristallisable.

Cette méthode ne peut donner des résultats exacts qu'à condition que la mélasse essayée ne renferme aucune matière réduisant le cuivre, ce qui n'est pas le cas général. Dans tout autre cas, on dose le sucre inverti en double, c'est-à-dire avant et après l'inversion, en suivant la méthode de la pesée, on retranche la quantité de cuivre obtenue avant l'inversion et on a par différence la quantité de cuivre réduite par le cristallisable après inversion.

Dans les trois méthodes que nous venons de décrire, il y a une cause d'erreur commune: celle qui résulte du volume occupé par le précipité plom-

bique. La correction est dans ces dosages, de 0,60 à 0,65 %, qu'il faut retrancher du titre saccharin de la mélasse (1).

(3) *Sucre inversi*. — On fait ce dosage sur le liquide déféqué au sous-acétate de plomb, résultant de l'observation saccharimétrique, qu'on traite de la manière indiquée à l'inversion cuivrique, c'est-à-dire qu'on le débarrasse de son excès de plomb, on l'étend dans une certaine proportion, déterminée par un essai préliminaire avec le liquide primitif, et l'on traite avec la liqueur Fehling, en suivant une des méthodes que nous venons d'indiquer.

(4) *Eau*. — On fait ce dosage sur 5 c. cubes de la solution primitive de la mélasse, représentant 1 gr. 62 ou 2 gr. 60 de mélasse, qu'on introduit dans une capsule de porcelaine contenant une vingtaine de grammes de sable pur, lavé à l'acide chlorhydrique et à grande eau et calciné ensuite, et l'on porte la capsule à l'étuve chauffée à 105° C. La dessiccation est très longue, même à l'aide du sable, qui augmente considérablement la surface. On peut l'accélérer un peu en faisant la dessiccation dans l'étuve décrite plus haut (fig. 38, p. 168) fonctionnant avec le vide.

On peut cependant faire ce dosage dans très peu de temps et sans l'emploi de sable, en suivant la méthode proposée par M. Courtonne, qui a construit un appareil spécial pour ces sortes de dosages (fig. 46).

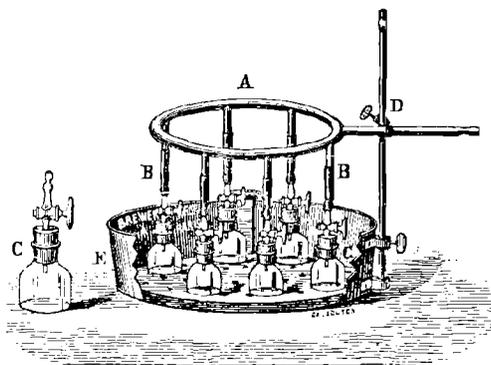


FIG. 46

Cet appareil se compose d'un tube de laiton A, ayant la forme d'une raquette, dont l'extrémité se raccorde avec une trompe quelconque ou avec

1. Il y a encore une méthode de dosage du sucre cristallisable par la fermentation et détermination de l'alcool obtenue; mais elle n'est pas encore assez étudiée pour qu'on puisse la recommander sans réserves.

une tubulure piquée sur la tuyauterie d'aspiration d'une pompe à air, et dont la partie circulaire est garnie de six ajustages B reliés chacun au moyen d'un caoutchouc avec la douille du robinet de verre qui traverse le bouchon de caoutchouc ou de liège des flacons C, dans lesquels on pèse la matière à dessécher. Dans le cas d'une dessiccation à haute température, on remplace le bouchon en caoutchouc par un bouchon en liège.

L'ensemble, maintenu par une pince, peut glisser à volonté le long d'un support vertical D auquel il est fixé par une vis de pression, ce qui permet de plonger les flacons dans l'eau du bain-marie E, et de les retirer très facilement, la dessiccation une fois achevée. Ce bain-marie porte à 1 centimètre du fond une plaque perforée destinée à recevoir les flacons et à empêcher les soubresauts quand on opère à la température de l'ébullition.

Pour doser l'eau dans une mélasse, on mesure avec une pipette 5 c. cubes de la solution primitive de mélasse (= 1 gr, 62 ou 2 gr, 60, selon le saccharimètre en usage), qu'on verse dans le flacon, taré seul ou avec un bouchon plein en verre; puis, le second raccord étant fait avec l'ajustage, on le plonge, *son robinet étant ouvert*, dans l'eau du bain-marie, dont on porte la température à 75 ou 80° C. Après quelques minutes, on ouvre le robinet d'aspiration. Sous l'action du vide, la mélasse se boursofle; mais ce boursoffement même est favorable à la dessiccation. En effet, la mélasse s'exhalant sur les parois du petit flacon, sur une très faible épaisseur, ou occupant même toute la capacité du flacon, présente une surface d'évaporation telle qu'en *une demi-heure, au maximum*, l'opération est achevée. En la faisant durer *une heure*, on ne trouve pas un écart d'*un milligramme* entre les deux pesées.

La différence avec le poids primitif de mélasse contenue dans les 5 c. cubes de solution, indique la quantité d'eau qu'on établit ensuite % de mélasse.

Le même appareil peut servir pour doser l'eau dans n'importe quel produit de nature organique, qu'on peut ramener en solution aqueuse.

Quand on a à doser l'eau dans des liqueurs très étendues, dans le jus de betteraves, par exemple, il faut, avant de faire le raccord du flacon avec le tube de laiton, évaporer la liqueur (au bain-marie, à l'étuve ou sur le bain de sable) jusqu'à consistance sirupeuse pour éviter les entraînements que produirait dans le vide une ébullition trop vive.

Si l'on n'a qu'un dosage à faire, on peut serrer les tubes de caoutchouc des cinq autres ajustages au moyen de pinces de Mohr, ou remplacer les ro-

binets par des baguettes en verre, afin d'empêcher l'air de rentrer dans l'appareil par les ajustages mal employés.

(5) *Matières salines ou cendres.* — On opère sur 5 c. cubes de la solution primitive de mélasse, qu'on traite de la manière indiquée au dosage des cendres dans les sucres par la méthode de la Régie. Les cendres pesées sont multipliées par 0,9 et transformées en tant % de mélasse.

(6) La somme de dosages effectués, retranchée de 100, donne les *matières non déterminées*, qu'on désigne souvent par le nom impropre de *matières organiques*.

En divisant le sucre par les matières solides, et en multipliant le résultat par 100, on obtient le *quotient réel de pureté*; en divisant le sucre par les cendres, on obtient le *coefficient salin*. Nous verrons plus loin, dans l'analyse de liquides sucrés et de masses-cuites, les rôles importants attribués à ces coefficients.

(7) Outre les dosages indiqués, on dose aussi l'*alcalinité* de mélasse qu'on exprime en CaO, quoique, en réalité, cette alcalinité est plutôt causée par la potasse et par la soude. Ce dosage est effectué de la manière suivante (méthode Pellet) :

On commence par préparer une solution de tournesol assez concentrée, en faisant bouillir du tournesol en poudre avec de l'eau ordinaire. Le tout est mis dans une éprouvette munie d'un robinet à sa partie inférieure, mais à une certaine hauteur, afin que le dépôt puisse se loger entre le robinet et le fond de l'éprouvette.

Après quelques heures de repos, on décante ainsi facilement sans filtrer la solution limpide du tournesol. Et même, dans une éprouvette ordinaire, la décantation s'opère bien. S'il en est besoin, on filtre la solution décantée. La filtration, dans ce cas, se fait encore assez rapidement; mais elle serait extrêmement lente si on plaçait sur le filtre une partie de la matière insoluble.

La solution limpide et concentrée de tournesol est franchement bleue. On doit la sensibiliser. Pour cela, on divise le volume que l'on a à sa disposition en deux parties. Les  $\frac{3}{4}$  d'un côté, le  $\frac{1}{4}$  de l'autre. Dans la première portion, on verse quelques gouttes d'acide sulfurique étendu, jusqu'à ce que l'on observe une teinte rougeâtre vineuse. On prélève une goutte de liquide avec laquelle on trace une raie sur une assiette en porcelaine.

Si la trace laissée revient au bleu, c'est qu'il n'y a pas assez d'acide; on

continue ainsi l'addition de l'acide jusqu'à ce que la raie tracée sur l'assiette de porcelaine reste rougeâtre, non un rouge pelure d'oignon, mais un *rouge vineux*. C'est ce que M. Houzeau appelle le *rouge vineux stable*, et dont il s'est servi pour la préparation de ses papiers azotométriques à base de tournesol et d'iodure de potassium.

Le 1/4 mis en réserve ne sert que dans le cas où l'on a dépassé la teinte pelure d'oignon. On ramène au bleu par l'addition de quelques c. cubes de la solution primitive de tournesol, et l'on opère de nouveau l'acidification jusqu'au point voulu.

On prépare, avec cette liqueur de tournesol vineux stable, du papier sensible aux acides et aux alcalis.

Pour cela, on choisit du *papier collé*, bien lavé, exempt d'acidité ou d'alcalinité. Mais, en général, les mauvais papiers sont toujours acides.

On s'assure de la neutralité du papier en passant une couche de tournesol vineux stable sur un des côtés d'une feuille, et on le laisse sécher. On reconnaît, avec un peu d'habitude, si la teinte change et si elle passe au rouge d'oignon. Lorsqu'on a un papier de qualité désirée, on applique au pinceau sur l'autre côté d'une feuille, la solution du tournesol, et on porte à sécher dans un endroit où il n'y a pas de vapeurs acides ou alcalines, ce qui est encore difficile à trouver dans de certaines usines.

Après complète dessiccation, on découpe le papier en bandes longues de 8 à 10 centimètres sur 12 à 15 millimètres de largeur. On renferme ce papier dans des flacons bouchés pour éviter qu'il ne s'altère par les vapeurs du laboratoire.

Pour se servir du papier, on procède ainsi :

*Détermination du titre alcalin.* — Soit une mélasse à essayer. Prendre 20 grammes dans un volume total de 200 c. cubes, compléter avec de l'eau distillée. La liqueur est fortement colorée, et, si l'on voulait titrer par changement du tournesol mis dans le liquide, on ne parviendrait nullement à saisir le changement de teinte.

Alors on met dans une burette une liqueur acide dont 10 c. cubes = 01 de chaux (1); on verse ensuite 2 à 3 gouttes de cette liqueur titrée dans les 200 c. cubes contenant les 20 grammes de mélasse, et, à l'aide de l'agita-

1. Pour préparer rapidement cette liqueur il suffira de mélanger 35,7 centimètres cubes d'acide sulfurique normal (49 gr. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) par litre) avec assez d'eau pour faire un litre de liquide, dont 1 c. cube correspondra alors à 0 gr. 001 C a O. (Voir plus loin, chap. XI.)

teur, on place une première goutte sur la bande de papier rouge vineux stable. On inscrit le nombre lu sur la burette, 0.2 c. cub. par exemple. Puis, on continue l'addition de la solution titrée, 2 ou 3 gouttes; on place une 2<sup>e</sup> goutte sur le papier, et on inscrit encore le chiffre 0.4 c. cub., par exemple. On procède ainsi encore une, deux, trois, quatre ou cinq fois, et plus même, jusqu'à ce qu'on ait facilement reconnu que la liqueur est franchement alcaline. On forme ainsi le tableau ci-après :

Acide. . . . .	1 <sup>re</sup> goutte. . . . .	0 <sup>cc</sup> ,2
Acide. . . . .	2 <sup>e</sup> » . . . . .	0 <sup>cc</sup> ,4
Acide. . . . .	3 <sup>e</sup> » . . . . .	0 <sup>cc</sup> ,5
Acide. . . . .	4 <sup>e</sup> » . . . . .	0 <sup>cc</sup> ,7
Douteux. . . . .	5 <sup>e</sup> » . . . . .	0 <sup>cc</sup> ,8
Alcalin . . . . .	6 <sup>e</sup> » . . . . .	1 <sup>cc</sup> ,0
Alcalin . . . . .	7 <sup>e</sup> » . . . . .	1 <sup>cc</sup> ,1
Alcalin . . . . .	8 <sup>e</sup> » . . . . .	1 <sup>cc</sup> ,3

On a mis ainsi les nombres de centimètres cubes ajoutés correspondant à chaque addition.

En inclinant le papier, et en le secouant avec précaution, on fait écouler l'excès du liquide coloré qui marque la coloration du papier de tournesol, et l'on aperçoit alors une série de taches, les unes rouges et les autres bleues; mais il y a un point intermédiaire correspondant sensiblement à la neutralité. En regard, est inscrit le nombre de c. cubes de liqueur alcaline employée.

Pour le cas que nous venons de citer, le point serait : 0.8 c. cubes.

(8) Le dosage de la *chaux totale* (qu'il est recommandable de faire souvent) s'opère sur 10 c. cubes de la liqueur primitive (= 1 gr. matière), qu'on titre avec une solution alcoolique de savon, à l'aide de petites burettes hydrotimétriques. Il est bon de vérifier souvent le titre de la liqueur de savon au moyen de l'eau de chaux titrée alcalimétriquement et d'exprimer le titre en milligrammes ou 1/10 mg. de chaux vive (CaO). Nous reviendrons sur ce sujet dans le chapitre suivant.

## XI.

### Analyse de liquides sucrés.

(JUS DE BETTERAVES, VESOU, JUS DE DIFFUSION, JUS CARBONATÉ, JUS CONCENTRÉ, SIROP OSMOSÉ ET EAUX D'EXOSMOSE).

L'analyse des jus et sirops au cours de la fabrication, ayant pour but principal de guider le fabricant dans la direction et la surveillance des opérations industrielles, on se borne généralement aux dosages des matières principales, dont on déduit certains coefficients permettant la comparaison entre eux des produits de concentrations différentes. Ces dosages comprennent *la totalité de matières solides en dissolution, le sucre cristallisable, le sucre inverti et les cendres*. Dans les jus défectueux, on dose également le *titre d'alcalinité* et la *chaux totale*.

Ces dosages peuvent être exprimés de deux manières différentes :

(a) Soit qu'on les rapporte au poids du liquide essayé, en exprimant les résultats en tant pour 100 grammes de liquide, tout à fait comme s'il s'agissait d'une matière solide ;

(b) Soit qu'on les exprime en tant % de volume du liquide essayé, c'est-à-dire en grammes par 100 c. cubes (ou en kilogrammes par hectolitre) de jus ou de sirop soumis à l'analyse.

La première méthode est en usage à l'étranger ; en France, on préfère la seconde, et l'on rapporte tous les dosages *au volume du jus* dont la quantité est généralement exprimée en hectolitres. Connaissant la densité du jus essayé, il est facile de traduire les tant % de volume en tant % de poids, en divisant les premiers par la densité.

Néanmoins, ces façons d'exprimer les résultats analytiques donnent lieu à deux manières différentes d'effectuer les dosages ; nous allons les décrire séparément.

Quel que soit le liquide soumis à l'épreuve, il faut le ramener d'abord à la température normale pour laquelle sont jangés les instruments en usage, ou, du moins, à une température très voisine de la normale, afin d'éviter les inconvénients de grandes corrections. Le plus simple est de laisser séjourner au laboratoire les jus et sirops jusqu'à ce qu'ils descendent à la température ambiante.

### A. Analyse % du jus en poids.

(1) *Matières dissoutes.* — Il est rare qu'on ait besoin de doser les *matières dissoutes réelles* qu'on ne peut obtenir qu'en dosant l'eau d'après une des méthodes décrites plus loin; on se contente généralement de doser indirectement les matières dissoutes, en déterminant la densité du liquide et en recherchant, dans une des tables de concordance (chapitre VI) la quantité de sucre correspondant qu'on prend pour les matières dissoutes dans les jus impurs, en supposant que le sucre et les matières étrangères exercent une égale influence sur la densité du liquide. Soit, par exemple, un jus pesant 1,040 de densité à la température de 17°5 C., ce qui correspond à la densité d'une solution de sucre pur de 10 %; comme le jus donné étant impur, et la densité ne provenant pas uniquement du sucre qu'il renferme, mais de l'ensemble des matières qu'il tient en dissolution, on dit simplement que le jus examiné contient 10 % de matières dissoutes.

Cette hypothèse est loin d'être exacte, et les expériences ont même démontré que les liquides sucrés au cours de la fabrication contiennent souvent des matières salines dont l'influence sur la densité est bien supérieure à celle du sucre de canne. Néanmoins, les *matières dissoutes*, déduites de la densité, qu'on désigne par la qualification *apparentes*, offrent un renseignement précieux pour le contrôle de la fabrication, ce que nous allons voir plus loin.

La prise de densité peut être faite d'après l'une ou l'autre des méthodes exposées dans le chapitre VI. Le plus souvent, on fait usage du saccharomètre Balling, indiquant directement, à la température de 17°5 C. les tant % de sucre en poids d'une solution de sucre pur. Il va sans dire qu'on peut remplacer cet instrument par le saccharomètre Dupont, indiquant la même chose à la température de 15° C.; il importe seulement d'opérer à la température pour laquelle l'instrument est jaugeé, ou d'y ramener les indications de ce dernier au moyen des tables de corrections.

L'opération elle-même n'offre pas la moindre difficulté. On verse le liquide dans une éprouvette bien large, et l'on y plonge lentement l'instrument, afin qu'il descende doucement dans le liquide. Dès que le flotteur a pris sa position normale et fixe, on observe le point de l'instrument affleurant le niveau

du liquide et formant avec celui-ci une ligne droite (1), et l'on note l'indication de l'instrument. Pour bien observer ce point, il est recommandable de fixer l'œil, dans une direction horizontale, vers le niveau du liquide, et d'éviter toute observation du haut en bas qui conduirait à des erreurs. En même temps, on observe la température du liquide, en y plongeant un thermomètre. Le saccharomètre Balling, en usage dans les laboratoires, renferme aussi un thermomètre dont l'échelle est placée sur la tige, à gauche de l'échelle saccharométrique, permettant l'observation simultanée du degré saccharométrique et de la température. Si cette dernière n'est pas la normale, on corrige les *degrés Balling* à l'aide de la table de correction XVI (p. 76), afin de les ramener à la température normale. Ces degrés Balling expriment directement les *matières dissoutes apparentes*.

Beaucoup de chimistes préfèrent l'emploi de la balance hydrostatique à celui de l'aéromètre ou saccharomètre, parce que la balance n'exige qu'une petite quantité de liquide, qu'il est facile de ramener, par l'immersion dans l'eau froide, à la température normale. Dans ce cas, on note la densité observée, et l'on recherche dans la table de concordance le titre saccharin d'une solution de sucre pur de même densité, qu'on inscrit comme *matières dissoutes apparentes*.

(2) *Sucre cristallisable*. — Bien qu'on peut doser le sucre contenu dans un liquide de la même manière que dans une matière solide, c'est-à-dire *en pesant* la prise d'essai du saccharimètre et en ramenant, avec du sous-acétate de plomb et de l'eau, au volume de 100 c. cubes, filtrer et observer au saccharimètre les tant % de sucre, on préfère cependant opérer d'une autre manière plus rapide et plus exacte. On prend une fiole jaugée portant sur son col deux traits (fig. 47), l'un marquant 100 et l'autre 110 c. cubes; on remplit jusqu'au premier trait avec du jus soumis à l'épreuve, et l'on y ajoute du sous-acétate de plomb jusqu'au second trait, soit 10 c. cubes de réactif plombique pour 100 c. cubes de jus (2); on agite vivement, on filtre et l'on observe le liquide filtré dans un tube de 200 millimètres. Le liquide filtré doit

1. Le liquide remonte ordinairement, par le fait de la capillarité, le long de la tige du flotteur et d'autant plus haut que la tige est plus fine. Il ne faut point s'occuper de la hauteur de ce ménisque: il importe seulement d'observer le point concordant avec la surface du liquide.

2. Il arrive souvent qu'on prend moins de sous-acétate de plomb et qu'on ajoute de l'eau pour affleurer le trait marquant 110 centimètres cubes; cela dépend de la pureté du jus.

rester bien limpide; s'il se trouble au bout de quelques instants, par suite d'un excès de plomb, on ajoute au liquide une goutte d'acide acétique concentré, et le liquide reprend aussitôt sa limpidité.

Les degrés observés au saccharimètre ne donnent pas les tant % de sucre du liquide essayé, ayant employé, non la prise d'essai du saccharimètre, mais un poids plus grand, soit, densité  $\times 100$  grammes pour 110 c. cubes. Pour avoir les tant pour 100 de liquide, on multiplie d'abord les degrés lus par 1,1, afin de tenir compte de la dilatation du jus avec 10 % de réactif plombique; ensuite on multiplie par la prise d'essai du saccharimètre, et l'on divise le produit par  $100 \times$  densité. Soit, par exemple, qu'on fait usage du saccharimètre Laurent, et qu'on y ait observé 83,4 pour un jus traité de la façon indiquée, la densité du jus étant de 1,065; on aura donc :

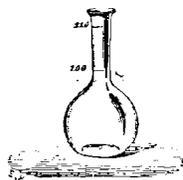


FIG. 47

$$\frac{83,4 \times 1,1 \times 0,162}{1,065} = \frac{14,86188}{1,065} = 13,88 \%$$

Si le jus est bien clair et limpide, tel que le jus de la deuxième carbonatation par exemple, la clarification au sous-acétate de plomb devient inutile et l'on peut remplir directement avec le jus le tube d'observation. Dans ce cas, le calcul devient encore plus simple; on multiplie les degrés observés par la prise d'essai du saccharimètre et l'on divise le produit par la densité multipliée par 100.

Pour éviter tant de calculs on a établi à cet effet des tables qui sont d'un usage très commode. Les tables pour les instruments français, que nous avons publiées en 1885 avec la collaboration de M. Dupont, sont au nombre de deux, l'une pour les jus non dilués, c'est-à-dire non clarifiés au sous-acétate de plomb, et l'autre pour les jus clarifiés avec 10 % de sous-acétate de plomb. Dans ces tables les degrés lus au saccharimètre sont placés dans les colonnes verticales, à droite et à gauche des tables; ces colonnes renferment tous les nombres de 1 à 10° et de 10 à 100° avec des intervalles de 10°. Les degrés observés forment ainsi les extrémités des colonnes horizontales, dans lesquelles se trouvent les valeurs correspondantes, qui expriment les tant pour 100 de liquides analysés. A gauche se trouve d'abord une large colonne pour le *sucre en volume* et à la suite viennent les colonnes pour le *sucre en poids*, placées dans l'ordre des densités des solutions, depuis 3° jusqu'à 8° de densité, avec des intervalles de 0.25, qui sont tous calculés pour 15° C. Le sommet





**TABLES DE POLARISATION (pour les saccharimètres allemands)**

**TABLE XXXV (sans sous-acétate de plomb)**

Degrés lus au saccharimètre	Degrés Brix de la solution et Poids spécifiques correspondants.																Degrés lus au saccharimètre																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																					
	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																						
1,0197	1,0237	1,0278	1,0319	1,0360	1,0401	1,0442	1,0484	1,0526	1,0568	1,0610	1,0652	1,0694	1,0736	1,0778	1,0820	1,0862	18	18,50	1,0904	1,0946	1,0988	1,1030	1,1072	1,1114	1,1156	1,1198	1,1240	1,1282	1,1324	1,1366	1,1408	1,1450	1,1492	1,1534	1,1576	1,1618	1,1660	1,1702	1,1744	1,1786	1,1828	1,1870	1,1912	1,1954	1,1996	1,2038	1,2080	1,2122	1,2164	1,2206	1,2248	1,2290	1,2332	1,2374	1,2416	1,2458	1,2500	1,2542	1,2584	1,2626	1,2668	1,2710	1,2752	1,2794	1,2836	1,2878	1,2920	1,2962	1,3004	1,3046	1,3088	1,3130	1,3172	1,3214	1,3256	1,3298	1,3340	1,3382	1,3424	1,3466	1,3508	1,3550	1,3592	1,3634	1,3676	1,3718	1,3760	1,3802	1,3844	1,3886	1,3928	1,3970	1,4012	1,4054	1,4096	1,4138	1,4180	1,4222	1,4264	1,4306	1,4348	1,4390	1,4432	1,4474	1,4516	1,4558	1,4600	1,4642	1,4684	1,4726	1,4768	1,4810	1,4852	1,4894	1,4936	1,4978	1,5020	1,5062	1,5104	1,5146	1,5188	1,5230	1,5272	1,5314	1,5356	1,5398	1,5440	1,5482	1,5524	1,5566	1,5608	1,5650	1,5692	1,5734	1,5776	1,5818	1,5860	1,5902	1,5944	1,5986	1,6028	1,6070	1,6112	1,6154	1,6196	1,6238	1,6280	1,6322	1,6364	1,6406	1,6448	1,6490	1,6532	1,6574	1,6616	1,6658	1,6700	1,6742	1,6784	1,6826	1,6868	1,6910	1,6952	1,6994	1,7036	1,7078	1,7120	1,7162	1,7204	1,7246	1,7288	1,7330	1,7372	1,7414	1,7456	1,7498	1,7540	1,7582	1,7624	1,7666	1,7708	1,7750	1,7792	1,7834	1,7876	1,7918	1,7960	1,8002	1,8044	1,8086	1,8128	1,8170	1,8212	1,8254	1,8296	1,8338	1,8380	1,8422	1,8464	1,8506	1,8548	1,8590	1,8632	1,8674	1,8716	1,8758	1,8800	1,8842	1,8884	1,8926	1,8968	1,9010	1,9052	1,9094	1,9136	1,9178	1,9220	1,9262	1,9304	1,9346	1,9388	1,9430	1,9472	1,9514	1,9556	1,9598	1,9640	1,9682	1,9724	1,9766	1,9808	1,9850	1,9892	1,9934	1,9976	2,0018	2,0060	2,0102	2,0144	2,0186	2,0228	2,0270	2,0312	2,0354	2,0396	2,0438	2,0480	2,0522	2,0564	2,0606	2,0648	2,0690	2,0732	2,0774	2,0816	2,0858	2,0900	2,0942	2,0984	2,1026	2,1068	2,1110	2,1152	2,1194	2,1236	2,1278	2,1320	2,1362	2,1404	2,1446	2,1488	2,1530	2,1572	2,1614	2,1656	2,1698	2,1740	2,1782	2,1824	2,1866	2,1908	2,1950	2,1992	2,2034	2,2076	2,2118	2,2160	2,2202	2,2244	2,2286	2,2328	2,2370	2,2412	2,2454	2,2496	2,2538	2,2580	2,2622	2,2664	2,2706	2,2748	2,2790	2,2832	2,2874	2,2916	2,2958	2,3000	2,3042	2,3084	2,3126	2,3168	2,3210	2,3252	2,3294	2,3336	2,3378	2,3420	2,3462	2,3504	2,3546	2,3588	2,3630	2,3672	2,3714	2,3756	2,3798	2,3840	2,3882	2,3924	2,3966	2,4008	2,4050	2,4092	2,4134	2,4176	2,4218	2,4260	2,4302	2,4344	2,4386	2,4428	2,4470	2,4512	2,4554	2,4596	2,4638	2,4680	2,4722	2,4764	2,4806	2,4848	2,4890	2,4932	2,4974	2,5016	2,5058	2,5100	2,5142	2,5184	2,5226	2,5268	2,5310	2,5352	2,5394	2,5436	2,5478	2,5520	2,5562	2,5604	2,5646	2,5688	2,5730	2,5772	2,5814	2,5856	2,5898	2,5940	2,5982	2,6024	2,6066	2,6108	2,6150	2,6192	2,6234	2,6276	2,6318	2,6360	2,6402	2,6444	2,6486	2,6528	2,6570	2,6612	2,6654	2,6696	2,6738	2,6780	2,6822	2,6864	2,6906	2,6948	2,6990	2,7032	2,7074	2,7116	2,7158	2,7200	2,7242	2,7284	2,7326	2,7368	2,7410	2,7452	2,7494	2,7536	2,7578	2,7620	2,7662	2,7704	2,7746	2,7788	2,7830	2,7872	2,7914	2,7956	2,7998	2,8040	2,8082	2,8124	2,8166	2,8208	2,8250	2,8292	2,8334	2,8376	2,8418	2,8460	2,8502	2,8544	2,8586	2,8628	2,8670	2,8712	2,8754	2,8796	2,8838	2,8880	2,8922	2,8964	2,9006	2,9048	2,9090	2,9132	2,9174	2,9216	2,9258	2,9300	2,9342	2,9384	2,9426	2,9468	2,9510	2,9552	2,9594	2,9636	2,9678	2,9720	2,9762	2,9804	2,9846	2,9888	2,9930	2,9972	3,0014	3,0056	3,0098	3,0140	3,0182	3,0224	3,0266	3,0308	3,0350	3,0392	3,0434	3,0476	3,0518	3,0560	3,0602	3,0644	3,0686	3,0728	3,0770	3,0812	3,0854	3,0896	3,0938	3,0980	3,1022	3,1064	3,1106	3,1148	3,1190	3,1232	3,1274	3,1316	3,1358	3,1400	3,1442	3,1484	3,1526	3,1568	3,1610	3,1652	3,1694	3,1736	3,1778	3,1820	3,1862	3,1904	3,1946	3,1988	3,2030	3,2072	3,2114	3,2156	3,2198	3,2240	3,2282	3,2324	3,2366	3,2408	3,2450	3,2492	3,2534	3,2576	3,2618	3,2660	3,2702	3,2744	3,2786	3,2828	3,2870	3,2912	3,2954	3,2996	3,3038	3,3080	3,3122	3,3164	3,3206	3,3248	3,3290	3,3332	3,3374	3,3416	3,3458	3,3500	3,3542	3,3584	3,3626	3,3668	3,3710	3,3752	3,3794	3,3836	3,3878	3,3920	3,3962	3,4004	3,4046	3,4088	3,4130	3,4172	3,4214	3,4256	3,4298	3,4340	3,4382	3,4424	3,4466	3,4508	3,4550	3,4592	3,4634	3,4676	3,4718	3,4760	3,4802	3,4844	3,4886	3,4928	3,4970	3,5012	3,5054	3,5096	3,5138	3,5180	3,5222	3,5264	3,5306	3,5348	3,5390	3,5432	3,5474	3,5516	3,5558	3,5600	3,5642	3,5684	3,5726	3,5768	3,5810	3,5852	3,5894	3,5936	3,5978	3,6020	3,6062	3,6104	3,6146	3,6188	3,6230	3,6272	3,6314	3,6356	3,6398	3,6440	3,6482	3,6524	3,6566	3,6608	3,6650	3,6692	3,6734	3,6776	3,6818	3,6860	3,6902	3,6944	3,6986	3,7028	3,7070	3,7112	3,7154	3,7196	3,7238	3,7280	3,7322	3,7364	3,7406	3,7448	3,7490	3,7532	3,7574	3,7616	3,7658	3,7700	3,7742	3,7784	3,7826	3,7868	3,7910	3,7952	3,7994	3,8036	3,8078	3,8120	3,8162	3,8204	3,8246	3,8288	3,8330	3,8372	3,8414	3,8456	3,8498	3,8540	3,8582	3,8624	3,8666	3,8708	3,8750	3,8792	3,8834	3,8876	3,8918	3,8960	3,9002	3,9044	3,9086	3,9128	3,9170	3,9212	3,9254	3,9296	3,9338	3,9380	3,9422	3,9464	3,9506	3,9548	3,9590	3,9632	3,9674	3,9716	3,9758	3,9800	3,9842	3,9884	3,9926	3,9968	4,0010	4,0052	4,0094	4,0136	4,0178	4,0220	4,0262	4,0304	4,0346	4,0388	4,0430	4,0472	4,0514	4,0556	4,0598	4,0640	4,0682	4,0724	4,0766	4,0808	4,0850	4,0892	4,0934	4,0976	4,1018	4,1060	4,1102	4,1144	4,1186	4,1228	4,1270	4,1312	4,1354	4,1396	4,1438	4,1480	4,1522	4,1564	4,1606	4,1648	4,1690	4,1732	4,1774	4,1816	4,1858	4,1900	4,1942	4,1984	4,2026	4,2068	4,2110	4,2152	4,2194	4,2236	4,2278	4,2320	4,2362	4,2404	4,2446	4,2488	4,2530	4,2572	4,2614	4,2656	4,2698	4,2740	4,2782	4,2824	4,2866	4,2908	4,2950	4,2992	4,3034	4,3076	4,3118	4,3160	4,3202	4,3244	4,3286	4,3328	4,3370	4,3412	4,3454	4,3496	4,3538	4,3580	4,3622	4,3664	4,3706	4,3748	4,3790	4,3832	4,3874	4,3916	4,3958	4,4000	4,4042	4,4084	4,4126	4,4168	4,4210	4,4252	4,4294	4,4336	4,4378	4,4420	4,4462	4,4504	4,4546	4,4588	4,4630	4,4672	4,4714	4,4756	4,4798	4,4840	4,4882	4,4924	4,4966	4,5008	4,5050	4,5092	4,5134	4,5176	4,5218	4,5260	4,5302	4,5344	4,5386	4,5428	4,5470	4,5512	4,5554	4,5596	4,5638	4,5680	4,5722	4,5764	4,5806	4,5848	4,5890	4,5932	4,5974	4,6016	4,6058	4,6100	4,6142	4,6184	4,6226	4,6268	4,6310	4,6352	4,6394	4,6436	4,6478	4,6520	4,6562	4,6604	4,6646	4,6688	4,6730	4,6772	4,6814	4,6856	4,6898	4,6940	4,6982	4,7024	4,7066	4,7108	4,7150	4,7192	4,7234	4,7276	4,7318	4,7360	4,7402	4,7444	4,7486	4,7528	4,7570	4,7612	4,7654	4,7696	4,7738	4,7780	4,7822	4,7864	4,7906	4,7948	4,7990	4,8032	4,8074	4,8116	4,8158	4,8200	4,8242	4,8284	4,8326	4,8368	4,8410	4,8452	4,8494	4,8536	4,8578	4,8620	4,8662	4,8704	4,8746	4,8788	4,8830	4,8872	4,8914	4,8956	4,8998	4,9040	4,9082	4,9124	4,9166	4,9208	4,9250	4,9292	4,9334	4,9376	4,9418	4,9460	4,9502	4,9544	4,9586	4,9628	4,9670	4,9712	4,9754	4,9796	4,9838	4,9880	4,9922	4,9964	5,0006	5,0048	5,0090	5,0132	5,0174	5,0216	5,0258	5,0300	5,0342	5,0384	5,0426	5,0468	5,0510	5,0552	5,0594	5,0636	5,0678	5,0720	5,0762	5,0804	5,0846	5,0888	5,0930	5,0972	5,1014	5,1056	5,1098	5,1140	5,1182	5,1224	5,1266	5,1308	5,1350	5,1392	5,1434	5,1476	5,1518	5,1560	5,1602	5,1644	5,1686	5,1728	5,1770	5,1812	5,1854	5,1896	5,1938	5,1980	5,2022	5,2064	5,2106	5,2148	5,2190	5,2232	5,2274	5,2316	5,2358	5,2400	5,2442	5,2484	5,2526	5,2568	5,2610	5,2652	5,2694	5,2736	5,2778	5,2820	5,2862	5,2904	5,2946	5,2988	5,3030	5,3072	5,3114	5,3156	5,3198	5,3240	5,3282	5,3324	5,3366	5,3408	5,3450	5,3492	5,3534	5,3576	5,3618	5,3660	5,3702	5,3744	5,3786	5,3828	5,3870	5,3912	5,3954	5,3996	5,4038	5,4080	5,4122	5,4164	5,4206	5,4248	5,4290	5,4332	5,4374	5,4416	5,4458	5,4500	5,4542	5,4584	5,4626	5,4668	5,4710	5,4752	5,4794	5,4836	5,4878	5,4920	5,4962	5,5004	5,5046	5,5088	5,5130	5,5172	5,5214	5,5256	5,5298	5,5340	5,5382	5,5424	5,5466	5,5508	5,5550	5,5592	5,5634	5,5676	5,5718	5,5760	5,5802	5,5844	5,5886	5,5928	5,5970	5,6012	5,60



de chaque colonne porte, outre la densité, les *degrés Vivien ou matières dissoutes % c. cubes et les degrés Dupont ou matières dissoutes % gr. de jus*. Les dixièmes de division et leurs valeurs ne variant plus, sont placés dans une petite table particulière intercalée dans la grande. Pour bien faire comprendre la manière de se servir de cette table, donnons un exemple : 100 c. cubes d'un jus sucré d'une densité de 5°25 correspondant à 13°25 Dupont, ont été additionnés de 10 c. cubes de sous-acétate de plomb, filtrés et polarisés. On a trouvé 73°8 au saccharimètre Laurent. Dans la colonne correspondante à la densité de 5°25, on trouvera :

$$\begin{array}{r} 70 = 11.84 \\ 3 = 0.51 \\ 0.8 = \underline{0.14} \\ \hline 12.49 \end{array}$$

Le nombre 12 gr. 49 exprime la teneur en sucre pour 100 grammes de liquide analysé.

Pour les saccharimètres allemands, on fera usage des *tables de polarisation* calculées par *Schmitz* (1) qui sont disposées tout à fait comme les tables précédentes, avec la seule différence que les colonnes horizontales sont placées dans l'ordre de degrés Balling, de 5° à 18°5. La manière de s'en servir est exactement la même que celle des tables précédentes.

Elles sont également au nombre de deux, l'une pour les jus non clarifiés et l'autre pour des jus clarifiés avec 10 % de sous-acétate de plomb.

Ce procédé ne convient que pour les jus d'une densité au-dessous de 1.1000 (13° B°) ; pour des jus plus concentrés, c'est-à-dire des sirops, il faut doser le sucre par la méthode pondérale, en pesant le double du poids normal du saccharimètre, qu'on étend avec un peu d'eau et qu'on verse dans une fiole jaugée à 100 c. cubes ; on y ajoute un peu de sous-acétate de plomb et de l'eau en quantité suffisante, de manière à former un volume de 100 c. cubes, on agite, on filtre et l'on observe le liquide au saccharimètre. Ayant employé le double de la prise d'essai, on divisera par 2 les degrés observés pour avoir les tant % grammes de sucre de jus. La quantité de sous-acétate de plomb à employer dans ce cas, peut varier de 0.5 à 3 c. cubes, selon l'impureté du sirop qu'on reconnaît par la couleur.

1. Les tables primitives de *Schmitz* (*V. Zeitschrift für Zuckerindustrie*, septembre 1880), étant plus compliqués, on leur a donné une nouvelle forme, afin de les rendre analogues aux tables de *Sidersky-Dupont*.

M. Spencer, chimiste du Département de l'Agriculture des Etats-Unis d'A-mérique, a imaginé tout récemment un procédé fort ingénieux ayant pour but de supprimer la pesée aux analyses de sirops (1). Ce chimiste se sert d'une pipette spéciale, portant sur sa tige une échelle graduée marquant les degrés Brix de 5 à 20°, ou de 20 à 40° ; cette division est faite de façon à ce que le volume du liquide ainsi mesuré correspond au poids fixe de 48 gr. 60 ou de 52 gr. 096,

TABLE XXXVII  
 Pour le mesurage du jus pour l'essai saccharimétrique.  
 Procédé Spencer

SACCHARIMÈTRES TYPE LAURENT				SACCHARIMÈTRES TYPE WENZKE			
Degrés Brix	Volume de jus égal à 3 fois 16 <sup>gr</sup> 20 = 48 gr. 60	Degrés Brix	Volume de jus égal à 3 fois 16 <sup>gr</sup> 20 = 48 gr. 60	Degrés Brix	Volume de jus égal à 2 fois 26 <sup>gr</sup> 048 = 52 gr. 10	Degrés Brix	Volume de jus égal à 2 fois 26 <sup>gr</sup> 048 = 52 gr. 10
5	47.6	12.7	46.2	5	51.1	12.9	49.5
5.7	47.5	13.3	46.1	5.4	51.0	13.4	49.4
6.3	47.4	13.8	46.0	5.9	50.9	13.9	49.3
6.8	47.3	14.3	45.9	6.4	50.8	14.4	49.2
7.3	47.2	14.8	45.8	6.9	50.7	14.9	49.1
7.8	47.1	15.3	45.7	7.4	50.6	15.4	49.0
8.3	47.0	15.9	45.6	7.9	50.5	15.9	48.9
8.9	46.9	16.4	45.5	8.4	50.4	16.4	48.8
9.5	46.8	17	45.4	8.9	50.3	16.9	48.7
10	46.7	17.5	45.3	9.4	50.2	17.4	48.6
10.5	46.6	18	45.2	9.9	50.1	17.9	48.5
11	46.5	18.6	45.1	10.4	50.0	18.4	48.4
11.6	46.4	19.1	45.0	10.9	49.9	18.9	48.3
12.1	46.3	—	—	11.4	49.8	19.4	48.2
—	—	—	—	11.9	49.7	19.9	48.1
—	—	—	—	12.4	49.6	—	—

1. Spencer, Hand-book for Sugar-Manufacturers, p. 31.

c'est-à-dire le triple du poids normal des saccharimètres français où le double de celui des instruments allemands.

Connaissant les degrés Brix du liquide, on mesure avec la pipette le volume nécessaire de jus, en partant du trait correspondant aux degrés Brix du liquide, et l'on fait couler ce volume de jus dans une fiole jaugée de 100 c. cubes. Ce volume correspond au nombre de centimètres cubes résultant de la division de 52 gr. 096 par la densité correspondant aux degrés Brix. Par une coïncidence bizarre, chaque degré Brix en plus fait diminuer, pour le poids normal de 26.048, le volume de 0.2 c. cubes, de sorte que pour 20° Brix, le volume sera de 48.096 c. cubes, soit 48.1 en chiffre rond.

A défaut d'une pipette spéciale, on peut, pour arriver au même but, faire usage d'une pipette graduée simplement en dixièmes de centimètres cubes, en consultant la table XXXVII (†) qui indique le volume à mesurer pour avoir le triple du poids normal français, 3 fois 16.2 = 48 gr. 60 pour les instruments du type Laurent, ou le double du poids normal allemand, 2 fois 26.048 = 52 g. 10 pour les instruments du type Wenzke. Dans ce cas on divisera par 3 ou par 2 les degrés observés selon le saccharimètre employé.

(3) *Non-sucre*. L'observation saccharimétrique fournit la proportion de sucre, les degrés Brix indiquent la contenance en matières dissoutes totales, tous les deux dans 100 parties de poids du jus ; la *richesse en sucre* est bien *réelle*, mais celles des *matières dissoutes* n'est qu'*apparente* comme nous l'avons expliqué plus haut. Ces matières dissoutes sont composées de sucre et de *matières non sucrées*, qu'on désigne brièvement par *non-sucre* ; on les obtient par la différence entre les matières dissoutes totales et le sucre. Il est évident que la quantité de non sucre ainsi déterminée n'est qu'*apparente*, étant déduite d'un chiffre qui n'est lui-même qu'apparent.

(4) *Quotient de pureté*. La connaissance seule de la proportion de sucre % de jus etc., ne suffit pas pour connaître la valeur de ce dernier et surtout pour le comparer avec un autre jus, provenant d'une autre phase de la fabrication, les deux jus étant de concentration différente. Dans ce but, on établit la *proportion de sucre pour 100 de matières dissoutes totales* et cette proportion est appelée *quotient de pureté*, indiquant combien un jus est impur, c'est-à-dire quelle partie de ses matières dissoutes correspond à des matières non sucrées qu'on cherche à éliminer dans la fabrication et dans le raffinage etc. Soit par exemple un jus marquant 13° au saccharomètre Brix,

1. V. idem, p. 110.

c'est-à-dire contenant 13 % de matières dissoutes apparentes, et 11 % de sucre déterminé au saccharimètre ; d'où  $13 - 11 = 2$  % de non-sucre.

Pour avoir la proportion de sucre pur pour 100 de matières dissoutes, on établit l'équation :

$$11 : 13 = X : 100$$

d'où 
$$X = \frac{11 \times 100}{13} = 84.6$$

On voit qu'on obtient cette proportion en divisant le sucre par les matières dissoutes et en multipliant le résultat par 100. Voilà d'où vient l'expression de *quotient* de pureté.

Comme ce chiffre est basé sur les *matières dissoutes apparentes*, il n'est lui-même qu'*apparent*. Néanmoins, ce *quotient* joue un rôle très important en sucrerie, car il permet de suivre la marche systématique de l'épuration industrielle des jus et des sirops.

Pour éviter les calculs à chaque analyse, un chimiste allemand, M. *Kottmann*, a calculé de la table XXXVIII donnant le quotient de pureté d'un jus dont on connaît le sucre et le non-sucre.

À droite et à gauche de chaque table, on trouvera les tant % de sucre, placés dans deux colonnes verticales, entre lesquelles sont placées les colonnes contenant les puretés, et portant au sommet l'indication du non-sucre.

L'usage de ces tables ne présente aucune difficulté ; on trouve le quotient de pureté dans le point d'intersection de la colonne horizontale, qui porte à ses extrémités le *sucre*, et de la colonne verticale portant au sommet le non-sucre du jus analysé. Dans l'exemple cité plus haut, le *sucre* étant de 11 % le non-sucre de 2 % ; dans la colonne portant l'indication 2 pour le non-sucre nous trouverons en face de la richesse saccharine de 11 %, le chiffre de 84.6, qui est le quotient de pureté du jus en question.

Il va sans dire que la même table pourrait servir pour établir le quotient de pureté *réelle*, si l'on aura déterminé les matières dissoutes *réelles*, et par conséquent le non-sucre *réel*, par la méthode spéciale que nous indiquerons plus loin.

(5) *Sucre inverti*. Ce dosage est suivi dans l'analyse des jus et sirops extraits de la canne à sucre, du sorgho etc. Dans les produits de betteraves, la présence du sucre inverti est la suite des altérations causées par un mauvais

travail ; dans ce cas, on se contente de l'analyse qualitative au moyen de la liqueur cuivrique de Soldani.

TABLE XXXVIII

*Pour la détermination des quotients de pureté  
des jus sucrés (Kotmann).*

Sucre 0/0.	NON-SUCRE %									Sucre 0/0.
	1 0	1 1	1 2	1 3	1 4	1 5	1 6	1 7	1 8	
8.0	88.9	87.9	87.0	86.0	85.1	84.2	83.3	82.5	81.6	8.0
8.2	89.1	88.2	87.2	86.3	85.	84.5	83.7	82.8	82.0	8.2
8.4	89.4	88.4	87.5	86.6	85.7	84.8	84.0	83.2	82.3	8.4
8.6	89.6	88.7	87.8	86.9	86.0	85.1	84.3	83.5	82.7	8.6
8.8	89.8	88.9	88.0	87.1	86.3	85.4	84.6	83.8	83.0	8.8
9.0	90.0	89.1	88.2	87.4	86.5	85.7	84.9	84.1	83.3	9.0
9.2	90.2	89.3	88.5	87.6	86.8	86.0	85.2	84.4	83.6	9.2
9.4	90.4	89.5	88.7	87.8	87.0	86.2	85.5	84.7	83.9	9.4
9.6	90.6	89.7	88.9	88.1	87.3	86.5	85.7	85.0	84.2	9.6
9.8	90.7	89.9	89.1	88.3	87.5	86.7	86.0	85.2	84.5	9.8
10.0	90.9	90.1	89.3	88.5	87.7	87.0	86.2	85.5	84.7	10.0
10.2	91.1	90.3	89.5	88.7	87.9	87.2	86.4	85.7	85.0	10.2
10.4	91.2	90.4	89.7	88.9	88.1	87.4	86.7	86.0	85.2	10.4
10.6	91.4	90.6	89.8	89.1	88.3	87.6	86.9	86.2	85.5	10.6
10.8	91.5	90.8	90.0	89.2	88.5	87.8	87.1	86.4	85.7	10.8
11.0	91.7	90.9	90.2	89.4	88.7	88.0	87.3	86.6	85.9	11.0
11.2	91.8	91.1	90.3	89.6	88.9	88.2	87.5	86.8	86.2	11.2
11.4	91.9	91.2	90.5	89.8	89.1	88.4	87.7	87.0	86.4	11.4
11.6	92.1	91.3	90.6	89.9	89.2	88.5	87.9	87.2	86.6	11.6
11.8	92.2	91.5	90.8	90.1	89.4	88.7	88.1	87.4	86.8	11.8
12.0	92.3	91.6	90.9	90.2	89.6	88.9	88.2	87.6	87.0	12.0
12.2	92.4	91.8	91.0	90.4	89.7	89.1	88.4	87.8	87.1	12.2
12.4	92.5	91.9	91.2	90.5	89.9	89.2	88.6	87.9	87.3	12.4
12.6	92.6	92.0	91.3	90.6	90.0	89.4	88.7	88.1	87.5	12.6
12.8	92.8	92.1	91.4	90.8	90.1	89.5	88.9	88.3	87.7	12.8
13.0	92.9	92.2	91.5	90.9	90.3	89.7	89.0	78.4	87.8	13.0
13.2	93.0	92.3	91.7	91.0	90.4	89.8	89.2	88.6	88.0	13.2
13.4	93.1	92.4	91.8	91.2	90.5	89.9	89.3	88.7	88.2	13.4
13.6	93.2	92.5	91.9	91.3	90.7	90.1	89.5	88.9	88.3	13.6
13.8	93.2	92.6	92.0	91.4	90.8	90.2	89.6	89.0	88.5	13.8
14.0	93.3	92.7	92.1	91.5	90.9	90.3	89.7	89.2	88.6	14.0
14.2	93.4	92.8	92.2	91.6	91.0	90.4	89.9	89.3	88.8	14.2
14.4	93.5	92.9	92.3	91.7	91.1	90.6	90.0	89.4	88.9	14.4
14.6	93.6	93.0	92.4	91.8	91.3	90.7	90.1	89.6	89.0	14.6
14.8	93.7	93.1	92.5	91.9	91.4	90.8	90.2	89.7	89.2	14.8
15.0	93.7	93.2	92.6	92.0	91.5	90.9	90.4	89.8	89.3	15.0
15.2	93.8	93.3	92.7	92.1	91.6	91.0	90.5	89.9	89.4	15.2
15.4	93.9	93.3	92.8	92.2	91.7	91.1	90.6	90.1	89.5	15.4
15.6	94.0	93.4	92.8	92.3	91.8	91.2	90.7	90.2	89.7	15.6
15.8	94.1	93.5	92.9	92.4	91.9	91.3	90.8	90.3	89.8	15.8
16.0	94.1	93.6	93.0	92.5	92.0	91.4	90.9	90.4	89.9	16.0
16.2	94.2	93.7	93.1	92.6	92.0	91.5	91.0	90.5	90.0	16.2
16.4	94.3	93.7	93.2	92.6	92.1	91.6	91.1	90.6	90.1	16.4
16.6	94.3	93.8	93.3	92.7	92.2	91.7	91.2	90.7	90.2	16.6
16.8	94.4	93.9	93.3	92.8	92.3	91.8	91.3	90.8	90.3	16.8
17.0	94.4	93.9	93.4	92.9	92.4	91.9	91.4	90.9	90.4	17.0

TABLE XXXVIII (suite)

*Pour la détermination des quotients de pureté des jus sucrés  
(Kotmann.)*

Sucre 0/0.	NON-SUCRE %									Sucre 0/0.
	1.9	2.0	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	2.7	
8.0	80.8	80.0	79.2	78.4	77.7	76.9	76.2	75.5	74.8	8.0
8.2	81.2	80.4	79.6	78.8	78.	77.4	76.6	75.9	75.2	8.2
8.4	81.5	80.8	80.0	79.2	78.5	77.9	77.1	76.4	75.7	8.4
8.6	81.9	81.1	80.4	79.6	78.9	78.2	77.5	76.8	76.1	8.6
8.8	82.2	81.5	80.7	80.0	79.3	78.6	77.9	77.2	76.5	8.8
9.0	82.6	81.8	81.1	80.4	79.6	78.9	78.3	77.6	76.9	9.0
9.2	82.9	82.1	81.4	80.7	80.0	79.3	78.6	78.0	77.3	9.2
9.4	83.2	82.5	81.7	81.0	80.3	79.7	79.0	78.3	77.7	9.4
9.6	83.5	82.8	82.1	81.4	80.7	80.0	79.3	78.7	78.0	9.6
9.8	83.8	83.1	82.4	81.6	81.0	80.3	79.7	79.0	78.4	9.8
10.0	84.0	83.3	82.6	82.0	81.3	80.6	80.0	79.4	78.7	10.0
10.2	84.3	83.6	82.9	82.3	81.6	81.0	80.3	79.7	79.1	10.2
10.4	84.6	83.9	83.2	82.5	81.9	81.2	80.6	80.0	79.4	10.4
10.6	84.8	84.1	83.5	82.8	82.2	81.5	80.9	80.3	79.7	10.6
10.8	85.0	84.4	83.7	83.1	82.4	81.8	81.2	80.6	80.0	10.8
11.0	85.3	84.6	84.0	83.3	82.7	82.1	81.5	80.9	80.3	11.0
11.2	85.5	84.8	84.2	83.5	83.0	82.4	81.8	81.2	80.6	11.2
11.4	85.7	85.1	84.4	83.8	83.2	82.6	82.0	81.4	80.9	11.4
11.6	85.9	85.3	84.7	84.1	83.5	82.9	82.3	81.7	81.1	11.6
11.8	86.1	85.5	84.9	84.3	83.7	83.1	82.5	81.9	81.4	11.8
12.0	86.3	85.7	85.1	84.5	83.9	83.3	82.8	82.2	81.6	12.0
12.2	86.5	85.9	85.3	84.7	84.1	83.6	83.0	82.4	81.9	12.2
12.4	86.7	86.1	85.5	84.9	84.4	83.8	83.2	82.7	82.1	12.4
12.6	86.9	86.3	85.7	85.1	84.6	84.0	83.4	82.9	82.4	12.6
12.8	87.1	86.5	85.9	85.3	84.8	84.2	83.7	83.1	82.6	12.8
13.0	87.2	86.7	86.1	85.5	85.0	84.4	83.9	83.3	82.8	13.0
13.2	87.4	86.8	86.3	85.7	85.2	84.6	84.1	83.5	83.0	13.2
13.4	87.6	87.0	86.5	85.9	85.4	84.8	84.3	83.7	83.2	13.4
13.6	87.7	87.2	86.6	86.1	85.5	85.0	84.5	83.9	83.4	13.6
13.8	87.9	87.3	86.8	86.3	85.7	85.2	84.7	84.1	83.6	13.8
14.0	88.1	87.5	87.0	86.4	85.9	85.4	84.8	84.3	83.8	14.0
14.2	88.2	87.7	87.1	86.6	86.1	85.5	85.0	84.5	84.0	14.2
14.4	88.3	87.8	87.3	86.7	86.2	85.7	85.2	84.7	84.2	14.4
14.6	88.5	88.0	87.4	86.9	86.4	85.9	85.4	84.9	84.4	14.6
14.8	88.6	88.1	87.6	87.1	86.5	86.0	85.5	85.0	84.5	14.8
15.0	88.8	88.2	87.7	87.2	86.7	86.2	85.7	85.2	84.7	15.0
15.2	88.9	88.4	87.9	87.4	86.9	86.4	85.9	85.4	84.9	15.2
15.4	89.0	88.5	88.0	87.5	87.0	86.5	86.0	85.5	85.0	15.4
15.6	89.1	88.6	88.1	87.6	87.1	86.6	86.1	85.6	85.1	15.6
15.8	89.3	88.8	88.3	87.8	87.3	86.8	86.3	85.8	85.3	15.8
16.0	89.4	88.9	88.4	87.9	87.4	86.9	86.4	85.9	85.4	16.0
16.2	89.5	89.0	88.5	88.0	87.5	87.0	86.5	86.0	85.5	16.2
16.4	89.6	89.1	88.6	88.1	87.6	87.1	86.6	86.1	85.6	16.4
16.6	89.7	89.2	88.7	88.2	87.7	87.2	86.7	86.2	85.7	16.6
16.8	89.8	89.4	88.9	88.4	87.9	87.4	86.9	86.4	85.9	16.8
17.0	89.9	89.5	89.0	88.5	88.0	87.5	87.0	86.5	86.0	17.0

MATIÈRES SUCRÉES

15

TABLE XXXVIII (suite)

Pour la détermination des quotients de pureté des jus sucrés.  
(Kotmann).

Sucre 0/0	NON-SUCRE %									Sucre 0/0
	2.8	2.9	3.0	3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	3.6	
8.0	74.4	73.4	72.7	72.1	71.4	70.8	70.2	69.5	69.0	8.0
8.2	74.5	73.9	73.2	72.6	71.7	71.2	70.7	70.1	69.5	8.2
8.4	75.0	74.3	73.7	73.0	72.4	71.8	71.2	70.6	70.0	8.4
8.6	75.4	74.8	74.1	73.5	72.9	72.3	71.7	71.1	70.5	8.6
8.8	75.9	75.2	74.6	73.9	73.3	72.7	72.1	71.5	71.0	8.8
9.0	76.3	75.6	75.0	74.4	73.8	73.2	72.7	72.0	71.4	9.0
9.2	76.7	76.0	75.4	74.8	74.2	73.6	73.0	72.4	71.9	9.2
9.4	77.0	76.4	75.8	75.2	74.6	74.0	73.4	72.9	72.3	9.4
9.6	77.4	76.8	76.2	75.6	75.0	74.4	73.8	73.3	72.7	9.6
9.8	77.8	77.2	76.6	76.0	75.4	74.8	74.2	73.7	73.1	9.8
10.0	78.1	77.5	76.9	76.3	75.8	75.2	74.7	74.4	73.5	10.0
10.2	78.5	77.9	77.3	76.7	76.1	75.6	75.0	74.5	73.9	10.2
10.4	78.8	78.2	77.6	77.0	76.5	75.9	75.4	74.8	74.3	10.4
10.6	79.1	78.5	77.9	77.4	76.8	76.3	75.7	75.2	74.6	10.6
10.8	79.4	78.8	78.3	77.7	77.1	76.6	76.1	75.5	75.0	10.8
11.0	79.7	79.1	78.6	78.0	77.5	76.9	76.4	75.9	75.3	11.0
11.2	80.0	79.4	78.9	78.3	77.8	77.2	76.7	76.2	75.7	11.2
11.4	80.3	79.7	79.2	78.6	78.1	77.6	77.0	76.5	76.0	11.4
11.6	80.6	80.0	79.4	78.9	78.4	77.9	77.3	76.8	76.3	11.6
11.8	80.8	80.3	79.7	79.2	78.7	78.1	77.6	77.0	76.6	11.8
12.0	81.1	80.5	80.0	79.5	78.9	78.4	77.9	77.2	76.9	12.0
12.2	81.3	80.8	80.3	79.7	79.2	78.7	78.2	77.4	77.3	12.2
12.4	81.6	81.0	80.5	80.0	79.5	79.0	78.5	78.0	77.5	12.4
12.6	81.8	81.3	80.8	80.3	79.7	79.2	78.8	78.3	77.8	12.6
12.8	82.1	81.5	81.0	80.5	80.0	79.5	79.0	78.5	78.0	12.8
13.0	82.3	81.8	81.3	80.7	80.2	79.8	79.3	78.8	78.3	13.0
13.2	82.5	82.0	81.5	81.0	80.5	80.0	79.5	79.0	78.6	13.2
13.4	82.7	82.2	81.7	81.2	80.7	80.2	79.8	79.3	78.8	13.4
13.6	82.9	82.4	81.9	81.4	81.0	80.5	80.0	79.5	79.1	13.6
13.8	83.1	82.6	82.1	81.7	81.2	80.7	80.2	79.8	79.3	13.8
14.0	83.3	82.8	82.3	81.9	81.5	80.9	80.5	80.0	79.5	14.0
14.2	83.5	83.0	82.5	82.1	81.7	81.1	80.7	80.2	79.8	14.2
14.4	83.7	83.2	82.7	82.3	81.0	81.4	80.9	80.4	80.0	14.4
14.6	83.9	83.4	82.9	82.5	82.2	81.6	81.1	80.7	80.2	14.6
14.8	84.1	83.6	83.1	82.7	82.4	81.8	81.3	80.9	80.4	14.8
15.0	84.3	83.8	83.3	82.9	82.6	82.0	81.5	81.1	80.6	15.0
15.2	84.4	84.0	83.5	83.1	82.8	82.2	81.7	81.3	80.8	15.2
15.4	84.6	84.2	83.7	83.2	83.0	82.4	81.9	81.5	81.0	15.4
15.6	84.8	84.3	83.9	83.4	83.2	82.5	82.1	81.7	81.2	15.6
15.8	84.9	84.5	84.0	83.6	83.3	82.7	82.3	81.9	81.4	15.8
16.0	85.1	84.7	84.2	83.8	83.4	82.9	82.5	82.0	81.6	16.0
16.2	85.3	84.8	84.4	83.9	83.5	83.1	82.7	82.2	81.8	16.2
16.4	85.4	84.9	84.5	84.1	83.7	83.2	82.8	82.4	82.0	16.4
6.0	85.6	85.1	84.7	84.3	83.8	83.4	83.0	82.6	82.2	16.6
16.8	85.7	85.2	84.8	84.4	84.0	83.6	83.2	82.8	82.4	16.8
17.0	85.9	85.4	85.0	84.6	84.2	83.7	83.3	82.9	82.5	17.0

TABLE XXXVIII (suite)

*pour la détermination des quotients de pureté des jus sucrés  
(Kotmann).*

Sucre 0/0.	NON-SUCRE %									Sucre 0/0.
	3.7	3.8	3.9	4.0	4.1	4.2	4.3	4.4	4.5	
8.0	68.4	67.8	67.2	66.7	66.1	65.6	65.0	64.3	64.0	8.0
8.2	68.9	68.3	67.8	67.2	66.7	66.1	65.6	65.1	64.6	8.2
8.4	69.4	68.8	68.3	67.8	67.2	66.7	66.1	65.6	65.1	8.4
8.6	69.9	69.3	68.8	68.3	67.7	67.2	66.7	66.2	65.6	8.6
8.8	70.4	69.8	69.2	68.8	68.2	67.7	67.2	66.7	66.2	8.8
9.0	70.9	70.3	69.8	69.2	68.7	68.2	67.7	67.2	66.7	9.0
9.2	71.3	70.8	70.2	69.7	69.2	68.7	68.1	67.6	67.2	9.2
9.4	71.8	71.2	70.7	70.1	69.6	69.1	68.6	68.1	67.6	9.4
9.6	72.2	71.6	71.1	70.6	70.1	69.6	69.1	68.6	68.1	9.6
9.8	72.6	72.1	71.5	71.0	70.5	70.0	69.5	69.0	68.5	9.8
10.0	73.0	72.5	71.9	71.4	70.9	70.4	69.9	69.4	69.0	10.0
10.2	73.4	72.9	72.3	71.8	71.3	70.8	70.3	69.9	69.4	10.2
10.4	73.8	73.2	72.7	72.2	71.7	71.2	70.7	70.3	69.8	10.4
10.6	74.1	73.6	73.1	72.6	72.1	71.6	71.1	70.7	70.2	10.6
10.8	74.5	74.0	73.5	73.0	72.5	72.0	71.5	71.1	70.6	10.8
11.0	74.8	74.3	73.8	73.3	72.8	72.4	71.9	71.4	71.0	11.0
11.2	75.2	74.7	74.3	73.7	73.2	72.7	72.2	71.8	71.3	11.2
11.4	75.5	75.0	74.5	74.0	73.5	73.1	72.6	72.2	71.7	11.4
11.6	75.8	75.3	74.8	74.4	73.9	73.4	73.0	72.5	72.0	11.6
11.8	76.1	75.6	75.2	74.7	74.2	73.8	73.3	72.8	72.4	11.8
12.0	76.4	75.9	75.5	75.0	74.5	74.1	73.6	73.2	72.7	12.0
12.2	76.7	76.2	75.8	75.3	74.8	74.4	73.9	73.5	73.1	12.2
12.4	77.0	76.5	76.1	75.6	75.2	74.7	74.3	73.8	73.4	12.4
12.6	77.3	76.8	76.4	75.9	75.4	75.0	74.6	74.1	73.7	12.6
12.8	77.6	77.1	76.6	76.2	75.7	75.3	74.9	74.4	74.0	12.8
13.0	77.8	77.4	76.9	76.5	76.0	75.6	75.1	74.7	74.3	13.0
13.2	78.1	77.6	77.2	76.7	76.3	75.9	75.4	75.0	74.6	13.2
13.4	78.4	77.9	77.5	77.0	76.6	76.1	75.7	75.3	74.9	13.4
13.6	78.6	78.2	77.7	77.3	76.8	76.4	76.0	75.6	75.1	13.6
13.8	78.9	78.4	78.0	77.5	77.1	76.7	76.2	75.8	75.4	13.8
14.0	79.1	78.7	78.2	77.8	77.3	76.9	76.5	76.1	75.7	14.0
14.2	79.3	78.9	78.5	78.0	77.6	77.2	76.8	76.3	75.9	14.2
14.4	79.6	79.1	78.7	78.3	77.8	77.4	77.0	76.6	76.2	14.4
14.6	79.8	79.3	78.9	78.5	78.1	77.6	77.2	76.8	76.4	14.6
14.8	80.0	79.6	79.1	78.7	78.3	77.9	77.5	77.1	76.7	14.8
15.0	80.2	79.8	79.4	78.9	78.5	78.1	77.7	77.3	76.9	15.0
15.2	80.4	80.0	79.6	79.2	78.8	78.4	77.9	77.6	77.2	15.2
15.4	80.6	80.2	79.8	79.4	79.0	78.6	78.2	77.8	77.4	15.4
15.6	80.8	80.4	80.0	79.6	79.2	78.8	78.4	78.0	77.6	15.6
15.8	81.0	80.6	80.2	79.8	79.4	79.0	78.6	78.2	77.8	15.8
16.0	81.2	80.8	80.4	80.0	79.6	79.2	78.8	78.4	78.0	16.0
16.2	81.4	81.0	80.6	80.2	79.8	79.4	79.0	78.6	78.3	16.2
16.4	81.6	81.2	80.8	80.4	80.0	79.6	79.2	78.8	78.5	16.4
16.6	81.8	81.4	81.0	80.6	80.2	79.8	79.4	79.0	78.7	16.6
16.8	82.0	81.6	81.2	80.8	80.4	80.0	79.6	79.2	78.9	16.8
17.0	82.1	81.7	81.3	81.0	80.6	80.2	79.8	79.4	79.1	17.0

Pour le dosage quantitatif on fait usage du procédé volumétrique décrit dans le chapitre VIII.

On fait d'abord un essai préliminaire pour connaître approximativement la quantité de sucre inverti contenu dans le liquide, afin qu'on puisse le diluer de façon à ce qu'il contienne environ 0.5 % de ce sucre, cette proportion étant la plus favorable pour le titrage exact au moyen de la liqueur Fehling.

Comme les impuretés du jus peuvent quelquefois réduire le cuivre, il faut les éliminer par le sous acétate de plomb. Cette opération se fait de la manière suivante : Supposons que l'essai préliminaire ait donné environ 1 % de sucre inverti, il faudrait donc diluer le jus dans la proportion de 50 %. On prend alors le liquide clarifié au sous-acétate de plomb qui a servi à l'observation saccharimétrique et l'on remplit une fiole marquée de 55 c. cubes (= 50 c. cubes de liquide primitif avant la clarification) ; on transvase ce liquide dans une autre fiole plus grande, jaugée de 100 c. cubes, en ayant soin de rincer avec de l'eau distillée la petite fiole et de verser les eaux de lavage dans la fiole de 100 c. cubes. On ajoute alors quelques centimètres cubes d'une solution concentrée de sulfate de soude, afin de précipiter l'excès de plomb, et l'on ramène avec de l'eau distillée au trait de jauge, de manière à en faire un volume de 100 centimètres cubes, sans s'occuper du petit volume occupé par le précipité formé au sein du liquide. On filtre et on verse le liquide clair dans une burette graduée au 1/10 de c. cube. Ce liquide aura alors la concentration qui convient au titrage qu'on effectuera par la méthode Violette ou par celle de Soxhlet, décrites dans le chapitre VIII.

Supposons qu'on ait employé, pour la précipitation complète du sous-oxyde de cuivre, 7.4 c. cubes de liquide sucré dilué dans la proportion indiquée, ce qui correspond à 3.7 c. cubes du jus primitif. Pour savoir combien il y a de sucre inverti dans 100 c. cubes de jus, on fera l'équation

$$3.7 : 0.05 = 100 : x ;$$

d'où 
$$x = \frac{5.00}{3.7} = 1.35 \%$$

la liqueur Fehling étant au titre de 0 gr. 005 de sucre inverti. Mais ce chiffre 1.35 exprime les tant % c. cubes, et il faudrait le diviser par la densité, pour obtenir les tant % en poids. Soit par exemple un jus de 13° Brix = 1.053 densité ; on aura  $\frac{1.35}{1.053} = 1.28 \%$  de sucre inverti du poids du jus analysé.

(6) *Quotient glucosique.* Ce quotient exprime la proportion du sucre inverti pour 100 de sucre cristallisable ; on divise le sucre inverti par le sucre cristallisable et l'on multiplie le résultat par 100. Dans l'exemple cité plus haut la teneur en sucre cristallisable étant de 11 %, celle du sucre inverti — de 1.28 ; le quotient glucosique sera  $\frac{100 \times 1.28}{11} = 11.64$ .

Ce quotient joue dans la sucrerie coloniale le rôle important attribué en sucrerie indigène au quotient de pureté.

(7) *Cendres et matières organiques.* On mesure au moyen d'une pipette 2, 5 ou 10 c. cubes de liquide sucré, selon sa densité, et on les fait couler dans une petite capsule en platine à fond plat (fig. 33, p. 165) qu'on emploie ordinairement pour l'incinération de sucres bruts. On ajoute au liquide sucré quelques gouttes d'acide sulfurique concentré, en agitant légèrement la capsule, afin de rendre le liquide homogène. On place alors la capsule sur un bain-marie en ébullition et on évapore lentement le liquide acidifié. Vers la fin de l'évaporation, la masse se brunit et finit par se noircir. On introduit alors la capsule dans le moufle d'un fourneau à incinération chauffé au rouge sombre. L'incinération se fait sans la moindre difficulté et l'on obtient un résidu blanc ou légèrement rosé. Le poids de ce résidu, multiplié par 0.9, donne le poids des cendres carbonatées. Pour établir les cendres pour 100 grammes de liquide on calcule d'abord pour 100 c. cubes de liquide et l'on divise ensuite le résultat par la densité, soit par exemple 0 gr. 66 le résidu d'incinération de 10 c. cubes de jus, d'une densité de 1,053 (13° Balling) ; on aura d'abord  $0,66 \times 0,9 = 0,594$  de cendres carbonatées dans 10 c. cubes, ou 0.594 pour 100 c. cubes de liquide, d'où  $\frac{0.594}{1.053} = 0.56$  % du poids du jus.

On considère généralement le poids des cendres carbonatées comme étant celui des *matières salines* contenues dans le jus, quoique cette hypothèse n'est guère exacte, comme nous l'avons remarqué dans le chapitre IX. Si le non-sucre du jus était déterminé directement, c'est-à-dire résultant d'un dosage des *matières dissoutes réelles*, on pourrait en retrancher les *cendres*, pour considérer la différence comme étant le poids du *non-sucre organique* ; mais le non-sucre apparent ne permet même pas d'établir le poids apparent des *matières organiques*, le poids des cendres n'étant pas toujours égal au poids des matières salines. Il serait mieux de laisser de côté les *matières organiques*, résultant des calculs basés sur des hypothèses.

(8) *Quotient cendres.* C'est le rapport des cendres pour 100 de sucre cristallisable. Dans l'exemple cité on aura :

$$0.56 : 11 = X : 100,$$

d'où

$$x = \frac{56}{11} = 5.01$$

(10) *Coefficient salin.* Le plus souvent on établit le *coefficient salin*, c'est-à-dire le rapport du sucre cristallisable aux cendres, qu'on obtient en divisant le premier par le dernier, soit

$$0.56 : 11 = 1 : x$$

d'où

$$x = 19.64.$$

Ce coefficient sert généralement comme base pour le calcul des rendements en sucre extractible. Nous reviendrons sur ce sujet dans le chapitre XII.

### B. Analyse % de jus en volume.

(1) *Densité et matières dissoutes.* — Au lieu du saccharomètre Brix ou Balling, indiquant à 17°5 C. les tant % de sucre en poids, on fait usage du saccharomètre Vivien, indiquant les tant % de sucre exprimés en kilogrammes par hectolitre. Comme cet instrument est jaugé à la température de 15° C., ses indications ne concordent pas directement avec celles du saccharomètre Balling. L'observation de ces degrés doit être faite avec autant de précision que celles des degrés Balling; il faut donc, pour éviter les corrections, ramener le liquide à la température de 15° C. Les indications de cet instrument, c'est-à-dire les degrés Vivien, sont prises pour les *matières dissoutes apparentes* % de volume. Le saccharomètre Vivien porte encore, outre les degrés saccharométriques, les degrés de densités en abréviation; cela permet de le vérifier très facilement, en le comparant avec un densimètre étalon.

Le plus souvent on pèse le jus avec un simple densimètre et l'on recherche les matières dissoutes correspondantes à l'acide de tables de concordance (chapitre VI). Ce procédé laisse beaucoup à désirer, les densimètres ordinaires n'étant divisés qu'en dixièmes de degré de densité, correspondant aux cinquièmes de degré Vivien. Il vaudrait mieux de faire usage de la *balance hydrostatique* qui donne la densité avec 4 décimales. En tout cas, l'emploi

du saccharomètre Vivien étant le plus simple et le plus sûr moyen d'évaluer aux dixièmes de degré les matières dissoutes apparentes, nous ne voyons nullement l'avantage que puisse offrir dans ce cas le densimètre, dont les indications ne sont pas directes.

(2) *Sucre cristallisable*. — Le dosage de sucre s'opère comme nous l'avons indiqué plus haut, sauf les calculs qui deviennent plus simples. Pour les jus non clarifiés au sous-acétate de plomb, on multipliera les degrés lus au saccharimètre par le coefficient 0,162 (pour les saccharimètres français), ou par celui de 0,2605 (pour les instruments allemands). Pour les jus clarifiés avec 10 % de sous-acétate de plomb, les coefficients seront de 0,1782 (pour les instruments français) et 0,2865 (pour les instruments allemands).

(3) Le *quotient de pureté apparent* est obtenu en divisant le sucre cristallisable par les degrés Vivien et en multipliant le résultat par 100. Le quotient de pureté ne change point si on remplace les degrés Balling par les degrés Vivien et le sucre % en poids par le sucre en hectolitre. Il importe seulement que les deux indications, c'est-à-dire matières dissoutes et sucre, soient rapportées à la même quantité de liquide.

Les dosages du sucre inverti et des cendres se font exactement comme dans l'analyse % de poids; seulement, on exprime les résultats obtenus pour 100 c. cubes de liquide ce que supprime la division par la densité des résultats obtenus.

Les *quotients glucosiques* et *cendres* ainsi que le *coefficient salin*, ne changent pas plus que le quotient de pureté, du moment qu'on rapporte à la même quantité de liquide les deux éléments dont on déduit le quotient.

(4) *Alcalinité*. Le jus carbonaté et presque tous les produits qui en résultent sont d'une réaction alcaline, laquelle est nécessaire pour éviter les altérations que pourrait subir le sucre. On détermine l'*alcalinité* au moyen, de liqueurs acides titrées, et on l'exprime en *dix millièmes* de chaux vive quoique en réalité cette alcalinité est due en partie à la présence dans le jus d'alcali caustique, résultant des sels organiques décomposés par la chaux.

Voici la manière la plus simple de doser l'alcalinité : — On mesure avec une pipette 10 c. cubes de jus clair, qu'on verse dans une capsule de porcelaine, on y ajoute deux ou trois gouttes de teinture sensible de tournesol ou de lacmoïde, et une vingtaine de centimètres cubes d'eau distillée et l'on agite le liquide à l'aide d'une baguette; le liquide prend alors une couleur bleue très pure. On fait alors couler l'acide titré d'une burette graduée en centimètres cubes, en agitant le liquide avec la baguette après chaque

addition d'acide, et l'on observe le moment où la couleur change du bleu en rouge d'oignon. Ce changement de couleur disparaît aussitôt qu'on agite le liquide; on ajoute encore quelques gouttes d'acide et le liquide se colore de nouveau en rouge visible, et l'on continue l'addition d'acide jusqu'au moment où la couleur rouge ne disparaît plus par l'agitation du liquide. On observe alors le nombre de centimètres cubes usés, dont on déduit l'alcalinité. Supposons qu'on ait employé 6 c. cubes d'une liqueur acide titrée de façon à ce que 1 c. cube sature exactement un milligramme de chaux (CaO); on aura alors 6 milligrammes de chaux dans 10 c. cubes, soit 6 dix-millièmes de chaux.

Pour préparer cet acide, il suffit de mélanger 35,7 c. cubes d'acide sulfurique normal (à l'équivalent) ou 50 c. cubes d'acide azotométrique (1 c. c. = 0 gr. 01 Az) avec de l'eau distillée de manière à former un litre de liquide. 1 c. cube de cette liqueur = 0 gr. 001 CaO.

Le changement de teint de bleu en rouge n'étant pas assez sensible à la lumière artificielle, M. *Stammer* propose de remplacer le tournesol par l'*acide rosolique neutre*, qui colore en rouge ponceau les liquides alcalins et en jaune les liquides neutres ou légèrement acides, paraissant incolores à la lumière artificielle. D'autres chimistes préconisent comme témoin alcalimétrique le *phénol phtaleique* découvert par *Bayer*, qui colore en beau rouge les alcalins et se décolore complètement par la saturation à l'acide.

Pour la conservation et le mesurage de l'acide titré, on emploie souvent des flacons-burettes, c'est-à-dire des réservoirs combinés avec des burettes qui se remplissent automatiquement au trait de zéro, afin de pouvoir les mettre entre les mains les moins expérimentées. Les figures 48 et 49 représentent deux flacons-burettes proposées par MM. Gallois et Dupont, les plus nouvelles et les plus pratiques (\*). En pressant sur la poire en caoutchouc P (fig. 48), le liquide contenu dans le flacon s'élève par le tube T et se déverse dans la burette graduée B, qu'il remplit jusqu'au zéro. On arrête alors de presser la poire, l'excès de liquide qui a dépassé le zéro est ramené dans le flacon par le tube T, formant siphon. Cette burette, parfaitement rustique, est très commode pour les titrages alcalimétrique, acidimétrique, pour le dosage du glucose par la liqueur cuivrique, etc.

Elle remplace encore avantageusement la pipette d'un emploi parfois si inconmode. Pour cela, le bouchon, au lieu d'être en verre rodé, est simplement en liège ou en caoutchouc comme dans la fig. 49. On peut alors la déplacer d'un flacon à un autre.

1. V. *Bulletin de l'Association des Chimistes*, t. VII, 1889-90, p. 207-209.

Le facon burette (fig. 48) est à tube de remplissage extérieur ; celui qui est représenté par la fig. 49 est à tube de remplissage intérieur, ce qui la rend encore plus rustique que la précédente dont elle offre d'ailleurs les mêmes avantages, l'affleurement au zéro se produisant aussi automatiquement.

L'affleurement automatique au zéro est très utile lorsque la burette est mise entre les mains des ouvriers pour la détermination de l'alcalinité à la carbonation. Il est une garantie de plus pour la précision du titrage. Dans les mains du chimiste expérimenté, il offre encore l'avantage d'une plus grande rapidité dans les opérations.

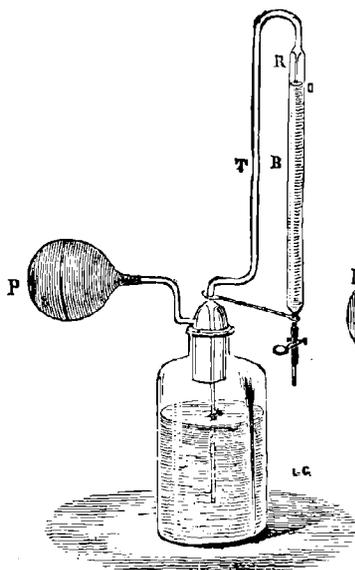


FIG. 48

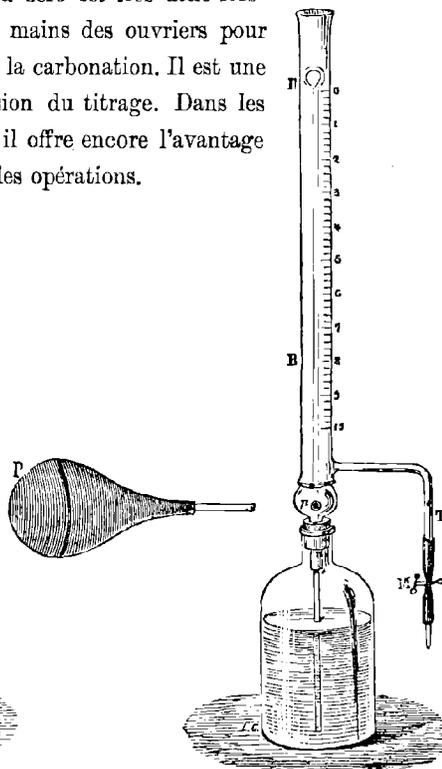


FIG. 49

Dans ces deux burettes, l'affleurement au zéro est toujours rigoureusement exact, les deux tubes de verre étant soudés l'un à l'autre, il ne peut y avoir aucun déplacement, comme cela arrive dans d'autres systèmes.

Pour la surveillance de la carbonatation, on fait souvent usage des liqueurs titrées contenant en dissolution du phénol phtaléique, de façon à colorer les jus en rouge par les premières gouttes d'acide, pour les décolorer ensuite par la saturation complète. Pour mesurer le jus et l'acide, on se sert souvent d'un tube gradué (fig. 50) et de la *liqueur Vivien* titrée de façon à saturer 0 gr. 0005 CaO par centimètre cube. L'usage de cette liqueur et du tube gradué est tellement simple qu'on peut les confier, sans inconvénient, à l'ou-

vrier chargé de conduire la carbonation. On verse le jus dans le tube gradué jusqu'au premier trait (1) et l'on ajoute, dans le même tube, la liqueur Vivien renfermée dans une pissette, et le jus se colore en rouge; on continue de verser la liqueur jusqu'au moment où le jus commence à se décolorer. On ferme alors le tube avec le ponce et l'on agite par retournement le liquide qui reprend sa couleur rouge; on ajoute encore de la liqueur en petites doses, en agitant le tube après chaque addition de liqueur, jusqu'à la parfaite décoloration, et l'on l'observe alors la division qui concorde avec le niveau du liquide et qui indique l'alcalinité du jus exprimé en dix-millièmes de chaux.

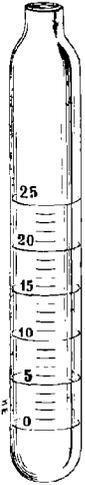


FIG. 50

*Degener* a proposé l'emploi de *phénacétoline* (2) comme témoin alcalimétrique pour le dosage de la chaux dans les jus troubles. Cette couleur n'est pas attaquée par l'acide carbonique, ce qui la distingue du tournesol, phénolphtaleïne, etc.

(5) *Chaux totale*. Outre la chaux libre, le jus renferme aussi de la chaux combinée avec des acides organiques et il arrive souvent qu'un jus d'une réaction neutre donne un précipité abondant avec de l'oxalate d'ammoniaque. Pour doser la chaux totale on peut faire usage d'un procédé très rapide, donnant des résultats certains, que nous avons décrit en 1885 (3), et dont voici la manière d'opérer :

On prend 50 c. cubes du jus à analyser et on les verse dans un flacon jaugé de 100 c. cubes. On ajoute quelques gouttes de tournesol ou de lacmoïde, et l'on verse goutte à goutte de l'acide chlorhydrique dilué jusqu'à neutralisation de l'alcalinité. On ajoute ensuite 20 c. cubes d'une solution normale du carbonate de soude (53 gr.  $\text{Na}^2\text{CO}^3$  par litre) et l'on chauffe le liquide à l'ébullition pour précipiter toute la chaux. On laisse refroidir et l'on complète le volume de 100 c. cubes avec de l'eau distillée; l'on agite et l'on filtre. On prend à l'aide d'une pipette graduée 50 c. cubes de liquide filtré (correspondant à 25 c. cubes de jus et à 10 c. cubes de la liqueur de soude employée) que l'on place dans un verre à pied, et l'on verse dedans 10 c. cubes d'acide chlorhydrique normal équivalent à la liqueur sodique employée. On chauffe à l'ébullition pour chasser l'acide carbonique. Bien que les liqueurs normales de carbonates de soude et d'acide chlorhydrique

1. Le zéro du tube correspond au volume de 10 centimètres cubes, et chaque division est égale à 2 centimètres cubes.

2. Voir plus loin, chapitre XXV, B, Essai de chaux vive.

3. V. *Bulletin de l'Association des Chimistes*, T. III, 1885, p. 65.

aient été employés à volumes égaux, le liquide ainsi traité est fortement acide, parce qu'une partie de la liqueur sodique a été neutralisée par les acides organiques des sels de chaux, en formant des sels sodiques neutres et du carbonate de chaux insoluble.

L'acidité restant dans la liqueur est précisément équivalente à la quantité de chaux totale contenue dans le jus et précipitée par le carbonate de soude. Il suffit donc de déterminer cette acidité par une liqueur de potasse décimale (4 gr. 7 de  $K_2O$  par litre). Le nombre de c. cubes de cette liqueur employé par la saturation, multiplié par 0,0028, donne la chaux par 25 c. cubes de jus; en le multipliant par 0,0112 on obtiendra la chaux pour 100 c. cubes de jus.

En retranchant de la chaux ainsi déterminée l'alcalinité libre du jus, la différence donnera la chaux constituant *les sels de chaux*.

On peut aussi doser la chaux totale par la liqueur hydrotimétrique en opérant sur 10 c. cubes de jus, qu'on étend avec de l'eau de manière à former 40 c. cubes de liquide, et qu'on verse ensuite dans le flacon spécial, destiné aux essais hydrotimétriques; on ajoute goutte à goutte la liqueur de savon renfermée dans la burette spéciale, en agitant chaque fois le flacon dont on ferme l'orifice avec le pouce. L'essai est terminé quand il se forme sur la surface du liquide une mousse de 5 à 10 millimètres d'épaisseur, persistant pendant 5 minutes au moins. Les degrés hydrotimétriques lus sur la burette multipliés par 0,0228, expriment la chaux ( $CaO$ ) par litre de jus.

Cette méthode ne donne pas des chiffres absolument exacts, comme l'a démontré M. de Grobert (1). Elle suffit cependant pour le contrôle de la fabrication et ce n'est qu'à titre d'essais comparatifs qu'on peut la recommander. Pour les essais d'eau, etc., au contraire, cette méthode est excellente.

(6) *Matières dissoutes réelles et quotient réel de pureté*. Le dosage de l'eau par la dessiccation présente de nombreuses difficultés, et notamment l'évaporation des dernières gouttes d'eau. On peut cependant arriver à de bons résultats en opérant de la manière suivante :

Dans une capsule de porcelaine à fond plat et munie d'un couvercle, on introduit une dizaine de grammes de sable de rivière très fin, lavé préalablement à l'acide chlorhydrique et calciné, et l'on y place une petite baguette en verre assez courte pour ne pas soulever le couvercle, et l'on pèse le tout sur la balance de précision. On peut remplacer le sable par la silice précipitée et calcinée. On y verse ensuite 10 c. cubes du liquide sucré soumis à l'épreuve et l'on agit doucement avec la petite baguette, en évitant toute perte, afin d'im-

1. V. de Grobert, Journal des fabricants de sucre du 5 février 1879.

biber de liquide le sable ou la silice. On introduit la capsule ainsi chargée dans une étuve chauffée à 60° C., et l'on fait monter graduellement la température jusqu'à 105°—110° C, en ayant soin de ne pas dépasser 110° C. Si l'on dispose de notre étuve (fig. 38), pour la dessiccation dans le vide (v. chapitre IX), on peut faire la dessiccation au-dessous de 100 C, ce qui est préférable. Après deux ou trois heures de dessiccation, on retire la capsule qu'on recouvre de son couvercle; on refroidit à l'abri de l'air et l'on pèse rapidement. On porte de nouveau la capsule à l'étuve, pour la retirer 30 minutes après, on refroidit et l'on pèse de nouveau. On répète la dessiccation jusqu'à ce que deux pesées successives aient donné le même poids (1).

En retranchant de ce poids celui de la capsule chargée de sable et de la baguette, on aura le poids des *matières dissoutes réelles* contenues dans 10 c. cubes de liquide soumis à l'épreuve. En multipliant ce chiffre par 10, on aura les matières dissoutes réelles pour 100 c. cubes, et en les divisant par la densité du liquide, on a la même chose pour 100 en poids.

La différence entre ces matières dissoutes et le sucre déterminé par le saccharimètre, donnera le *non-sucre réel*. En multipliant le sucre avec 100 et en divisant le produit par les matières dissoutes réelles, on aura le *quotient réel de pureté*.

(7) *Méthode rapide de Barbet*. — En dosant, dans les produits de sucreries, les matières dissoutes réelles par la dessiccation et en les comparant à celles qu'on déduit de la densité du liquide, on trouve des différences notables, qui sont d'autant plus fortes que les liquides analysés sont moins purs. Dans tous les cas, les *matières dissoutes réelles* sont inférieures à celles qu'on appelle *apparentes*, le *non-sucre réel* étant plus petit que le *non-sucre apparent* et par conséquent *la pureté réelle est supérieure à la pureté apparente*.

M. *Barbet* a établi, au moyen de nombreuses analyses comparatives, un coefficient pour déduire les matières dissoutes réelles de l'indication aréométrique, en tenant compte de la densité du non-sucre *dosé en bloc*. Voici la méthode qu'il recommande (2) :

On dose le sucre pour 100 c. cubes de jus.

On regarde dans la table de concordance (XI) [de *Barbet*, (V. page 57), la densité qui correspond à ce sucre, on la retranche de la densité réelle du

1. On peut faire aussi ce dosage au moyen de l'appareil à dessiccation dans le vide de M. Courtonne (fig. 46), décrit dans le chapitre précédent (p. 207).

2. V. *Barbet*, Analyse de liquides sucrés, Sucrerie Indigène, 1878, p. 225-279.

liquide préalablement déterminé et l'on exprime la différence en grammes par litre. On multipliera par 2,04 cette différence et l'on aura le *non-sucre réel*, c'est-à-dire un chiffre presque identique à celui qu'on aurait obtenu par le dosage direct; ce coefficient peut varier dans des limites *très étroites*, mais chaque chimiste pourra le constater, une fois pour toute la fabrication, par quelques essais comparatifs. La somme du sucre et du non-sucre ainsi obtenu, est égale au poids réel des matières dissoutes.

Bien que ce coefficient de 2,04 (ou 2 simplement) est variable selon la nature des betteraves travaillées, le procédé Barbet pourra être employé avantageusement en sucrerie, car pour une même usine les écarts entre les nombres fournis par l'analyse rapide indiquée et les résultats de l'analyse complète sont toujours très faibles et parfaitement acceptables en pratique. L'auteur cite quelques exemples d'analyses de masses cuites de 1<sup>er</sup> jet ramenées à l'état de sirop que nous reproduisons dans la table suivante; elles ont été inscrites par ordre chronologique; elles représentent en outre presque l'échelle entière des puretés que l'on peut rencontrer dans ces produits.

Pour des produits osmosés le coefficient sera plus élevé, soit de 2.22 à 2.24, le non-sucre étant composé d'une proportion plus forte de matières organiques. Pour les eaux d'exosmose, qui sont très salines, ce coefficient sera de 1.85,

TABLE XXXIX

Numéros	Non-sucre par dessication (1)	Non- sucre calculé (2)	Différences (2-1)	Pureté appa- rente Balling (3)	Différences avec la pureté vraie (3-4)	Pureté par des- sication (4)	Pureté cal- culée (5)	Différences (5-4)
1	6 <sup>o</sup> 02	6.15	+ 0.13	86.9	— 2.65	89.55	89.35	— 0.20
2	6.02	5.78	— 0.24	86.7	— 2.15	88.85	89.20	+ 0.35
3	6.14	5.94	— 0.19	87.0	— 2.10	89.1	89.40	+ 0.30
4	4.82	4.94	+ 0.12	87.3	— 2.6	89.9	89.70	— 0.20
5	7.97	8.01	+ 0.04	88.2	— 3.2	86.4	86.30	— 0.10
6	6.74	6.86	+ 0.12	82.9	— 3.3	86.2	86.00	— 0.20
7	7.30	7.48	+ 0.18	81.1	— 3.7	84.8	84.50	— 0.30
8	6.69	6.42	— 0.27	84.9	— 2.4	87.3	87.70	+ 0.40

## XII

### Analyse de masses-cuites

#### A. Prise d'échantillon.

Etant impossible d'avoir un échantillon moyen de masse-cuite lorsque celle-ci est déjà logée dans les bacs d'empli, il est indispensable de prélever cet échantillon pendant la coulée même de la cuite, à plusieurs moments différents. Il est pratique de recueillir l'échantillon dans un litre jaugé en étain, tel qu'on trouve dans le commerce de boissons ; on remplit jusqu'au bord, on laisse refroidir et l'on pèse après avoir bien tranché avec un couteau la surface de la matière. Le vase en étain étant taré une fois pour toujours, on a par différence le poids d'un litre de masse-cuite, c'est-à-dire sa *densité relative*.

A l'essai de masses-cuites de premier jet, on transvase l'échantillon dans un mortier en porcelaine, on triture la matière pour la rendre homogène et on en prélève ce qu'il faut pour les différentes pesées, qu'il importe de faire immédiatement, la masse-cuite pouvant déposer des cristaux au fond du vase en laissant remonter la mélasse à la surface de la matière. Les masses cuites des arrières produits sont amorphes et visqueux et ne contiennent que rarement des cristaux formés. Pour avoir un échantillon de composition moyenne, il faut chauffer la masse à 70° C., afin qu'elle se liquifie complètement, et l'on agite vivement, avec une baguette épaisse, la masse liquide pour la rendre homogène. Dans le deuxième jet de sucrerie et les masses-cuites de raffinerie, cette agitation provoque une cristallisation immédiate ; les cristaux étant très fins et très abondants, il est facile de triturer la matière dans un mortier et d'en prélever la quantité nécessaire pour les différents dosages.

La *densité relative* ne sert que pour l'évaluation approximative du poids total de la masse-cuite produite, dont on connaît le volume. Il suffit alors de multiplier ce dernier par le poids spécifique de la masse-cuite pour avoir la quantité de celle-ci exprimée en kilogrammes. Nous verrons plus loin qu'on peut arriver au même but par un autre procédé.

#### B. Analyse détaillée.

L'analyse complète d'une masse-cuite comprend les dosages suivants, exprimés en tant pour 100 de poids :

- (a) *Sucre cristallisable,*
- (b) *Sucre inverti,*
- (c) *Eau et matières dissoutes réelles,*
- (d) *Cendres,*
- (e) *Alcalinité exprimée en CaO,*
- (f) *Chaux totale.*

A l'aide de calculs, on déduit de ces dosages.

- (g) *le quotient réel de pureté,*
- (h) *le coefficient salin et le rendement en sucre,*
- (i) *L'inconnu compté comme matières organiques.*

Quelquefois on établit, par un essai spécial.

- (k) *le quotient apparent de pureté.*

(a) *Sucre cristallisable.* — On pèse dans la capsule en maillechort (fig. 45 p. 204) le poids normal du saccharimètre dont on dispose, soit 16 gr. 20 pour les saccharimètres français et 26 gr. 05 pour les instruments allemands, que l'on dissout dans la capsule même avec 20 à 30 c. cubes d'eau chaude, en triturant la masse-cuite avec une baguette en verre à bout aplati. Il est pratique d'opérer cette dissolution en deux ou trois fois, et de réunir les solutions dans une fiole jaugée de 100 c. cubes ; vers la fin, on rince la capsule avec un filet d'eau chaude, afin de dissoudre les dernières particules de masse-cuite qui adhèrent aux parois de la capsule. On ajoute ensuite, dans la fiole jaugée, quelques gouttes d'une dissolution alcoolique de tannin qui précipite les matières colorantes, et 2 à 3 c. cubes de sous acétate de plomb concentré, on laisse refroidir et l'on achève le volume jaugé avec de l'eau distillée. On agite par retournement, l'on filtre et on observe au saccharimètre dans un tube de 200 millimètres ; les degrés lus donnent directement le titre saccharin de la masse cuite analysée.

Pour les arrières produits, le poids normal est un peu trop grand pour qu'on puisse décolorer suffisamment la solution, et il est préférable de ne peser que 10 grammes de masse-cuite, qu'on traite de la manière décrite, en ramenant le tout à un volume de 100 c. cubes. Les degrés lus au saccharimètre sont multipliés par 1,62 pour les instruments français et par 2,605 pour les instruments allemands, et on a les tant pour 100 de sucre de masse-cuite.

(b) *Sucre inverti.* — 50 c. cubes de la solution déféquée au sous-acétate de plomb, qui a servi à l'observation saccharimétrique, sont versés dans une fiole jaugée de 100 c. cubes ; on y ajoute environ 10 c. cubes d'une solution saturée de sulfate de soude, afin de précipiter l'excès de plomb, on ramène

avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, l'on agite et l'on filtre. Le liquide filtré est versé dans une burette graduée en dixièmes de centimètres cubes et l'on effectue le dosage de sucre inverti à l'aide de la liqueur cuivrique, en suivant la méthode Violette ou celle de Soxhlet (voir chapitre VIII).

Connaissant le nombre de centimètres cubes de solution sucrée, nécessaires pour réduire 10 c. cubes de liqueur Fehling (= 0 gr. 050 de sucre inverti), on établira d'abord la quantité de sucre inverti contenu dans 100 c. cubes de liquide, représentant 8 gr. 10, 13 gr. 025 ou 5 grammes de masse-cuite, selon qu'on a pesé pour l'observation saccharimétrique 16 gr. 20, 26 gr. 05 ou 10 grammes de matière, et l'on calculera ensuite le sucre inverti contenu dans 100 grammes de masse-cuite.

Exemple : On a pesé, pour l'observation saccharimètre, 16 gr. 20 de masse-cuite, dont on a fait un volume de 100 c. cubes ; 50 c. cubes ont été additionnés de sulfate de soude et de l'eau pour parfaire le volume de 100 c. cubes, dont on a usé 24,7 c. cubes pour la réduction complète de 10 c. cubes de liqueur Fehling, on aura alors :

$$50 \text{ milligrammes} : 24,7 = x : 100 ; x = \frac{5000}{24,7} = 202,4 \text{ milligrammes.}$$

$$202,4 \text{ milligrammes} : 8,10 = x : 100 ; x = \frac{20,24}{8,10} = 2,49 \text{ \%}.$$

La masse-cuite en question contient donc 2,49 % de sucre inverti.

Une telle proportion n'existe que dans les masses-cuites résultant du travail des cannes ou du sorgho. En sucrerie de betteraves, les masses-cuites du premier jet sont presque exemptes de sucre inverti, et la seule constatation qualitative de ce dernier indiquera un mauvais travail dû à l'insuffisance d'alcalinité dans les jus et sirops. Les arrières-produits contiennent quelquefois des quantités plus ou moins dosables de sucre.

(c) *Eaux et matières dissoutes réelles.* — Dans une petite capsule contenant environ 10 grammes de sable et une petite baguette en verre, on introduit environ 2 grammes de masse cuite et l'on pèse. La capsule étant tarée d'avance avec le sable et la baguette, on a par différence le poids exact de la masse-cuite ajoutée. La capsule ainsi chargée est placée dans une étuve munie d'un thermo-régulateur et chauffée à 60° C. Après quelques minutes, la masse-cuite s'étant liquéfiée par la chaleur, on retire doucement la capsule et l'on agite le contenu avec la baguette de façon à imbiber le sable avec le liquide sucré. On place alors la capsule dans une étuve fonctionnant à vide (fig. 38) et l'on continue le chauffage jusqu'à dessiccation complète. Cette opération est très délicate et demande beaucoup de temps et de précaution. Lorsqu'on juge la dessiccation complète, on pèse la capsule, puis on la remet à l'étuve pendant

15 minutes, on pèse de nouveau et l'on répète la dessiccation jusqu'à ce que le poids de la capsule ait demeuré constant. Le poids de la capsule diminué de celui de la tare, donne le poids de *matières sèches totales* de la masse-cuite, et la différence avec le poids primitif représente l'eau. En multipliant ces chiffres par 100 et en divisant les produits par le poids de masse-cuite employé pour la dessiccation, on aura les *matières sèches réelles* et l'eau pour 100 de masse-cuite.

En multipliant le *sucre cristallisable* par 100 et en divisant le produit par les *matières sèches*, on a le *quotient réel de pureté* (g).

Si l'on se contente avec le quotient apparent de pureté (k) on opérera de la manière suivante :

On prendra une quantité quelconque de masse-cuite, sans peser, que l'on dissoudra dans de l'eau distillée chaude. Après refroidissement, on prendra la densité de la solution à l'aide d'un picromètre ou de la balance hydrostatique, et l'on cherchera dans la table de concordance les *matières dissoutes* pour 100 c. cubes. Puis on déterminera dans ce liquide, par l'observation saccharimétrique, le sucre contenu dans 100 c. cubes, en opérant comme il a été indiqué pour l'analyse de jus sucré. On multipliera le sucre par 100 et l'on divisera par les matières dissoutes déduites de la densité observée et l'on aura le *quotient apparent de pureté* de ce liquide qui est aussi celui de la masse-cuite soumise à l'essai.

(d) *Cendres*. — On pèse 2 à 3 grammes de masse-cuite dans une petite capsule de platine et l'on y ajoute quelques gouttes d'acide sulfurique concentré. On place la capsule, durant 5 minutes, dans une étuve chauffée à 60° C., afin de liquéfier la matière et de la mettre en contact intime avec l'acide sulfurique. Puis on agite légèrement la capsule et on l'introduit dans l'entrée du moufle d'un fourneau à incinération, chauffé au rouge sombre ; la matière se boursoufle et s'incinère très facilement : au fur et à mesure de la combustion, on avance la capsule, vers le milieu du moufle. L'incinération achevée, on pèse les cendres, on déduit le 10 % du poids, afin de traduire les cendres sulfatées en cendres carbonatées. Exemple : 3 gr. 15 de masse-cuite ont donné 0 g. 270 de cendres sulfatées. On aura alors 0 gr. 270 -- 0 gr. 027 = 0 gr. 243 de cendres carbonatées, pour 3 gr. 15 de masse-cuite; dans 100 grammes on aura :

$$3,15 : 0,243 = 100 : x ; x = \frac{24,3}{3,15} = 7,71 \% \text{ cendres.}$$

(h) *Coefficient salin*. — En divisant le sucre par les cendres, on aura le

*coefficient salin* qui exprime le rapport du sucre aux cendres de la masse-cuite.

Ce coefficient permet d'évaluer d'une manière très simple le rendement probable de la masse-cuite en sucre turbiné, si les mélasses qui en résulteront n'auront à subir aucune épuration. Ce calcul est basé sur le fait résultant de l'expérience industrielle que, dans le travail normal de sucrerie, une partie de cendres de masse-cuite immobilisera dans la mélasse finale 4 parties de sucre; en effet le coefficient salin des mélasses est presque toujours voisin de 4. Une masse cuite troisième jet, contenant 60 % de sucre et 7,50 de cendres, rendra au turbinage  $60 - 4 \times 7,50 = 60 - 30 = 30$  % de sucre, alors que 4 fois  $7,50 = 30$  % de sucre seront immobilisés dans la mélasse.

Cette manière de calculer le rendement n'est qu'empirique, c'est vrai; mais elle concorde suffisamment avec les données industrielles.

(e-f) *Alcalinité et chaux totale.* 20 grammes de masse-cuite sont dissouts dans 80 c. cubes d'eau chaude, qu'on ramène à 100 c. cubes après refroidissement. Dans ce liquide contenant 20 % de masse-cuite, on dosera l'alcalinité et la chaux totale de la manière décrite dans le chapitre précédent à l'analyse de jus. On prendra alors 10 c. cubes (= 2 grammes de masse-cuite) pour le titrage alcalimétrique, et 10 c. cubes (= 2 grammes de masse-cuite) pour le titrage hydrotimétrique. Les résultats obtenus, multipliés par 50, représenteront l'alcalinité et la chaux totale, exprimées en CaO, % grammes de masse-cuite analysée.

(i) *Inconnu ou matières organiques.* Si l'on a déterminé les *matières sèches réelles* par dessiccation, on en déduira le sucre cristallisable, le sucre inverti et les cendres; la différence est considérée comme *matières organiques*, en supposant que les *cendres* représentent la quantité de *matières salines* de la masse-cuite.

### C. — Nouvelle méthode.

L'analyse de la masse-cuite a été rendue plus exacte plus expéditive et par la marche à suivre que nous avons recommandée il y a quelques années<sup>(1)</sup>, et qui a pour but de supprimer les pesées multiples et les inconvénients qui pourront en résulter.

Voici la manière d'opérer :

Après avoir trituré la masse-cuite pour la rendre homogène, comme il a

1. *Journal des Fabricants de sucre* du 4 novembre 1886.

été dit plus haut, on en pèse 100 grammes qu'on transvase dans une capsule de porcelaine et qu'on dissout avec de l'eau distillée chaude (1). On verse la solution dans une carafe jaugée à 500 c. cubes, on rince la capsule de porcelaine, ainsi que celle de maillechort qui a servi pour la pesée, et l'on ajoute les eaux de lavage à la solution. Après refroidissement à la température ambiante, on complète le volume jaugé avec de l'eau distillée froide et l'on agite la carafe par le retournement, pour rendre la solution homogène. C'est sur cette solution de 20 %, qu'on fait les différents dosages énoncés plus haut.

On prend d'abord la densité de cette solution, au moyen d'un picnomètre ou d'une balance hydrostatique (\*), et l'on cherche dans la table de la concordance de Vivien la quantité correspondante de matières dissoutes que l'on multiplie par 5 pour avoir le tant pour 100.

On remplit ensuite, de cette solution, une fiole jaugée de 50 c. cubes que l'on transvase dans une autre fiole jaugée de 100 c. cubes ; on rince la petite fiole avec de l'eau et un peu de tanin, on ajoute les eaux de lavage, ainsi que 3 ou 4 c. cubes de sous-acétate de plomb, au liquide primitif, on ramène avec de l'eau distillée au trait de 100 c. cubes, l'on agite et l'on filtre.

Le liquide filtré, renfermant 10 gr. de masse-cuite par 100 c. cubes, est observé au saccharimètre, dont on multipliera les degrés par 1.62 pour les instruments français ou par 2,605 pour les instruments allemands, et on aura le sucre pour 100 grammes de masse-cuite. En divisant le sucre par les matières dissoutes et en multipliant le résultat par 100, on obtiendra le quotient de pureté.

Pour le dosage des cendres totales, on prélève 10 c. cubes (= 2 grammes de masse-cuite), auxquels on ajoute deux ou trois gouttes d'acide sulfurique concentré, que l'on évapore dans une étuve et que l'on incinère ensuite dans le moufle chauffé au rouge sombre. L'incinération s'opère ainsi très facilement et les cendres sont toujours blanches. Le poids des cendres multiplié par 45 donnera les *cendres totales* pour 100 de masse-cuite.

Le reste de la solution est alors filtré à travers un papier sec. On prélève encore 10 c. cubes de la solution filtrée que l'on colore avec du phénol phtaléique, et l'on titre avec un acide spécial jusqu'à la disparition complète de la couleur rouge. Cet acide spécial est au titre de 1 c. cube = 0 gr.001 CaO.

1. L'eau distillée pure ne pourra pas être remplacée par l'eau de condensation (comme le supposent certains chimistes), parce que cette dernière contient encore quelques matières en dissolution.

2. On peut aussi se servir d'un simple densimètre allant de 6° à 8°, divisé en dixièmes très espacés afin de pouvoir apprécier les vingtièmes de degré.

TABLE XL

*Solution de masse-cuite de 20 gr. par 100 cm. cubes de liquide.*

DENSITÉ de la solution (à 15°C.)	MATIÈRES SÈCHES			POIDS spécifique de la masse-cuite
	dans 100 cm. cub. de solution	dans 100 gr. de solution	dans 100 gr. de masse-cuite	
a	b	c	d	e
6.00	15.84	14.94	79.20	1.410
6.05	15.97	15.06	79.85	1.413
6.10	16.10	15.17	80.50	1.417
6.15	16.23	15.30	81.15	1.420
6.20	16.36	15.41	81.80	1.424
6.25	16.49	15.52	82.45	1.427
6.30	16.62	15.63	83.10	1.433
6.35	16.75	15.75	83.75	1.438
6.40	16.88	15.86	84.40	1.443
6.45	17.01	15.97	85.05	1.448
6.50	17.14	16.09	85.70	1.452
6.55	17.27	16.21	86.35	1.457
6.60	17.40	16.32	87.00	1.461
6.65	17.53	16.44	87.65	1.466
6.70	17.66	16.55	88.30	1.470
6.75	17.79	16.66	88.95	1.475
6.80	17.92	16.78	89.60	1.480
6.85	18.05	16.90	90.25	1.485
6.90	18.18	17.01	90.95	1.489
6.95	18.31	17.12	91.55	1.493
7.00	18.45	17.23	92.25	1.498
7.05	18.58	17.35	92.90	1.503
7.10	18.71	17.47	93.55	1.508
7.15	18.84	17.58	94.20	1.513
7.20	18.97	17.69	94.85	1.518
7.25	19.00	17.80	95.50	1.523
7.30	19.23	17.92	96.15	1.527
7.35	19.36	18.04	96.80	1.532

Le nombre de centimètres cubes d'acide titré, employés pour saturer 10 c. cubes de la solution, divisé par 2, exprimera les décigrammes de chaux par

100 grammes de masse-cuite. Si l'on a employé par exemple 4.6 c. cubes, l'alcalinité sera de 0.23 % exprimée en chaux. Sur les mêmes 10 c. cubes, après les avoir neutralisés exactement par l'acide titré, on fera le dosage de la chaux par le procédé hydrotimétrique, c'est-à-dire par une liqueur titrée de savon, que l'on prépare de la manière connue.

*Remarque.* — En faisant l'analyse de masse-cuite de la manière indiquée dans C, c'est-à-dire en opérant sur une solution unique de 20 grammes de matière par 100 c. cubes de liquide, on peut se dispenser de prendre au préalable la *densité de la masse cuite*, celle-ci pouvant être déduite de la *densité de la solution aqueuse* qu'on est obligé de déterminer dans le but d'établir la *pureté*.

Voici la manière de faire ce calcul. On recherche dans la table de Barbet (p. 57), ou dans celle de Dupont (p. 58), les *matières dissoutes % c. cubes*, qu'on multiplie par 5, pour avoir les *matières sèches pour 100 gr. de masse-cuite*; on recherche ensuite la densité correspondante dans la table de Balling (\*).

Pour éviter les calculs ou corrections, on pourra consulter la table XL, dont la colonne *a* renferme les *densités abrégées* de la solution aqueuse de masse-cuite, la colonne *b* indique les matières sèches par 100 c. cubes, la colonne *c* les matières sèches pour 100 grammes de solution; la colonne *d* donne les matières sèches % de masse-cuite et la colonne *e* les *densités correspondantes*, ou les poids spécifiques absolus des masses-cuites (\*\*).

---

### XIII

#### Essai de sucrates.

Les différents procédés d'extraction du sucre contenu dans les mélasses sont tous basés sur la propriété que possède le sucre de canne de former des combinaisons peu solubles avec les alcalis terreux. On précipite le sucre dans les mélasses étendues par l'addition de la chaux, de l'hydrate de strontiane ou de baryte, selon le procédé dont on fait usage, on sépare par filtration le

1. Les densités *Balling* étant rapportées à l'eau distillée de 17°5 C., on les multipliera par 0,99874 pour les rapporter à l'eau de 4° C.

2. V. *Journal des fabricants de sucre* du 22 janvier 1890.

sucrate formé qu'on lave avec un liquide qui dissout les matières salines et organiques de la mélasse sans attaquer le sucrate formé. Dans le *procédé d'élu­tion*, on lave le sucrate de chaux avec de l'alcool dilué; dans la *substitution*, on lave avec de l'eau chaude; dans le *procédé Steffen* — avec de l'eau froide, et dans les procédés à la strontiane et à la baryte le lavage du sucrate se pratique au moyen d'une dissolution du même hydrate alcalin qui a servi pour la précipitation du sucre.

L'insolubilité d'un sucrate n'étant que relative, le lavage des tourteaux doit être limité de façon à éviter les grandes pertes en sucre dans les eaux-mères; le sucrate lavé est donc plus ou moins pur, selon les conditions de formation et de lavage, qu'on ne peut établir que par l'analyse très fréquente du sucrate et des eaux-mères.

Bien que les sucra­tes sont de nature et de composition très différentes, l'analyse se pratique toujours de la même façon. Elle comprend les dosages du *suc­re* et de *l'alcali-terreux*, faits sur le sucrate même tel qu'il est; la détermination de la *pureté appa­rente*, du *coefficient salin* et de *l'alcali-terreux combiné avec les acides organiques*, qu'on fait sur le jus résultant d'une décomposition parfaite du sucrate au moyen de l'acide carbonique. L'analyse des eaux-mères est limitée aux dosages du sucre et de l'alcali-terreux.

#### (1) *Sucrate. Dosage de sucre et d'alcali-terreux.*

Vu la grande variation du rapport entre le sucre et l'alcali-terreux dans certains sucra­tes, tel que le *sucrate Steffen*, il est indispensable de faire ces deux dosages à la fois, c'est-à-dire sur la même pesée. Dans ce but, on prélève un grand échantillon de sucrate, qu'on broie dans un mortier de porcelaine, afin d'en faire une bouillie homogène. On prend de la bouillie un poids connu correspondant à la prise d'essai du saccharimètre dont on dispose, et on le transvase sans perte dans un petit mortier en verre ou en porcelaine, en y ajoutant quelques gouttes de lacmoïde ou de phénol-phtaléique. On ajoute alors, d'une burette graduée, de l'acide acétique titré de sorte qu'un c. cube saturé exactement un poids déterminé de chaux, strontiane ou baryte (selon le procédé en usage), correspondant à *un centième* du poids normal du saccharimètre, et on triture la masse qui se dissout facilement.

On s'arrête au point de la saturation exacte de l'alcali-terreux, qu'on peut même dépasser légèrement, afin d'être certain de la dissolution complète du sucrate, et l'on observe le volume usé d'acide titré, dont les c. cubes expriment les tant pour 100 de chaux, strontiane ou baryte. On verse ensuite le liquide dans une fiole jaugée de 100 c. cubes, on rince le mortier avec un peu

d'eau distillée qu'on fait couler également dans la fiole, on ajoute un peu de sous-acétate de plomb qui précipite les impuretés de sucrate, ainsi que le pigment employé comme témoin alcalimétrique, on complète avec de l'eau distillée le volume jaugé, on agite par retournement, on filtre et l'on observe au saccharimètre, dont les degrés expriment les tant pour 100 de sucre.

Par un simple calcul on établit le rapport entre le sucre et l'alcali-terreux.

(2) *Préparation de l'acide acétique titré.* — On prélève 10 c. cubes d'acide acétique (concentré) du commerce, on ajoute de l'eau distillée pour en faire 100 c. cubes et l'on agite. Puis, on sature 10 c. cubes d'acide étendu (= 1 c. cube d'acide primitif), préalablement coloré par le tournesol ou le lacmoïde, avec une solution normale de soude caustique (31 gr.  $\text{Na}^2\text{O}$  par litre), et l'on prend note du nombre des c. cubes usés. On consulte alors le tableau ci-contre et l'on regarde le nombre de c. cubes de soude normale saturés par 1 c. cube d'acide acétique titré, correspondant au saccharimètre dont on dispose et pour le sucrate donné. Ce nombre étant inférieur à celui obtenu par le titrage de l'acide acétique du commerce, il faut étendre ce dernier avec de l'eau distillée pour le ramener au titre voulu. Soit par exemple qu'on a usé 8,3 c. cubes de soude normale pour saturer 1 c. cube d'acide acétique du commerce, et l'on dispose d'un saccharimètre Laurent, dont le poids normal est de 16 gr. 20 ; le nombre indiqué dans le tableau ci-après est 5,786 c. cubes et l'acide donné exige 8,3 c. cubes. La proportion

$$X : 1000 = 5.786 : 8.3$$

donne

$$X = \frac{5786}{8.3} = 627 ;$$

c'est-à-dire qu'il faut étendre 627 c. cubes d'acide acétique du commerce avec de l'eau distillée de manière à former un litre d'acide titré, dont 1 c. cube = 0 gr. 162 CaO.

Pour vérifier l'opération, on prend 10 c. cubes d'acide ainsi étendu, qu'on ramène avec de l'eau au volume de 100 c. cubes et l'on agite. On titre alors 10 c. cubes d'acide dilué, avec de la soude normale, de la manière décrite, et l'on observe si le volume usé est de 5,8 c. cubes (indiqué dans le tableau). Dans le cas où il est plus élevé on ajoutera de l'eau dans une proportion calculée de la même manière.

Chaque titrage de l'acide donné, doit être fait sur 10 c. cubes d'une liqueur étendue dans la proportion de 10 %. Il est pratique de faire en double le titrage final.

TABLE XLI

*Préparation de l'acide acétique titré pour l'analyse de sucrales de chaux, de strontiane ou de baryte.*

DÉSIGNATION des saccharimètres	PRISE d'essai	Un cm. cube d'acide acétique doit saturer			
		Grammes Chaux(CaO) Stron- tiane.(SrO) Baryte(BaO)	cm. cube d'une solution alcaline normale à l'équivalent par litre		
			Pour sucrate de chaux	pour sucrate de strontiane	pour sucrate de baryte
Système français.	16 <sup>8</sup> 200	0.16200	5.786	3.140	2.118
» allemand	26.048	0.26048	9.300	5.048	3.406
Id. 1/2 normal	18.024	0.18024	4.650	2.524	1.703
» Wild et Vivien	10	0.10000	3.571	1.938	1.307

(3) *Quotient apparent de pureté.* — On prend une grande quantité, 100 à 200 grammes environ, du sucrate préalablement broyé dans un mortier, l'on délaye avec de l'eau distillée de manière à former une bouillie légère que l'on verse dans un matras de capacité d'un litre, et l'on décompose le sucrate au moyen de l'acide carbonique pur. A cet effet, le matras contenant le sucrate est fermé par un bouchon en caoutchouc donnant passage à deux tuyaux en verre, dont l'un, le plus court, est fermé par un tube en caoutchouc serré par une pince-Mohr, tandis que l'autre, le plus long, recourbé un peu au-dessus du bouchon, est combiné au moyen d'un long tube en caoutchouc, avec un producteur quelconque de gaz carbonique. On ouvre d'abord la pince-Mohr et ensuite le robinet de la conduite du gaz carbonique; le gaz en traversant un flacon-laveur se débarrasse de ses impuretés et entre dans le matras, en chassant par le petit tube l'air qui y est contenu. On ferme ensuite la pince Mohr et l'on continue la carbonatation sous la pression du gaz. Durant la carbonatation, la bouillie très légère devient très épaisse à un certain moment, se liquéfie ensuite, et le carbonate formé se dépose facilement au fond du matras. La fin de la carbonatation est indiquée par le flacon-laveur lorsque la formation des bulles de gaz a cessé, le liquide dans le matras étant complètement saturé. On enlève le bouchon du matras, on porte ce dernier sur un bain de sable et on le chauffe jusqu'à l'ébullition, afin de décomposer

les bicarbonates solubles qui se transforment en carbonates insolubles. On filtre sur un papier sec et on recueille le liquide chaud dans une capsule de porcelaine, on l'évapore jusqu'à réduction à un petit volume, on filtre de nouveau, si le liquide s'est troublé pendant l'évaporation, on le ramène à la température ambiante, on prend la densité au moyen d'un pycnomètre ou de balance hydrostatique, on y dose ensuite le sucre pour 100 c. cubes de la manière ordinaire, et l'on établit le quotient apparent de pureté en divisant le *sucres* par les *matières dissoutes apparentes* déduites de la densité constatée et en multipliant le résultat par 100.

La carbonatation du sucrate étant souvent très longue, nous avons proposé, il y a quelques années (4), de saturer par l'acide oxalique la majeure partie de l'alcali terreux, et de précipiter le reste par la carbonatation, les oxalates de chaux, de strontiane et de baryte étant aussi insolubles que les carbonates. De cette façon on arrivera à accélérer considérablement cette opération ; mais il faut se garder de saturer complètement avec de l'acide oxalique, car alors le jus résultant ne serait plus comparable au jus qu'on obtient industriellement par la carbonatation.

(4) *Coefficient Salin*, 10 c. cubes de liquide carbonaté et filtré, restant de l'opération précédente, sont évaporés dans une petite capsule de platine contenant quelques gouttes d'acide sulfurique concentré ; puis, on porte la capsule à l'incinération dans un fourneau à moufle, le résidu blanc est pesé comme cendres, et l'on déduit 10 % du poids pour transformer les cendres sulfatées en cendres carbonatées. En divisant le sucre par les cendres, on aura le *coefficient salin* du sucrate analysé.

(5) *Alcali-terreux combiné avec les acides organiques*. Les sucrares contiennent généralement un peu de chaux, strontiane ou baryte, combinée avec des acides organiques et solubles dans l'eau. Il importe de connaître la proportion de cette combinaison organique, et notamment dans l'essai du *sucrate Steffen*, dont la pureté est très variable. Le dosage se fait également sur le liquide carbonaté et filtré, en suivant l'une ou l'autre des méthodes recommandées pour le dosage de la chaux totale dans les jus sucrés (chapitre XI).

Connaissant la teneur en alcali-terreux du liquide carbonaté, il est facile de calculer la même chose pour le sucrate, par la proportion de la teneur en

1. Voir notre article : *Recherches sur la manière d'analyser le sucrate, etc.* Bulletin de l'Association des Chimistes, 1884, p. 347.

sucré de l'un et de l'autre de ces produits. Soit par exemple S = sucre % sucrate, S' = sucre % c. cubes de liquide et A = chaux, strontiane ou baryte % c. cubes de liquide filtré, la quantité X d'alcali-terreux % de sucrate sera trouvé par la proportion

$$X : A = S : S'$$

d'où

$$X = \frac{V S}{S'}$$

il faut donc multiplier l'alcali-terreux du liquide carbonaté par le sucre contenu dans le sucrate et diviser le produit par le sucre % c. cubes de liquide filtré; on aura alors *l'alcali-terreux organique* % de sucrate analysé.

(6) *Perte de sucre dans les eaux-mères de sucraterie.*

Comme les eaux-mères de sucraterie sont généralement très alcalines, l'observation saccharimétrique doit être précédée de la saturation de l'alcali par l'acide acétique. A cet effet, on mesure 50 c. cubes d'eaux-mères alcalines qu'on introduit dans une fiole jaugée de 100 c. cubes, on colore un peu avec du phénol phtaléique et l'on sature avec de l'acide acétique jusqu'à la disparition de la couleur ajoutée, en évitant tout excès d'acide. On ajoute 2 ou 3 c. cubes de sous-acétate de plomb, on achève le volume jaugé avec de l'eau distillée, on agite, on filtre et l'on observe au saccharimètre dans un tube de 400 millimètres de longueur.

Les degrés lus, multipliés par 0.162 ou par 0.2605, selon qu'on dispose d'un saccharimètre français ou allemand, donneront le sucre % c. cubes d'eaux-mères.

Souvent le dosage du sucre dans les eaux-mères est suivi d'un dosage alcalimétrique qui se fait simplement par de l'acide acétique titré, avec lequel on sature l'alcalinité de l'échantillon destiné au dosage du sucre.

Dans la pratique industrielle du *procédé à la strontiane* on prend comme guide pratique l'excès de strontiane dans les eaux-mères, l'expérience ayant démontré que lorsque celles-ci contiennent par 100 c. cubes de 14 à 16 grammes d'hydrate de strontiane ( $\text{SrO} + 9\text{H}_2\text{O}$ ), la teneur en sucre de ces eaux est d'environ 0.4 %, c'est-à-dire que la précipitation est presque complète. Dans ce but, l'ouvrier chargé de la formation du sucrate prélève de temps à autre un échantillon du mélange bouilli, qu'il jette sur un filtre à plis, sous lequel on a préalablement disposé un verre jaugé de 10 c. cubes. Lorsque ce dernier est rempli, on le vide dans une capsule blanche contenant environ 100 c. cubes d'eau neutre; on colore avec du phénol phtaléique et l'on y fait couler de

l'acide chlorhydrique titré de façon à ce que les centimètres cubes usés pour la décoloration du liquide donneront directement le taux pour 100 en hydrate de strontiane.

Cet acide est préparé toujours en grandes quantités. Son titre est facile à fixer, car c'est de l'acide chlorhydrique aux *trois quarts du normal*, soit par litre  $\frac{3 \times 36.5}{4}$  27.4 HCl, l'acide normal étant celui qui contient par litre l'équivalent (36.5) exprimé en grammes. L'équivalent de l'hydrate de strontiane ( $\text{SrO} + 9 \text{H}^2\text{O}$ ) étant de 132.45, chaque centimètre cube d'acide normal statuera donc 0 gr. 132.45 de cet hydrate, et par conséquent, 1 c. cube d'acide titré aux *trois quarts du normal*, saturera 0 gr. 09934 ou 0 gr. 1 d'hydrate. En titrant 10 c. cubes d'eaux-mères, chaque centimètre cube d'acide aux trois quarts du normal correspondra à 1 gramme d'hydrate de strontiane pour 100 c. cubes de liquide. Le même acide peut servir aux analyses diverses que nous allons décrire plus loin, dans le chapitre XXVII.

Ce titrage alcalimétrique suffit pour le travail courant, à condition d'être souvent contrôlé par une observation au saccharimètre des eaux-mères traitées de la manière décrite.

---

## XIV

### Essai de produits d'osmose.

#### A. — Analyses généralés.

Le procédé d'extraction du sucre de mélasse par l'osmose a été, dans ces derniers temps, sensiblement perfectionné, grâce aux nombreuses études scientifiques et pratiques de MM. Dubrunfaut et Leplay.

C'est ainsi que le travail de l'osmose se pratique actuellement d'une manière très économique, permettant d'extraire à l'état de sucre cristallisé une grande partie du sucre contenu dans la mélasse, le reste étant recueilli à l'état de produits industriels facilement vendables, tout en travaillant journellement une grande quantité de mélasse avec peu de frais. Une perte proprement dite de sucre en cours de travail n'existe pas dans l'osmose, si l'on excepte les petites pertes mécaniques inévitables. Tout le sucre contenu dans la mélasse

mise en travail est obtenu dans les trois produits résultant de l'osmose, à savoir :

- (1) Sucres roux cristallisés ;
- (2) Mélasse finale ;
- (3) Eaux d'exosmose.

Le fabricant a tout intérêt à travailler de façon à obtenir le plus possible de sucre à l'état cristallisé, le prix en étant plus élevé que celui des autres produits. Dans ce but on analyse journellement la mélasse mise en œuvre et les produits sortant des osmogènes, ainsi que toutes les cuites de sirops osmosés et les eaux d'exosmoses concentrées, afin de constater l'effet de l'osmose sur la composition du sirop.

Ces analyses ne sont point compliquées, tous les produits étant traités de la même façon : mais, en revanche, les conclusions qu'on a à tirer des chiffres obtenus ne sont pas si simple qu'on le croit ordinairement, comme nous allons le voir plus loin.

Les analyses d'osmose comprennent principalement les dosages suivants : *densité, sucre cristallisable, cendres, eau et matières organiques* ; on établit ensuite les *coefficients salins* et les *quotients* de pureté *apparents* ou *réels*. Outre cela on détermine souvent l'*alcalinité* et la *chaux totale* de la mélasse mise en travail et de la masse-cuite d'osmose. Quelquefois on dose aussi le sucre inverti si les produits en contiennent.

L'analyse de la mélasse mise en œuvre se fait ordinairement en suivant les méthodes décrites dans le chapitre X ; pour le contrôle du travail de l'osmose, le dosage du sucre par l'observation directe au saccharimètre est suffisant, surtout si ce dosage est pratiqué de la même manière aux essais des autres produits. La masse-cuite d'osmose est analysée comme une masse-cuite de deuxième jet — et les eaux d'exosmose concentrées sont traitées comme une mélasse ordinaire.

Quant aux produits liquides sortant de l'osmogène, c'est-à-dire *le sirop osmosé* et *l'eau d'exosmose* non concentrée, ils sont analysés comme tous les liquides sucrés, en suivant les méthodes décrites dans le chapitre XI ; seulement il est préférable de rapporter les dosages *au volume*, c'est-à-dire de les exprimer en grammes par 100 c. cubes de liquide analysé, ce qu'on fait de la manière suiv: etan

Pour le dosage du sucre on mesure avec une pipette spéciale, 16,2 c. cubes de liquide qu'on fait couler dans un flacon jaugé à 100 c. cubes. On ajoute du tannin, du sous-acétate de plomb et de l'eau en quantité suffisante pour

les ramener au trait de jauge, on filtre et on lit au saccharimètre le titre saccharin sans aucun calcul.

Les dosages des cendres et des matières solides réelles se font de la manière ordinaire, sur 10 c. cubes de liquide. Les résultats sont multipliés par 10 pour avoir les tant pour 100 *du volume*.

De tous les dosages décrits, ceux du sucre cristallisable et des cendres, c'est-à-dire les éléments nécessaires pour déterminer le coefficient salin de tous les produits, sont les seuls qui guident l'industriel dans le travail d'osmose dont le but est d'élever le coefficient salin du sirop de 3 à 4 degrés au-dessus de celui de la mélasse initiale (1), en faisant des eaux d'exosmose au coefficient 1 à 1,30, etc.

En Autriche et en Allemagne, on n'attache pas grande importance au coefficient salin, et le travail d'osmose est réglé tout simplement par les quotients apparents de pureté des produits. Soit par exemple le quotient de pureté de la mélasse initiale étant de 60, on travaillera de façon à obtenir un sirop d'un quotient de pureté de 70 en faisant des eaux d'exosmose ayant de 30 à 40 de pureté.

Pour déterminer ces quotients, on prend la densité des produits non avec un aréomètre B<sup>é</sup>, mais avec un saccharomètre Balling, donnant les taux en matière solides dissoutes, puis on fait la polarisation, qu'on multiplie par 100 et l'on divise par les degrés Balling pour avoir le quotient de pureté. Si la densité a été déterminée avec un aréomètre Baumé ou un densimètre Gay-Lussac, on recherche dans la table de concordance de Balling les degrés correspondant à la densité observée.

Ce procédé n'exige donc qu'un dosage de sucre seulement, en supprimant l'incinération qui est une opération très longue. Sous ce rapport, le procédé autrichien est très pratique, mais il ne nous paraît pas suffisant pour guider l'industriel dans le travail de l'osmose. Voici pourquoi :

Le saccharimètre Balling n'est autre chose qu'un densimètre indiquant non les degrés de densité, mais les concentrations de solutions de sucre pur, correspondant à la densité. Or, pour que cet instrument indique exactement les matières solides dissoutes, il faut que le liquide examiné contienne seulement du sucre ou d'autres matières qui ont la même densité que le sucre pur. Cela n'est point le cas ordinaire, car les sels qui accompagnent le sucre dans

1. On est guidé dans le travail par le *coefficient salin*, quoique l'effet de l'osmose soit aussi grande sur les matières organiques que sur les sels minéraux.

les différents produits de sucrerie sont d'une densité plus élevée que celle du sucre, de sorte que le saccharomètre Balling indique une concentration d'autant plus élevée que le liquide en question est plus salin (1). Par exemple, une solution de 15 % de chlorure de sodium possède la même densité qu'une solution sucrée de 27 %, etc. C'est ainsi qu'on dit que le saccharomètre Balling n'indique que les matières solides *apparentes* et le quotient de pureté résultant de ces chiffres, est appelé *quotients apparent de pureté*

Dans le contrôle fréquent de la fabrication du sucre de betteraves, le quotient de pureté, quoique apparent, joue cependant un certain rôle, en permettant d'évaluer l'effet de la carbonation, filtration au noir, etc., les chiffres étant suffisamment comparables entre eux. Mais dans le travail de l'osmose il y a des divisions tellement inégales du sucre et des sels anorganiques, que les quotients apparents de pureté de la mélasse initiale, du sirop osmosé et des eaux d'exosmose, sont absolument incomparables entre eux-mêmes. Il est donc presque impossible de tirer quelques conclusions sérieuses de pareilles indications, alors que les dosages des cendres nous fournissent des éléments très précis pour établir les coefficients salins qui sont des coefficients réels.

Quant au quotient réel de pureté, calculé avec les matières solides réelles dont le dosage exige une dessiccation complète du produit analysé, il pourrait bien servir au fabricant comme un précieux renseignement. Malheureusement, les dessiccations sont très longues et ne peuvent point remplacer les dosages de cendres, qu'on fait d'une manière très expéditive.

## B. — Essais comparatifs.

Pour élever à un certain point le coefficient salin du sirop osmosé, il faut enlever à la mélasse initiale une certaine quantité de sels.

Il est impossible d'éliminer des sels sans faire passer une certaine quantité de sucre dans les eaux d'exosmose; on cherche à maintenir ces dernières à un certain coefficient salin. Quelques industriels considèrent le coefficient salin de 1,00 comme une limite, en regardant comme perte inutile le sucre entré dans les eaux d'exosmose au-dessus de ce coefficient. Cela n'est pas toujours exact, car le sucre restant dans le sirop osmosé ne sera pas obtenu tout entièrement à l'état de produits cristallisés et il y a une large partie qui restera dans la mélasse finale, où il n'aura peut être pas plus de valeur qu'en étant

1. V. chapitre XI, *Analyse de liquides sucrés*, méthode rapide de Barbet.

dans les eaux d'exosmoses concentrées. Il faut donc se rendre compte d'abord par des essais comparatifs, des conditions qu'impose un travail avantageux.

Dans ce but, on monte avec du papier parchemin plusieurs osmogènes qu'on met en marche le même jour, mais dans des conditions différentes, afin de les poursuivre comparativement pendant toute la durée du parchemin. On détermine tous les jours les débits de chaque osmogène, en faisant couler dans des bacs jaugés les sirops osmosés et les eaux d'exosmose et en observant le temps nécessaire pour remplir un volume déterminé. On analyse tous les jours les échantillons moyens de chaque appareil et l'on aura ainsi tous les renseignements nécessaires pour se rendre compte de l'effet des différentes conditions. On verra d'abord l'effet de l'osmose par l'amélioration plus ou moins forte du coefficient salin du sirop et l'on calculera ensuite les rendements probables de la manière suivante :

Connaissant les volumes du sirop osmosé et de l'eau d'exosmose de chaque appareil, ainsi que leurs titres saccharins, il est facile de calculer la quantité de sucre totale sortant de l'osmogène par 24 heures. En multipliant le sucre total par 2, on aura *la quantité de mélasse initiale à 50 %*, de sucre, mise en travail par osmogène et par 24 heures. Ceci étant établi pour chaque appareil, on verra dans quelles conditions on pourra travailler la plus grande quantité de mélasse.

Puis on établira séparément les quantités de sucres contenues dans les sirops et dans les eaux d'exosmose, pour 100 de mélasse initiale. Soit par exemple un osmogène ayant produit par 24 heures :

- a, 3400 litres de sirop osmosé titrant 280 grammes de sucre par litre.
  - b, 6000 litres d'eaux d'exosmose titrant 28 grammes de sucre par litre.
- On aura :

$$\begin{aligned} 3400 \times 0.280 &= 952 \text{ kilogrammes sucre à l'état de sirop} \\ 6000 \times 0.028 &= 168 \text{ kilogrammes à l'état d'eaux d'exosmose.} \\ \text{Total} \dots &= 1120 \text{ kilogrammes sucre sortant de l'osmogène.} \end{aligned}$$

correspondant à 2,240 kilogrammes mélasse initiale par 24 heures.

$$\begin{aligned} \text{Sucre à l'état de sirop pour 100 de mélasse} &= 42.5 \% \\ \text{— des eaux d'exosmose} \dots \dots &= 7.5 \% \end{aligned}$$

Mais les 952 kilogrammes ou 42.5 % de sucre ne seront point obtenus entièrement à l'état de produits cristallisés, une partie devant rester dans la mélasse finale. Pour calculer ces rendements, il faut tenir compte du coefficient

salin du sirop osmosé. Soit par exemple que le coefficient de ce sirop étant de 8, c'est-à-dire qu'il y a 119 kilogrammes de cendres sur les 952 kilogrammes de sucre, la quantité de sucre qui restera dans la mélasse finale (après 2 osmose) sera  $119 \times 4.5 = 536$  kilogrammes, en admettant que la mélasse finale contienne du sucre au coefficient salin de 4.50 (coefficient établi par l'expérience industrielle). Ces 536 kilogrammes correspondent à 23.9 % de mélasse initiale.

Les 50 % de sucre contenu dans la mélasse initiale mise en travail seront donc divisés en :

18,6 %	à l'état	de produits cristallisés.
23,9 %	α	de mélasse finale.
7,5 %	»	des eaux d'exosmose.
<hr/>		
50,0 %		

En faisant des calculs analogues pour chaque appareil séparément et en comparant les chiffres entre eux, on verra lesquelles des différentes conditions essayées sont les plus avantageuses en permettant de transformer en sucre cristallisé la plus grande partie du sucre contenu dans la mélasse initiale.

### C. — Calcul de rendement.

Le calcul des rendements réellement obtenus par le travail d'osmose durant un certain temps ne présente aucune difficulté sérieuse, les quantités de masses-cuites et des eaux d'exosmose concentrées étant données par les capacités des bacs qui les contiennent, on les multipliera par leurs densités correspondantes pour avoir leur poids. La mélasse initiale est un peu difficile à évaluer, à défaut de bacs jaugés, etc. Il ne reste qu'à l'établir d'une façon indirecte. Connaissant d'un côté le poids de la masse cuite de 2<sup>e</sup> jet et son titre saccharin, et d'autre côté la quantité et la polarisation du sucre turbiné, on obtient par la différence la quantité de sucre sortant dans les égouts mis à l'osmose, laquelle multipliée par 2, exprimera la quantité de mélasse initiale titrant 50 % de sucre.

On peut aussi établir la mélasse initiale en additionnant les quantités de sucre contenues dans les masses-cuites d'osmose et dans les eaux d'exosmose et en doublant la somme obtenue. Mais ce procédé n'est pas suffisamment exact pour les calculs de rendement réellement obtenus, car il n'admet aucune

perte mécanique de sucre au courant du travail, perte qui est cependant impossible d'éviter.

La quantité de mélasse mise en œuvre étant connue, on établira les quantités de masses-cuites osmosées et de mélasse d'exosmose pour 100 de mélasse initiale et l'on calculera aussi le sucre contenu dans chacun de ces produits, comme il a été dit plus haut.

#### D.— Contrôle du travail pratique de l'osmose, indiqué par M. Leplay (1).

Les différentes déterminations de l'analyse chimique, telles qu'elles ont été indiquées ci-dessus, vont être examinées au point de vue des renseignements qu'elles peuvent fournir au travail pratique de l'osmose.

1° La densité des liquides à osmoser et osmosés indiquera pour les sirops ou la mélasse mise en osmose le point de départ de l'osmose et la quantité relative des sels qui doivent être éliminés. Ainsi, si l'on soumet à l'osmose une mélasse marquant 38° Baumé et l'autre 42° et que chacune de ces mélasses porte à la sortie de l'osmogène 15°, on pourra en conclure avec certitude qu'il y aura plus de sels éliminés et plus de sucre cristallisable régénéré par l'osmose, dans la mélasse mise en travail à 42° que dans celle qui ne marque que 38°. Le devoir du chimiste, dans ce cas, est d'avertir le fabricant de ce fait, afin de rectifier ou de faire rectifier le travail des turbines de manière à maintenir les sirops d'égout de 40° à 42°.

La densité du sirop osmosé indiquera la vitesse avec laquelle l'alimentation de la mélasse à l'osmogène doit se faire pour obtenir le degré d'osmose normal que l'on veut atteindre.

Si l'analyse a établie que le sirop osmosé doit couler à l'éprouvette à 15°, lorsque ce degré sera plus élevé, c'est que l'alimentation sera plus forte lorsqu'il sera plus bas, c'est que la mélasse ne coulera pas assez vite à l'osmogène.

La densité des eaux d'exosmose au-dessus du degré que l'on veut obtenir, indiquera que l'eau n'arrive pas à l'osmogène en suffisante quantité. Elle arrivera en trop grande quantité quand le degré des eaux d'exosmose sera trop faible.

La densité des mélasses osmosées, comparée aux résultats des analyses

1. V. Du Contrôle chimique dans l'application de l'osmose, par H. Leplay (Bulletin de l'Association des Chimistes, 1883, p. 166-167).

indiquera également, après diverses expériences comparatives, la densité à réaliser pour l'élimination d'une quantité de sels déterminée au coefficient cherché, c'est-à-dire au coefficient reconnu par la pratique comme résultat de l'application de l'osmose dans les conditions les plus économiques.

2° et 3° les déterminations du sucre par le saccharimètre et des sels par l'incinération sulfurique corrigés par le coefficient 0,9 donneront le moyen d'établir le coefficient salin et par le coefficient salin la quantité de sucre cristallisable qui se trouve libre dans la mélasse ou dans le sirop soumis à l'osmose et la quantité de sucre qui se trouve immobilisée à l'état de mélasse.

Dans la plupart des cas le rendement industriel se rapproche du rendement déduit de l'analyse, et les cas où on ne l'obtiendrait pas peuvent être prévus par les résultats même de l'analyse. Ainsi, par exemple, si l'on pratique la détermination du coefficient salin sur les masses-cuites osmosées et sur les sirops osmosés à leur sortie de l'osmogène à un moment donné et que l'on compare entre eux les nombres obtenus, on pourra reconnaître si le travail de l'osmose a été pratiqué avec la régularité qu'il exige; si ces quotients différent entre eux, on pourra en conclure que le travail de l'osmose a été mal conduit.

La même comparaison faite avec les eaux et la mélasse d'exosmose donnera la mesure de l'effet de l'osmose.

---

## XV.

### **Dosage du sucre perdu dans les divers résidus de fabrication.**

#### **A. — Résidus de l'extraction du jus.**

(1) *Pulpes de presse hydrauliques.* On prend pour le dosage du sucre un échantillon moyen de pulpe, comprenant les parties du milieu et du bord des gâteaux. A cet effet, on découpe exactement la quatrième partie de plusieurs gâteaux et on la réduit en une pulpe fine, soit sur une râpe, soit en

l'écrasant soigneusement entre les mains. Puis on pèse dans une capsule de nickel, ou de porcelaine, une certaine quantité de cette pulpe, par exemple 500 grammes, et l'on ajoute le double de cette quantité d'eau bouillante. On triture soigneusement pour rendre le mélange homogène, on laisse digérer pendant 10 à 15 minutes, puis on exprime au moyen d'une *forte presse* qui doit rendre en petit jus au moins les 9/10 de la quantité d'eau additionnée.

Cette pression ainsi que la température de l'eau ajoutée, sont de rigueur.

Le jus obtenu et bien mélangé est additionné de 10 pour 100 d'une solution étendue (1) de sous-acétate de plomb, agité, filtré et observé au saccharimètre dans un tube de 400 millimètres, les tubes de 200 millimètres n'étant pas suffisants pour un dosage exact. Les degrés observés, multipliés par 0,1782 pour les saccharimètres français, ou par 0,2865 pour les saccharimètres allemands, et divisés par 2 (l'observation étant faite dans un tube de 400 millimètres), donneront le sucre contenu dans ce jus. Mais comme ce jus provient de la dilution de 1 pulpe avec 2 d'eau, il faut multiplier le résultat obtenu par 3, pour avoir le sucre contenu dans la pulpe analysée (2).

Au lieu de ces calculs, on pourra multiplier les degrés lus par 0,2673, pour les saccharimètres français, ou par 0,4297 pour les instruments allemands, et l'on aura le sucre contenu dans la pulpe.

Les tables XLII et XLIII dressées par *Stammer* (3), suppriment les multiplications, etc.

(2) *Cossettes épuisées de la diffusion*. Les résidus de la diffusion (les cossettes épuisées), rendent suffisamment de jus sans qu'ils aient besoin d'être additionnés d'eau. On les fait passer par un hache-viande et l'on exprime la pulpe obtenue (aussi fine que possible) au moyen d'une presse très forte. On additionne le jus obtenu de 1/10 de sous-acétate dilué, on filtre après quelque temps, on ajoute quelques gouttes d'acide acétique pour faire disparaître le trouble qui se produit ordinairement dans la première portion filtrée et l'on fait l'observation dans un tube de 400 millimètres de longueur.

1. On l'obtient en mélangeant 2 litres d'eau avec 1 litre de sous-acétate de plomb concentré.

2. Ce calcul est légèrement inexact, parce que la pulpe contient un peu de matières insolubles; mais ceci est négligeable.

3. V. *Stammer*, sucre et non sucre (Bruxelles, 1888), p. 102.

TABLE XLII (POUR LES INSTRUMENTS FRANÇAIS)

1 partie de pulpes 2 parties d'eau. — Tube de 400 mm. — Poids normal de l'instrument 16 gr. 19. — Addition de 1/10<sup>e</sup> de sous-acétate.

Degrés du saccharimètre	Sucre % de pulpe	Degrés du saccharimètre	Sucre % 100 p. de pulpe		
				Dixièmes de degrés	Sucre % de pulpe
1	0.27	11	2.94		
2	0.53	12	3.20	0.1	0.03
3	0.80	13	3.47	0.2	0.05
4	1.07	14	3.74	0.3	0.08
5	1.33	15	4.00	0.4	0.11
6	1.60	16	4.27	0.5	0.13
7	1.87	17	4.54	0.6	0.16
8	2.14	18	4.81	0.7	0.19
9	2.40	19	5.07	0.8	0.21
10	2.67	20	5.34	0.9	0.24

TABLE XLIII (POUR LES INSTRUMENTS ALLEMANDS)

1 partie de pulpes 2 parties d'eau. — Tube de 400 mm. — Poids normal de l'instrument 26 gr. 048. — Addition 1/10<sup>e</sup> de sous-acétate.

Degrés du saccharimètre	Sucre % de pulpe	Degrés du saccharimètre	Sucre % de pulpe		
				Dixièmes de degrés	Sucre % de pulpe
1	0.43	11	4.72		
2	0.86	12	5.15	0.1	0.04
3	1.29	13	5.58	0.2	0.09
4	1.72	14	6.00	0.3	0.13
5	2.15	15	6.43	0.4	0.17
6	2.58	16	6.86	0.5	0.21
7	3.01			0.6	0.26
8	3.43			0.7	0.30
9	3.87			0.8	0.34
10	4.30			0.9	0.38

TABLE XLIV (POUR LES INSTRUMENTS FRANÇAIS)

*Jus de cossettes épuisées. — Tubes de 400 mm. — Poids normal de l'instrument 16 gr. 19. — Addition de 1/10<sup>e</sup> sous-acétate.*

Degrés du saccharimètre	Sucre % du jus des cossettes	Degrés du saccharimètre	Sucre 100 p. de jus des cossettes	Dixièmes	
				Degrés	Sucre en 100 p.
1	0.09	11	0.98		
2	0.18	12	1.07	0.1	0.01
3	0.27	13	1.16	0.2	0.02
4	0.36	14	1.25	0.3	0.03
5	0.45	15	1.34	0.4	0.04
6	0.53			0.5	0.05
7	0.62			0.6	0.06
8	0.71			0.7	0.07
9	0.80			0.8	0.08
10	0.89			0.9	0.09

TABLE XLV (POUR LES INSTRUMENTS ALLEMANDS)

*Jus de cossettes épuisées. — Tubes de 400 mm. — Poids normal de l'instrument 26 gr. 048. — Addition de 1/10<sup>e</sup> sous-acétate.*

Degrés du saccharimètre	Sucre % du jus des cossettes	Degrés du saccharimètre	Sucre % de jus des cossettes	Dixièmes	
				Degrés	Sucre
1	0.14	10	1.43	0.1	0.02
2	0.29	11	1.57	0.2	0.03
3	0.43	12	1.72	0.3	0.04
4	0.57	13	1.86	0.4	0.05
5	0.72	14	2.00	0.5	0.07
6	0.86	15	2.14	0.6	0.08
7	1.00			0.7	0.10
8	1.14			0.8	0.11
9	1.29			0.9	0.13

Les tubes de 200 millimètres ne devraient jamais être employés, leurs indications étant sans valeur dans ce cas.

Les degrés observés (après division par 2) fournissent par la multiplication avec le poids normal, divisé par 100, la richesse du jus en poids ou volume que l'on peut aussi regarder comme richesse des cossettes.

Pour supprimer les calculs, on se servira des tables XLIV et XLV dont l'usage n'a pas besoin d'être expliqué.

On peut aussi doser le sucre contenu dans le jus de cossettes, par la liqueur cuivrique, après inversion préalable du sucre par l'acide sulfurique ou chlorhydrique ; mais ce mode de dosage est plus long et moins exact que la méthode saccharimétrique.

Il va sans dire qu'on peut doser le sucre dans les cossettes épuisées de la même manière qu'on opère sur des cossettes fraîches, que nous décrirons plus loin, chapitre XVI.

(3) *Eaux de presses à pulpes.* — On y dose le sucre de la même manière que dans le jus obtenu par pression au laboratoire des cossettes épuisées, passées au hache-viande, et l'on fait usage des tables XLIV et XLV pour supprimer les calculs.

(4) *Eaux de vidange des diffuseurs.* — Les eaux de vidange contiennent encore moins de sucre que les eaux qui s'écoulent des presses à pulpes ; il importe donc de faire ce dosage avec beaucoup de soin.

On prend un verre de ces eaux que l'on clarifie avec 2 ou 3 gouttes d'acétate de plomb ; l'on filtre et l'on observe au saccharimètre dans un tube de 400 ou de 500 millimètres. Inutile de faire la correction pour le sous-acétate employé. Le nombre de degrés lus, multiplié par 0,081 pour le tube de 400 millimètres ou par 0,065 pour le tube de 500 millimètres (pour les saccharimètres français) donne immédiatement le taux en sucre % c., cubes. Si l'on clarifie au sous-acétate de manière à former un volume de 100-110 c. cubes, il faut multiplier les degrés du saccharimètre par 0,089 ou par 0,072, suivant que l'on a opéré avec un tube de 400 ou de 500 millimètres.

Les tables données plus haut, pour l'analyse des cossettes et des eaux de presses, suppriment les calculs.

Si la teneur en sucre est trop faible pour permettre l'observation saccharimétrique, on réduit par évaporation 250 c. cubes à 80 c. cubes, en y ajoutant quelques gouttes de sous-acétate de plomb. On verse ensuite le liquide concentré et refroidi dans un ballon jaugé à 100 c. cubes ; on ramène avec de

l'eau à 100 c. cubes ; on filtre et l'on polarise. Les degrés lus au saccharimètre sont divisés par 2,5 (ce qui revient à les multiplier par 0,4) ; puis, multipliés par 0,081 ou par 0,065, selon que l'observation a été faite dans un tube de 400 ou 500 millimètres ; on pourrait aussi multiplier directement les degrés lus par 0,032 pour le tube de 400, ou par 0,026 pour celui de 500. On peut aussi, dans ce cas, se servir des tables précédentes ; on n'a qu'à multiplier les résultats qu'elles donnent par 0,4 pour avoir le sucre % de ces eaux.

Pour calculer la perte pour 100 de betteraves, il faut connaître la quantité d'eau ajoutée à la diffusion. Quand on ne se sert pas d'air comprimé, les petites eaux représentent environ 120 litres pour 100 kilogrammes de betteraves. On multiplie alors le sucre pour 100 avec 1,20 pour obtenir la perte en sucre pour 100 de betteraves.

## B. — Résidus de la défilcation.

(1) *Écumes de carbonatation.* — Les écumes carbonatées de sucrerie contiennent du sucre dans deux états bien différents :

- a) à l'état de jus sucré ;
- b) à l'état de sucrate de chaux insoluble.

Pour contrôler le travail pratique des lavages des filtres-presses, il suffit de doser le *sucre à l'état de jus*, c'est-à-dire celui qu'on peut éliminer par un lavage méthodique. Pour établir la perte en sucre, il faut doser le *sucre total* contenu dans les écumes dans ses deux états différents. Le plus pratique est de faire chaque fois l'essai en double, en déterminant le *sucre à l'état de jus* d'un côté, et le *sucre total* d'un autre côté ; on aura alors par différence le *sucre à l'état de sucrate insoluble*. Voici la manière d'opérer (1) :

L'échantillon d'écumes est d'abord broyé dans un mortier et transforme une masse bien homogène, dont on prend ce qu'il faut pour faire les pesées.

On pèse deux échantillons de 15 gr. 70 d'écumes pour les instruments français, ou de 25 grammes pour les instruments allemands, que l'on malaxe chacun avec environ 50 c. cubes d'eau distillée, de manière à en faire une bouillie très légère. Il est recommandable de faire cette opération dans un petit mortier en verre, ayant un bec, tel qu'on emploie pour l'essai de sup-

1. Voir les notes que nous avons publiés sur ce sujet dans le *Bulletin de l'Association des Chimistes*, t. II, p. 314-315 et t. IV, p. 295-296.

persphosphates, etc. On verse l'échantillon n° 1 dans une fiole jaugée de 100 c. cubes ; on rince le mortier, on complète avec de l'eau le volume jaugé, on agite, on filtre, on ajoute une goutte d'acide acétique, et l'on observe au saccharimètre, dont les degrés, multipliés par le centième de la prise d'essai, indiquent le *sucré à l'état de fus*.

L'échantillon n° 2 est additionné d'un peu d'acide acétique, qu'on ajoute goutte à goutte, en agitant bien la masse, jusqu'à la décomposition complète du sucrate, ce qu'on reconnaît aisément par l'apparition d'une mousse blanche due à un commencement d'attaque du carbonate de chaux. On peut aussi se guider par la disparition de la réaction alcaline de la masse en employant le phénol phtaléique comme témoin alcalimétrique. Il importe d'éviter tout excès d'acide qui pourrait décomposer certains sels organiques de chaux et mettre en liberté des matières qui agissent sur la lumière polarisée. On verse le tout dans une fiole de 100 c. cubes, on ajoute 2 à 3 c. cubes de sous-acétate de plomb et de l'eau de manière à compléter le volume jaugé ; on agite, on filtre, on acidifie par une goutte d'acide acétique, et l'on observe au saccharimètre, dont les degrés, multipliés par le centième de la prise d'essai, indiquent le *sucré total* contenu dans les écumes. La différence des deux observations donnera le *sucré à l'état de sucrate insoluble*.

Les poids proposés de 15 gr. 70, au lieu de 16 gr. 20, pour les saccharimètres français, et de 25 grammes au lieu de 26 g. 05 pour les instruments allemands, ont été établis de manière à tenir compte du volume occupé par le carbonate de chaux insoluble, dont les écumes contiennent en moyenne 50 % de leur poids (1), et dont le poids spécifique est de 2,9.

Il est recommandable de faire les observations saccharimétriques dans des tubes de 400 ou 500 millimètres de longueur et diviser par 2 ou par 2,5 le nombre de degrés observés. On aura ainsi des résultats plus certains.

(2) *Ecumes non carbonatées, c'est-à-dire de la défécation simple.*— Le sucre contenu dans ces écumes se trouve *entièrement* à l'état de sucrate. On pèse la prise d'essai du saccharimètre dont on dispose, que l'on triture avec un peu d'eau, qu'on colore avec du phénol phtaléique et qu'on sature exactement avec de l'acide acétique. Le reste de l'opération se fait exactement comme pour le dosage du *sucré total* dans les écumes carbonatées.

1. Même lorsque les écumes en contiennent 40 ou 60 0/0, l'erreur qui en résulterait n'excéderait pas 0,05 0/0 de sucre.

### C. — Résidus de la fabrication.

(1) *Noir animal.* — Malgré le dégraissage à l'eau chaude, le noir sortant des filtres renferme encore une certaine quantité de sucre qu'il est difficile d'extraire d'une manière utile. Il importe de doser de temps à autre ce sucre perdu dans le noir, en opérant de la manière suivante :

Après la vidange d'un filtre on mélange bien le noir humide et l'on en prélève une certaine quantité qu'on broie dans un mortier en fonte, pour la transformer en poudre grossière. On pèse ensuite 100 grammes de cette poudre humide qu'on introduit dans une capsule de porcelaine et qu'on arrose avec 150 c. cubes d'eau distillée additionnée d'un peu de sous-acétate de plomb. On place la capsule sur un bain de sable et on la porte à l'ébullition, en agitant bien la masse avec un agitateur. On enlève la flamme, on décante dans une autre capsule le liquide surnageant le noir, qu'on remplace par une quantité égale d'eau chaude et l'on chauffe de nouveau. On répète trois ou quatre fois ce lavage méthodique, on réunit toutes ces eaux dans la même capsule, on y ajoute un peu de carbonate de soude et l'on évapore jusqu'à la réduction au volume de 80-90 c. cubes, on laisse refroidir, on sature exactement avec de l'acide acétique, on ajoute un ou deux centimètres cubes de sous-acétate de plomb, et de l'eau pour faire un volume de 100 c. cubes, on agite, on filtre et l'on observe le liquide filtré au saccharimètre, dont les degrés multipliés par le centième de la prise d'essai, donnent directement le sucre contenu dans 100 grammes de noir.

(2) *Eau de dégraissage des filtres.* — Le dosage du sucre contenu dans le noir étant un peu long et délicat, on se contente très souvent de doser le sucre contenu dans les dernières eaux de lavage de filtres, l'expérience ayant démontré que la teneur en sucre de ces eaux est à peu près égale à celle du noir même.

A cet effet, on prend dans un vase quelconque une grande quantité de ces eaux qu'on additionne d'un peu de sous-acétate de plomb, en agitant bien avec une baguette de verre, l'on filtre et l'on observe au saccharimètre dans un tube de 400 ou 500 millimètres de longueur. Il n'y a pas lieu de tenir compte du sous-acétate de plomb ajouté, qui n'influence en rien le résultat. On multiplie simplement avec 0,081 ou 0,065 les degrés observés au saccharimètre français, selon qu'on fait usage d'un tube de 400 ou de 500 millimètres.

Pour les instruments allemands, on multipliera avec 0,13025 ou 0,1042 les degrés observés, selon la longueur du tube employé.

La table XLVI est dressée pour l'usage des saccharimètres français.

TABLE XLVI

Degrés lus au sacchari- mètre	Sucre pour 100 cm. cub.		Degrés lus au sacchari- mètre	Sucre pour 100 cm. cub.	
	Tube de 100 m/m	Tube de 500 m/m		Tube de 100 m/m	Tube de 500 m/m
0.1	0.0081	0.0065	3.0	0.243	0.195
0.2	0.0162	0.0130	3.1	0.251	0.201
0.3	0.0243	0.0195	3.2	0.259	0.208
0.4	0.0324	0.0260	3.3	0.267	0.214
0.5	0.0405	0.0325	3.4	0.275	0.221
0.6	0.0486	0.0390	3.5	0.283	0.227
0.7	0.0567	0.0455	3.6	0.291	0.234
0.8	0.0648	0.0520	3.7	0.300	0.240
0.9	0.0729	0.0585	3.8	0.308	0.246
			3.9	0.316	0.253
1.0	0.081	0.065	4.0	0.324	0.260
1.1	0.089	0.071	4.1	0.332	0.266
1.2	0.097	0.078	4.2	0.340	0.273
1.3	0.105	0.084	4.3	0.348	0.279
1.4	0.113	0.091	4.4	0.356	0.285
1.5	0.121	0.098	4.5	0.364	0.292
1.6	0.129	0.104	4.6	0.373	0.299
1.7	0.138	0.110	4.7	0.381	0.305
1.8	0.146	0.117	4.8	0.389	0.312
1.9	0.154	0.124	4.9	0.397	0.318
2.0	0.162	0.130	5.0	0.405	0.325
2.1	0.170	0.137	5.1	0.413	0.331
2.2	0.178	0.143	5.2	0.421	0.338
2.3	0.185	0.150	5.3	0.429	0.344
2.4	0.194	0.156	5.4	0.437	0.351
2.5	0.202	0.162	5.5	0.445	0.357
2.6	0.210	0.169	5.6	0.453	0.364
2.7	0.218	0.175	5.7	0.461	0.370
2.8	0.227	0.182	5.8	0.469	0.377
2.9	0.235	0.188	5.9	0.477	0.383
			6.0	0.486	0.390

## QUATRIÈME PARTIE

---

L'essai de la matière première ayant une grande importance au triple point de vue commercial, industriel et agricole, nous y avons consacré la quatrième partie toute entière du présent volume, renfermant les chapitres XVI, XVII, XVIII, XIX et XX.

Le chapitre XVI traite de l'essai de betteraves en général, de la prise d'échantillon, de l'analyse ordinaire et de la détermination de la valeur industrielle de la betterave.

Le chapitre XVII renferme les méthodes nouvellement proposées pour doser le sucre directement dans les betteraves.

Le chapitre XVIII est consacré à la sélection chimique des betteraves-mères.

Le chapitre XIX indique la marche à suivre pour l'essai de cannes.

Enfin, le chapitre XX expose les principes de la *Comptabilité chimique de la sucrerie*, rendue pratique et exacte par le dosage direct de la matière première.

---

### XVI

#### **Essai de betteraves.**

##### A — Prise d'échantillon.

La richesse saccharine de la betterave et la pureté de son jus n'étant pas toujours en rapport avec les caractères extérieurs de la racine, la prise d'échantillon d'un lot de betteraves devient par conséquent une opération très délicate. Dans une expérience facile à répéter, on a constaté que sur 17 betteraves ayant poussé dans le même carré, en terre bien homogène, bien préparée, même graine, même fumure, on n'a pas trouvé deux sujets du même poids, du même titre saccharin et de la même pureté. Il est donc très difficile de choi-

si, dans un grand tas de betteraves, quelques racines de telle sorte qu'elles en représentent une moyenne suffisamment exacte. L'unique moyen qu'on puisse recommander pour composer un échantillon représentant approximativement la moyenne d'un grand lot, c'est de prélever un grand nombre de betteraves de la manière que nous allons indiquer, de placer les sujets prélevés dans l'ordre de leur grosseur, en les étalant sur une table ou sur le sol, et d'en prélever un échantillon proportionnel composé de 10 à 20 betteraves, destinées à l'analyse. Cet échantillon proportionnel doit être pris méthodiquement, en prenant par exemple la 1<sup>re</sup>, la 4<sup>me</sup>, la 8<sup>me</sup>, la 12<sup>me</sup> betterave, etc., ou bien la 1<sup>re</sup>, la 5<sup>me</sup>, la 10<sup>me</sup> betterave, etc., ou dans toute autre proportion, selon l'importance de l'échantillon primitif.

Ce système d'échantillonnage, recommandé par *Maercker et Pellet*, nous paraît plus pratique que celui qui consiste à râper toutes les racines composant l'échantillon primitif et de mélanger la râpüre qui en résulte, système préconisé par quelques chimistes.

La prise d'échantillon primitif s'opère de différentes manières, selon que les betteraves sont prélevées aux voitures de chargement, dans les tas ensilotés ou bien dans les champs avant l'arrachage.

Dans le premier cas, la prise d'échantillon primitif ne regarde pas directement le chimiste ; cette opération se fait ordinairement à la bascule de l'usine, au fur et à mesure de la réception ; on y fait la tare sur un poids important de betteraves, et l'on remet ensuite au laboratoire les racines nettoyées.

Dans le deuxième cas, lorsqu'il s'agit de prélever un échantillon de betteraves ensilotées, il ne faut point se contenter de prendre les racines qui sont à la partie extérieure du silo. Il faut pratiquer dans la masse du silo, de distance en distance, des tranchées atteignant le centre, et prélever, sans choisir, un certain nombre de racines à toutes les profondeurs, en formant ainsi un grand échantillon primitif qu'on réduira ensuite, de la manière indiquée, à un nombre de betteraves convenable pour l'analyse.

Dans le troisième cas, c'est-à-dire lorsque les betteraves se trouvent encore en terre, il faut opérer de la manière suivante, également recommandée par *Maercker et Pellet*, laquelle donne d'excellents résultats.

Selon l'étendue du champ on prélève un certain nombre de racines sur chaque ligne, ou toutes les deux, trois ou quatre lignes. L'échantillonneur marchant au bord de la pièce, perpendiculairement aux lignes, s'arrête toutes les quatre lignes par exemple. Il suit la ligne dans toute sa longueur et prend

tous les dix ou vingt pas la betterave qui se trouve à côté de son pied droit. De cette façon on aura un très grand échantillon qu'on réduira ensuite de la manière indiquée plus haut.

Il y a encore un quatrième cas qui regarde particulièrement le chimiste de sucrerie. C'est la prise d'échantillon moyen des betteraves mises en œuvre pendant 12 ou 24 heures, dans le but de constater par l'analyse la quantité de sucre entré en fabrication. Il n'y a que deux façons d'opérer pour arriver à des résultats approximativement exacts : soit qu'on prélève, sans choisir, une ou deux betteraves sur chaque pesée effectuée par la Régie, en formant ainsi un très grand échantillon qu'on divise ensuite en deux ou quatre parties égales et dont on râpe une partie ; on obtient ainsi un échantillon qui se rapproche beaucoup de la vraie moyenne ; ou bien, on renonce complètement à la prise de betteraves en les remplaçant par les cossettes fraîches tombant du coupe-racines. Cette dernière méthode est la plus exacte ; les betteraves étant suffisamment mélangées dans le coupe-racines, il suffit de prélever une poignée de cossettes à chaque chargement de diffuseur, qu'on place dans une boîte en fer blanc fermée hermétiquement. A l'abri de l'air, les cossettes fraîches se conservent, sans la moindre altération, pendant plus de 12 heures. On les fait passer par des instruments spéciaux pour les réduire en pulpe homogène.

### B. — Préparation du jus de betteraves.

Les 10 ou 20 betteraves composant l'échantillon définitif ne peuvent nullement être râpées toutes entièrement, car on obtiendrait dans ce cas une quantité considérable de pulpe qu'il serait difficile de rendre homogène. On préfère généralement de partager chaque betterave, par deux sections longitudinales passant par le centre de la tête et le pivot, en quatre parties égales, et l'on passe à la râpe un ou deux quarts de chaque betterave.

Comme on obtient le jus en exprimant la râpure de la betterave, il importe que cette râpure soit très fine et que la pression soit suffisamment forte, afin d'obtenir, sinon la totalité du jus renfermé dans les betteraves, mais la proportion la plus grande de ce jus.

La râpe à la main en fer blanc perforé fournit une pulpe très fine et exempte de semelles, mais elle est trop faible pour la réduction en pulpe d'un grand nombre de betteraves. A cet effet, on emploie la râpe représen-

tée par la fig. 51, qui se compose d'un tambour en bois, garni de lames à dents-de-scie, mis en mouvement à l'aide d'une manivelle et des roues den-

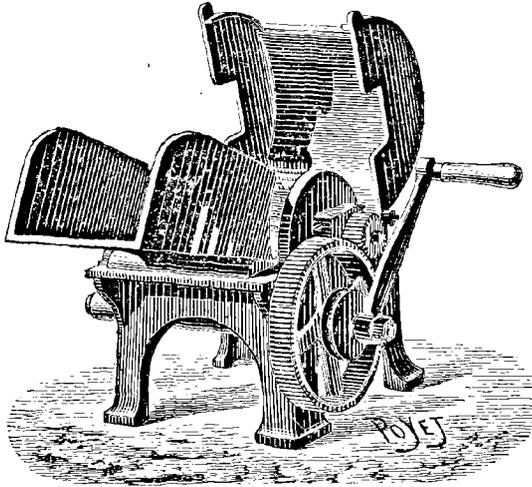


FIG. 51

tées. Le mécanisme repose sur un support en bois et il est muni d'un entonnoir en forme d'une petite nochière inclinée, destinée à recevoir les morceaux de betteraves qu'on pousse vers le tambour tournant. La pulpe produite est obtenue dans un vase posé au-dessous du tambour. La fig. 52, représente une râpe à volant, garnie d'un pousseur articulé, et pouvant être mise en mouvement par une transmission à vapeur ou à bras d'homme.

*Pellet et Lomont* ont imaginé une râpe spéciale à tambour conique, pour râper un grand nombre de racines sans les découper au préalable, l'appareil permettant de prendre sur chaque racine une tranche proportionnelle au poids de la betterave (environ  $\frac{1}{12}$ ), dans le sens de l'axe de celle-ci.

Cette râpe est représentée par les figures 53, 54 et 55. On en comprendra de suite la marche à l'inspection du triple dessin. La betterave est prise de chaque côté par un couteau-guide, exactement au centre de la racine, et poussée à la main sur le tambour conique garni de dents-de-scie qui fait une entaille d'une certaine ouverture (fig. 56). L'extrémité du tambour passe toujours par le centre de la racine (fig. 54).

Avec l'une ou l'autre de ces râpes on obtient une pulpe fine qu'on mélangera pîdemment dans une terrine et sur laquelle on prélève ce qu'il faut pour l'analyse. Si parfois on constatait dans la pulpe une semelle, on n'au-

rait qu'à la passer à un petit hache-viande coupant pour obtenir l'homogénéité désirée. Après râpage on nettoie la râpe avec une brosse en chiendent, ce qui est très rapide et l'on évite, autant que possible, le nettoyage à l'eau.

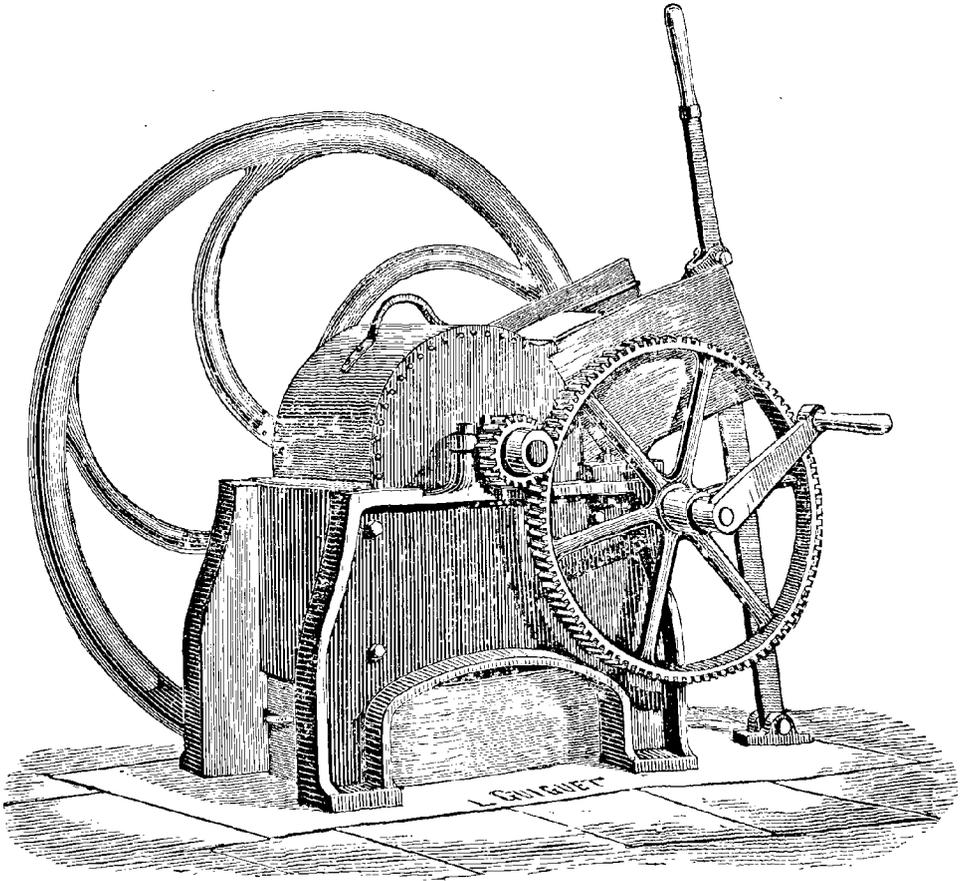


FIG. 52

Si l'échantillon se compose de cossettes fraîches prélevées au coupe-racines, les râpes décrites ne peuvent pas servir pour les réduire en pulpe. Dans ce cas on a recours au hache-viande perfectionné (fig. 57), ou à la râpe centrifuge de *G. et A. Le Docte* (fig. 58).

Le hache-viande ordinaire à deux cylindres à cannelures hélicoïdales, ne donnant pas de bons résultats avec des cossettes fraîches, il est préférable d'employer le hache-viande perfectionné représenté par la figure 57, qui n'a

qu'un seul cylindre de fonte C, armé de dents parallépipédiques disposées sur une ligne hélicoïdale. Les cossettes sont introduites dans l'entonnoir A, alors qu'on tourne la manivelle pour imprimer au cylindre C un mouvement de rotation. Pendant ce mouvement, les dents du cylindre C enchaînent les cossettes qui passent alternativement entre deux lames aiguisées. Les cossettes se trouvent ainsi découpées à lamelles excessivement fines formant une pulpe très divisée, sortant par r, pour être recueillie dans une terrine. Après mélange intime, on prélève la quantité de pulpe nécessaire pour l'essai saccharimétrique.

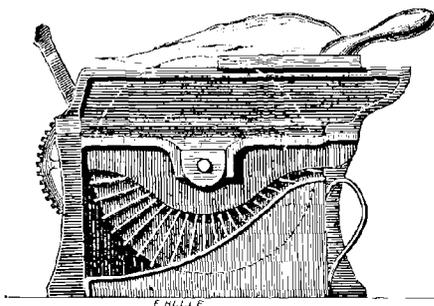


FIG. 53

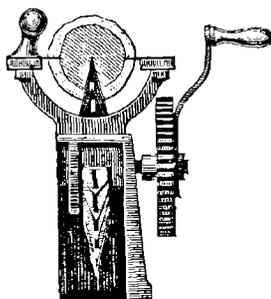


FIG. 54

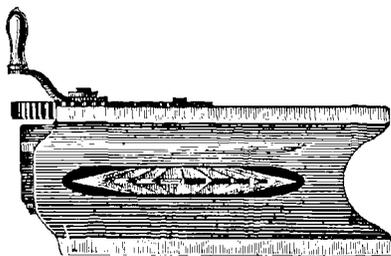


FIG. 55

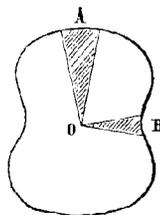


FIG. 56

L'appareil *Le Docte* fig. 58, est basé sur un autre principe. Les cossettes introduites par l'entonnoir dans le tambour intérieur, sont ramassées par un système de palettes, projetées ensuite contre la surface râpante et entraînées suivant son périmètre. La surface râpante est formée par une toile métallique perforée, à bavure intérieure, dont la forme et la dimension des trous ont été déterminées par l'expérience en vue de l'effet à produire. La râpure

réduite au degré de ténuité voulu et réglé par la toile métallique, est projetée à l'extérieur dans un réservoir posé au-dessous de l'appareil. La râpure

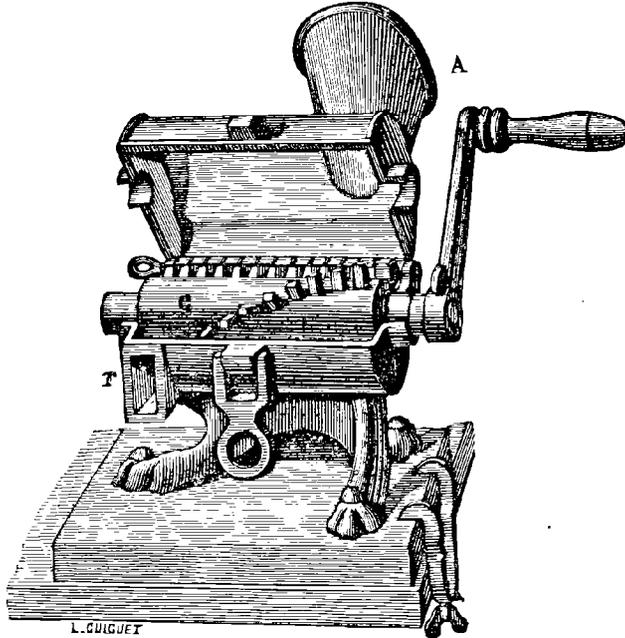


FIG. 57

obtenue est d'une grande finesse et peut être comparée avec celle qui résulte

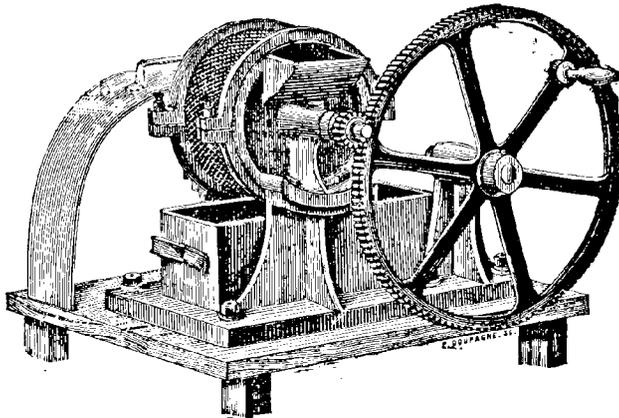


FIG. 58

du râpage de racines au moyen des meilleures râpes, au double point de vue de la quantité de jus extractible et de la composition de ce jus.

La pulpe préparée est introduite dans un petit sac en toile, à fond rond, et placé sur le plateau d'une presse à vis ordinaire (fig. 59) ou d'une presse à levier (fig. 60), permettant d'exprimer environ 65 à 70 % de jus de la pulpe.

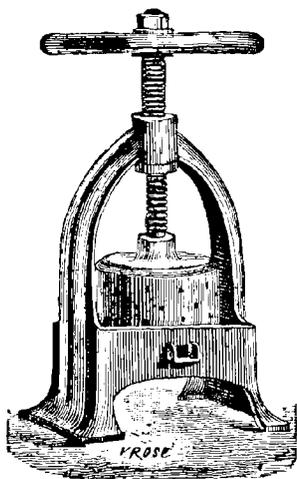


FIG. 59

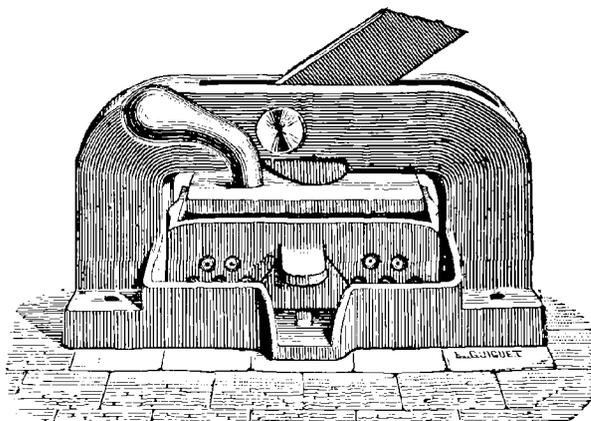


FIG. 60

Pour obtenir de bons résultats, il est nécessaire que les sacs qu'on remplit avec de la pulpe soient confectionnés d'un tissu fort et très serré, et que leur capacité soit plus grande que ne le demande le volume de la pulpe. On dispose le sac sur un large entonnoir placé sur l'éprouvette destinée à recevoir le jus, et l'on fait tomber la pulpe dans le sac au moyen d'une spatule qu'on appuie un peu sur la surface de la rapure afin de la laisser égoutter quelques instants. On replie alors, en le tournant toujours sur l'entonnoir, les bords sur le milieu du sac, et on le porte sur le plateau fixe de la presse. Celle-ci est fixée solidement sur une table ou support en bois, assez haut pour que le jus recueilli dans le récipient de la presse puisse couler directement dans l'éprouvette. On presse d'abord tout doucement et l'on augmente lentement la pression, en laissant le jus s'écouler entre chaque pression. On continue ainsi jusqu'à l'épuisement complet de la pulpe, c'est-à-dire jusqu'au moment où elle ne rend plus une goutte de jus.

Comme la composition du jus varie avec le degré de la pression, il faut avoir soin de bien mélanger la totalité du jus recueilli dans l'éprouvette, afin de le rendre homogène.

MM. *Vlasto et Jean* ont construit (1) une presse spéciale (fig. 61) permettant d'obtenir une pression fixe et déterminée.

Elle est à double voie et la pression obtenue y est indiquée par un bon manomètre en communication avec un liquide renfermé dans un espace clos, au-dessous du piston qui supporte le panier contenant la râpüre. Le piston est disposé d'une façon spéciale sur une membrane flexible, qui le sépare du liquide. Ce dernier étant incompressible, la pression exercée sur le piston agit sur la membrane et sur le liquide, qui communique sa pression au manomètre. Pour faire fonctionner cette presse, on tourne d'abord le volant V qui fait descendre dans le sceau en tôle perforée le plateau compresseur monté librement sur la vis A. Ce mouvement n'est possible que lorsque le cliquet C est glissé à la partie supérieure de la rainure à baïonnette rangée dans la vis A. Lorsqu'on éprouve une trop grande résistance pour arriver à la pression voulue, on fait retomber le cliquet C dans son logement et l'on tourne le volant V' en suivant en même temps la marche de l'aiguille sur le manomètre M.

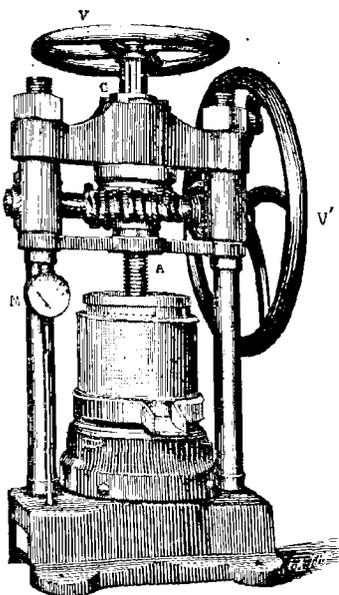


FIG. 61

L'expérience terminée on remonte le cliquet C dans la rainure et en quelques coups de volant V le piston est remonté. On tire en avant le plateau compresseur qui est à coulisses, on retire le tourteau et la presse est ainsi toute prête pour une nouvelle opération.

Quelques chimistes préconisent d'exprimer le jus de la pulpe au moyen d'une presse stérhydraulique très forte (fig. 62), permettant de monter la pression jusqu'à 300 atmosphères. Comme dans la presse précédente le plateau destiné à recevoir les sacs de pulpe n'est pas fixé ; il repose sur un piston qui monte et qui descend dans un cylindre rempli d'un liquide (glycérine), soumis à la pression produite par la vis horizontale.

1. Par les soins de la Société Centrale des Produits Chimiques, 44, rue des Écoles, à Paris.

Pour faire fonctionner la presse, on monte d'abord la manivelle inférieure qui est combinée avec la vis horizontale et le piston hydraulique, et l'on tourne la dernière en sens inverse aussi longtemps que possible. On amène le disque sur lequel repose le cylindre perforé dans sa position la plus basse, en tournant la vis perpendiculaire au moyen du volant qui est mû à la main.

Puis on relève le disque de pression, en retournant la vis verticale à la position la plus élevée. Le cylindre perforé, posé verticalement entre les tringles qui portent la tête de la presse, sert à recevoir la pulpe en sac. Le cylindre étant rempli de pulpe, on exerce la première pression au moyen du grand volant.

Lorsque la vis supérieure est assez enfoncée pour qu'on ne puisse plus mouvoir le volant, on exerce la pression principale en tournant la manivelle latérale ce qui fait entrer le piston hydraulique dans le cylindre presseur. L'index noir du manomètre indique les pressions jusqu'à 500 atmosphères, maximum pour lequel la presse est essayée par le construc-

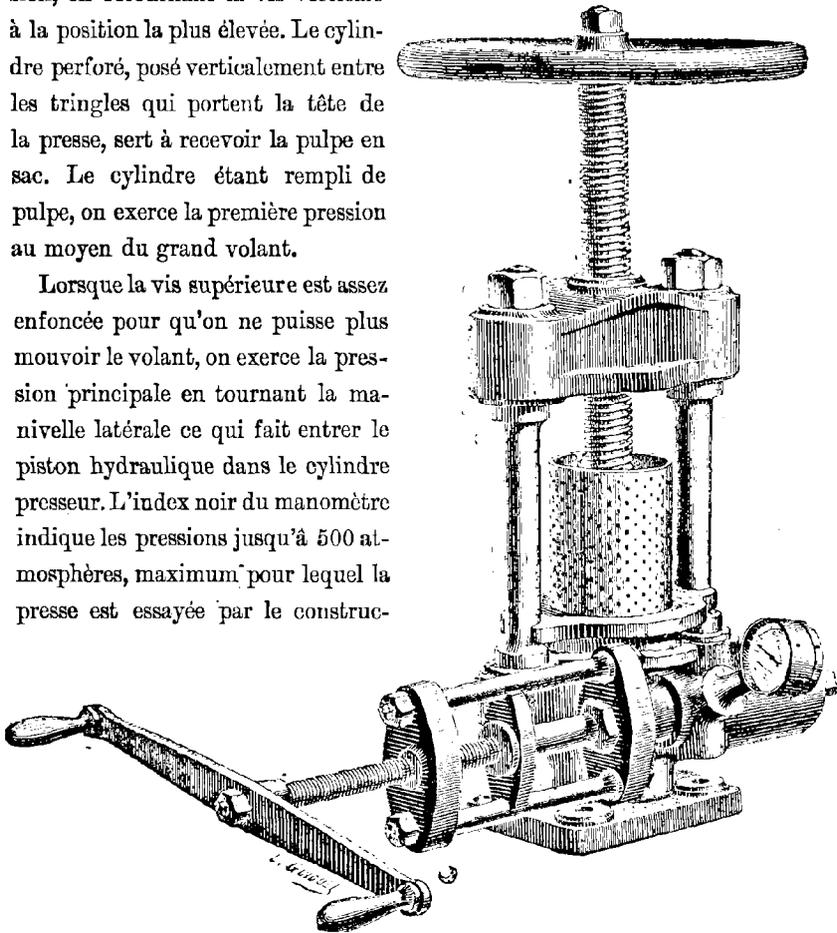


FIG. 62

teur, mais on ne doit pas dépasser 300 atmosphères, ce qui du reste suffit pleinement. Si la pression dépassait 300 atmosphères, les tringles portant la tête de la presse pourraient se casser. Pour pouvoir bien contrôler les pres-

sions, il y a aussi sur le manomètre un index rouge qui ne retourne pas de lui-même quand la pression diminue ; il reste dans la position qui lui est donnée par la pression la plus forte, et il faut faire retourner cet index à la main. Dans ce but on ouvre le manomètre en y faisant entrer la petite clef qu'on doit tourner un peu à droite ; pendant cette manipulation, il faut tenir ferme avec la main gauche le bord de la boîte en laiton.

Si l'on a parfaitement enfoncé le piston dans le cylindre de pression horizontal et si l'on désire toujours augmenter la pression, on doit ramener le piston et recommencer à tourner le volant, aussi longtemps que cela se peut. Alors on peut de nouveau visser le piston inférieur en tournant la manivelle jusqu'au point où le manomètre indique 300 atmosphères, si toutefois l'on veut exercer une pression aussi forte.

L'opération ainsi achevée, on doit tout d'abord retirer le piston horizontal en le tournant en sens inverse, au moyen de sa manivelle. Puis, il s'agit de dégager le sac avec la pulpe de l'intérieur du cylindre perforé. En tournant le volant de la vis perpendiculaire dans le sens inverse, on fait remonter son disque inférieur et avec celui-ci le sac à pulpe et le cylindre perforé qui y restent suspendus et qui ne s'en détachent pas facilement. Lorsque le cylindre est arrivé au sommet de la presse, on l'y attache par deux anses disposées à cet effet, et l'on enfonce de nouveau la vis. Par ce moyen, le sac avec la pulpe est dégagé par le bout *inférieur du cylindre suspendu*.

Avec la presse stérhydraulique, on obtient une proportion de jus bien plus grande qu'avec les presses ordinaires. Il est très pratique de diviser la pulpe en plusieurs parties dont on remplit un nombre égal de sacs, en interposant entre deux sacs une plaque de tôle de diamètre égal (ou un peu inférieur) à celui du plateau du piston hydraulique. On obtient ainsi une pression plus régulière.

Le jus sortant de la presse et recueilli dans l'éprouvette contient souvent bien des matières en suspension, dont les unes se précipitent au fond de l'éprouvette et les autres, les plus légères, remontent à la surface. Pour débarrasser le jus de ces matières souvent visqueuses, qui sont nuisibles aux opérations de l'analyse, on emploie souvent des éprouvettes munies d'un robinet placé à 2 ou 3 centimètres au-dessus du fond. On laisse reposer le jus dans cette éprouvette pendant 5 à 15 minutes, temps suffisant pour faire remonter à la surface les bulles d'air qui forment une mousse blanche et pour faire déposer les matières en suspension, puis on soutire avec précaution le jus inter-

médiaire entre les mousses et les impuretés précipitées, et on le reçoit dans une éprouvette plus petite, dans laquelle on plonge le densimètre ou le saccharomètre Balling, suivant l'usage du pays.

### C. — Analyse du jus.

La betterave se compose d'un tissu cellulaire qui renferme le jus sucré en proportion d'environ 95 à 96 % du poids de la racine ; or, le tissu cellulaire étant lui-même insoluble, les matières dissoutes se trouvent uniquement dans le jus et il suffit de faire les dosages divers sur celui-ci pour en déduire ensuite, au moyen du coefficient 0.95 ou 0.96, les proportions des matières dissoutes pour 100 de betteraves.

L'analyse du jus extrait de la pulpe ne diffère en rien de celle des liquides sucrés en général que nous avons décrit dans le chapitre XI. La seule différence entre l'analyse du jus de betteraves et celle d'un jus sucré en fabrication consiste en ce que, dans le dernier, les dosages sont souvent représentés en tant % du volume, c'est-à-dire en grammes pour 100 c. cubes, la quantité d'un jus étant généralement exprimée en hectolitres ; tandis que tous les dosages faits sur le jus de betteraves doivent être exprimés en tant *pour* 100 *grammes* de jus, les seuls chiffres ayant un rapport direct avec la betterave dont la teneur en jus est exprimée en proportion du poids.

L'analyse du jus comprend ordinairement la *densité*, les *matières dissoutes apparentes*, le *sucre cristallisable*, le *sucre inverti*, les *cendres*, etc., dont on déduit le *quotient de pureté* et le *coefficient salin*. Les dosages de l'eau et des matières dissoutes réelles ne se font que rarement, dans un but spécial dont nous parlerons plus loin.

(1) *Densité*. On place sur une table bien horizontale, l'éprouvette contenant le jus et l'on y plonge tout doucement le densimètre, afin qu'il flotte librement dans le centre du liquide sans toucher aux parois de l'éprouvette. Celle-ci doit être d'un diamètre intérieur d'au moins 3 centimètres plus grand que celui du corps de l'instrument. Après quelques oscillations, le flotteur s'arrête à un certain point de sa tige qui indique la densité. On observe le point où le densimètre affleure le jus, en fixant l'œil à la hauteur de la surface du liquide.

Comme le jus de betteraves n'est pas transparent, on constatera seulement le trait de l'échelle qui est nettement visible et non celui qui est caché sous

le ménisque qui remonte le long de la tige, quoique cela n'est pas rigoureusement exact (\*). Si par exemple le point d'affleurement se trouve au trait 6°2 de telle façon que le trait 2 soit nettement visible, la densité sera de 1.062 ou 6°2 par abréviation ; mais si ce trait, bien que visible à travers la transparence du liquide, se trouvait légèrement caché sous le ménisque, la densité ne sera que de 1.061 ou 6°1.

Ordinairement la division de l'échelle densimétrique indique les densités en abréviation : 0°, 1°, 2°, 3° etc., au lieu de 1.00, 1.01, 1.02, 1.03 etc. ; le zéro de l'instrument correspond à la densité de l'eau distillée à 4° C., qui est prise comme unité (\*). En pratique on désigne les densités en abréviation par le mot *degré* et l'on dit 6°4 pour la densité de 1.064 etc.

La densité ainsi exprimée joue un rôle très important dans l'industrie sucrière française où elle sert souvent comme base de transactions entre fabricants et cultivateurs pour régler le prix de la betterave selon sa richesse saccharine. On admet généralement que la richesse saccharine % de jus de betteraves est approximativement égale au double de la densité de ce jus, c'est-à-dire qu'un jus de betteraves marquant 6°2 au densimètre contient environ 12.40 % de sucre du jus, ce qui est le cas général de betteraves normales. Bien que cette hypothèse n'est qu'empirique, la densité étant accusée non seulement par le sucre, mais aussi par les matières étrangères qui forment les impuretés du jus, elle a son importance industrielle pour la réception des betteraves, parce que *la densité est facile à vérifier*, alors que le dosage du sucre contenu dans le jus est une opération délicate qu'on ne peut confier qu'à des personnes expérimentées.

La densité doit être constatée à 15° C. ; on plonge donc, après avoir constaté la densité, un thermomètre dans le jus soumis à l'épreuve et l'on observe sa température ; si celle-ci n'est pas de 15° C., soit en dessus ou au dessous, on consultera la table de correction de Dupont (v. p. 74-75) afin d'y trouver la densité correspondante à 15° C.

(2) *Matières dissoutes.* Connaissant la densité exacte du jus, on trouvera dans la table de concordance de Dupont les matières dissoutes apparentes contenues dans 100 grammes de jus, comme nous l'avons expliqué dans le

1. Bien que la prise de densité de liquides transparents se fait autrement (V. p. 214) nous conseillons de maintenir cette pratique pour le jus de betteraves.

2. L'usage en sucrerie de densimètres construits sur cette base et contrôlés par l'État a été rendu obligatoire par un Décret en date du 6 juin 1889, suivi d'un Règlement en date du 2 août de la même année.

TABLE

Degrés lus au saccharimètre	Densités réelles										
	5	5.1	5.2	5.3	5.4	5.5	5.6	5.7	5.8	5.9	6
	Matières dissoutes pour										
	12.60	12.84	13.08	13.31	13.55	13.78	14.02	14.25	14.48	14.71	14.94

Sucre pour 100

40	6.61	6.60	6.60	6.59	6.58	6.58	6.57	6.57	6.56	6.56	6.55
41	6.77	6.76	6.76	6.75	6.74	6.73	6.73	6.72	6.72	6.71	6.70
42	6.93	6.92	6.91	6.90	6.89	6.89	6.88	6.88	6.87	6.86	6.86
43	7.10	7.10	7.09	7.08	7.08	7.07	7.07	7.06	7.06	7.05	7.05
44	7.28	7.27	7.26	7.26	7.25	7.25	7.24	7.23	7.23	7.22	7.22
45	7.46	7.45	7.44	7.43	7.42	7.42	7.41	7.41	7.40	7.40	7.39
46	7.63	7.62	7.61	7.60	7.59	7.59	7.58	7.58	7.57	7.56	7.56
47	7.78	7.78	7.77	7.76	7.75	7.75	7.74	7.74	7.73	7.72	7.72
48	7.96	7.95	7.95	7.94	7.93	7.92	7.92	7.91	7.90	7.89	7.89
49	8.13	8.12	8.11	8.10	8.10	8.09	8.08	8.07	8.07	8.06	8.06
50	8.30	8.29	8.28	8.27	8.26	8.26	8.25	8.25	8.24	8.23	8.23
51	8.47	8.46	8.45	8.44	8.43	8.43	8.42	8.41	8.41	8.40	8.40
52	8.64	8.63	8.62	8.61	8.61	8.60	8.60	8.59	8.58	8.57	8.57
53	8.82	8.81	8.80	8.79	8.78	8.78	8.77	8.76	8.75	8.74	8.74
54	8.98	8.98	8.97	8.96	8.95	8.95	8.94	8.93	8.93	8.92	8.91
55	9.16	9.15	9.14	9.13	9.12	9.12	9.11	9.10	9.10	9.09	9.08
56	9.33	9.32	9.31	9.30	9.29	9.29	9.28	9.27	9.26	9.25	9.25
57	9.50	9.49	9.48	9.47	9.46	9.46	9.45	9.44	9.43	9.42	9.42
58	9.63	9.65	9.64	9.64	9.63	9.62	9.61	9.60	9.60	9.59	9.58
59	9.83	9.82	9.82	9.81	9.80	9.79	9.78	9.77	9.76	9.75	9.74
60	10.00	9.98	9.97	9.96	9.96	9.95	9.94	9.93	9.92	9.91	9.90
	5	5.1	5.2	5.3	5.4	5.5	5.6	5.7	5.8	5.9	6

**XLVII**

à 15° C.										Degrés jus au saccharimètre
6.1	6.2	6.3	6.4	6.5	6.6	6.7	6.8	6.9	7	
100 grammes de jus.										
15.17	15.40	15.63	15.86	16.09	16.32	16.55	16.78	17.01	17.24	

grammes de jus.

6.54	6.53	6.53	6.52	6.51	6.50	6.49	6.48	6.47	6.46	40
6.70	6.69	6.68	6.67	6.67	6.66	6.66	6.65	6.64	6.64	41
6.85	6.85	6.84	6.83	8.83	6.82	6.82	6.81	6.81	6.80	42
7.04	7.03	7.02	7.01	7.01	7.00	5.99	6.98	6.97	6.97	43
7.21	7.20	7.19	7.18	7.18	7.17	7.16	7.15	7.14	7.14	44
7.38	7.37	7.36	7.36	7.35	7.35	7.34	7.33	7.32	7.32	45
7.55	7.54	7.53	7.52	7.52	7.51	7.50	7.49	7.48	7.48	46
7.71	7.70	8.69	7.68	7.68	7.67	7.67	7.66	7.65	7.65	47
7.88	7.87	7.86	7.86	7.85	7.84	7.84	7.83	7.82	7.82	48
8.05	8.04	8.03	8.02	8.02	8.01	8.00	7.99	7.98	7.98	49
8.22	8.21	8.20	8.20	8.19	8.18	8.18	8.17	8.16	8.16	50
8.39	8.38	8.37	8.37	8.36	8.36	8.35	8.34	8.34	8.33	51
8.56	8.55	8.54	8.53	8.53	8.52	8.51	8.50	8.50	8.49	52
8.73	8.72	8.71	8.70	8.70	8.69	8.69	8.68	8.67	8.67	53
8.90	8.89	8.88	8.87	8.87	8.86	8.85	8.84	8.84	8.83	54
9.07	9.06	9.05	9.04	9.04	9.03	9.02	9.01	9.00	9.00	55
9.24	8.23	9.22	9.21	9.21	9.20	9.19	9.18	9.17	9.17	56
9.41	9.40	9.39	9.38	9.38	9.37	9.36	9.35	9.34	9.34	57
9.57	9.56	9.56	9.55	9.54	9.53	9.52	9.52	9.51	9.50	58
9.73	9.72	9.72	9.71	9.70	9.69	9.68	9.68	9.67	9.66	59
9.89	9.88	9.87	9.86	9.85	9.84	9.83	9.82	0.81	9.80	60
6.1	6.2	6.3	6.4	6.5	6.6	6.7	6.8	6.9	7	

TABLE

Degrés lus au saccharimètre	Densités réelles										
	6	6.1	6.2	6.3	6.4	6.5	6.6	6.7	6.8	6.9	7
	Matières dissoutes pour										
	14.95	15.17	15.40	15.63	15.86	16.09	16.32	16.55	16.78	17.01	17.24

Sucre pour 100

60	9.90	9.89	9.88	9.87	9.86	9.85	9.84	0.83	9.82	9.81	9.80
61	10.08	10.07	10.06	10.05	10.04	10.03	10.02	10.01	10.00	9.99	9.98
62	10.24	10.23	10.22	10.21	10.20	10.19	10.18	10.17	10.16	10.15	10.14
63	10.40	10.39	10.38	10.37	10.36	10.35	10.34	10.33	10.32	10.31	10.30
64	10.57	10.56	10.55	10.54	10.53	10.52	10.51	10.50	10.49	10.48	10.47
65	10.74	10.73	10.72	10.71	10.70	10.69	10.68	10.67	10.66	10.65	10.64
66	10.91	10.90	10.89	10.88	10.87	10.86	10.85	10.84	10.83	10.82	10.81
67	11.08	11.07	11.06	11.05	11.04	11.03	11.03	11.02	11.01	11.00	10.99
68	11.25	11.24	11.23	11.22	11.21	11.20	11.19	11.18	11.17	11.16	11.15
69	11.42	11.41	11.40	11.39	11.38	11.37	11.36	11.35	11.34	11.33	11.32
70	11.59	11.58	11.57	11.56	11.55	11.54	11.53	11.52	11.51	11.50	11.49
71	11.75	11.74	11.73	11.72	11.71	11.70	11.69	11.68	11.67	11.66	11.65
72	11.92	11.91	11.90	11.89	11.88	11.87	11.86	11.85	11.84	11.83	11.82
73	12.09	12.08	12.07	12.06	12.05	12.04	12.03	12.02	12.01	12.00	11.96
74	12.26	12.25	12.24	12.23	12.22	12.21	12.20	12.19	12.18	12.17	12.16
75	12.43	12.42	12.41	12.40	12.39	12.38	12.37	12.36	12.35	12.34	12.33
76	12.59	12.58	12.57	12.56	12.55	12.54	12.53	12.52	12.50	12.49	12.48
77	12.77	12.76	12.75	12.73	12.72	12.71	12.70	12.69	12.67	12.66	12.65
78	12.94	12.93	12.92	12.90	12.89	12.88	12.87	12.86	12.84	12.83	12.82
79	13.10	13.09	13.08	13.07	13.06	13.05	13.04	13.03	13.01	13.00	12.99
80	13.27	13.26	14.25	13.23	13.22	13.21	13.20	13.19	13.17	13.16	13.15
	6	6.1	6.2	6.3	6.4	6.5	6.6	6.7	6.8	6.9	7

**XLVIII**

à 15° C.										Degrés lus au saccharimètre
7.1	7.2	7.3	7.4	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8	
100 grammes de jus.										
17.47	17.69	17.92	18.15	18.37	18.60	18.82	19.04	19.27	19.50	

grammes de jus.

9.80	9.79	9.78	9.77	9.76	9.75	9.74	9.73	9.72	9.71	60
9.97	9.96	9.95	9.94	9.93	9.92	9.91	9.90	9.90	9.89	61
10.13	10.12	10.11	10.10	10.09	10.08	10.07	10.06	10.05	10.04	62
10.29	10.28	10.27	10.26	10.25	10.24	10.23	10.22	10.21	10.20	63
10.46	10.45	10.44	10.43	10.42	10.41	10.40	10.39	10.38	10.37	64
10.63	10.62	10.61	10.60	10.59	10.58	10.57	10.56	10.54	10.54	65
10.80	10.79	10.78	10.77	10.76	10.75	10.74	10.73	10.72	10.71	66
10.98	10.97	10.96	10.95	10.94	10.93	10.92	10.91	10.90	10.89	67
11.14	11.13	11.12	11.11	11.10	11.09	11.08	11.07	11.06	11.05	68
11.31	11.30	11.29	11.28	11.27	11.26	11.25	11.24	11.23	11.22	69
11.48	11.47	11.46	11.45	11.44	11.43	11.42	11.41	11.40	11.39	70
11.64	11.63	11.62	11.61	11.60	11.59	11.58	11.57	11.56	11.55	71
11.81	11.80	11.79	11.78	11.77	11.76	11.75	11.74	11.73	11.72	72
11.98	11.97	11.96	11.95	11.94	11.93	11.92	11.91	11.90	11.89	73
12.15	12.14	12.13	12.12	12.11	12.10	12.09	12.08	12.07	12.06	74
12.32	12.31	12.30	12.29	12.28	12.27	12.26	12.25	12.23	12.22	75
12.46	12.45	12.44	12.43	12.42	12.41	12.40	12.39	12.38	12.37	76
12.64	12.63	12.62	12.61	12.60	12.59	12.58	12.56	12.55	12.54	77
12.81	12.79	12.78	12.77	12.76	12.75	12.74	12.73	12.72	12.71	78
12.98	12.97	12.95	12.94	12.93	12.92	12.91	12.89	12.88	12.87	79
13.14	13.13	13.11	13.10	13.09	13.08	13.07	13.05	13.04	13.03	80
7.1	7.2	7.3	7.4	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8	

**TABLE**

Degrés jus au saccharimètre	Densités réelles										
	7	7.1	7.2	7.3	7.4	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8
	Matières dissoutes pour										
	17.24	17.47	17.69	17.92	18.15	18.37	18.60	18.82	19.04	19.27	19.50
	Sucre pour										
80	13.15	13.14	13.13	13.11	13.10	13.09	13.08	13.07	13.05	13.04	13.03
81	13.31	13.30	13.29	13.27	13.26	13.25	13.24	13.23	13.21	13.20	13.19
82	13.46	13.45	13.44	13.43	13.42	13.41	13.40	13.39	13.38	13.36	13.35
83	13.63	13.62	13.61	13.59	13.58	13.57	13.56	13.55	13.54	13.53	13.52
84	13.80	13.79	13.78	13.76	13.75	13.74	13.73	13.72	13.71	13.70	13.69
85	13.96	13.95	13.94	13.92	13.91	13.90	13.89	13.88	13.86	13.85	13.84
86	14.13	14.12	14.11	14.09	14.08	14.07	14.06	13.05	14.03	14.02	14.01
87	14.30	14.29	14.28	14.26	14.25	14.24	14.23	14.21	14.19	14.18	14.17
88	14.47	14.46	14.45	14.43	14.42	14.41	14.40	14.39	14.37	14.36	14.35
89	14.64	14.63	15.62	14.60	14.59	14.58	14.57	14.56	14.54	14.53	14.51
90	14.81	14.80	15.79	14.77	14.76	14.74	14.73	14.72	14.70	14.69	14.68
91	14.98	14.97	14.96	14.94	14.93	14.91	14.90	14.89	14.88	14.86	14.85
92	15.15	15.14	15.12	15.11	15.10	15.08	15.06	15.05	15.04	16.02	15.01
93	15.31	15.30	15.28	15.27	15.26	15.24	15.23	15.22	15.21	15.19	15.18
94	15.48	15.46	15.25	15.43	15.42	15.40	15.39	15.37	15.36	15.35	15.34
95	15.65	15.64	15.63	15.61	15.60	15.58	15.57	15.55	15.54	15.53	15.51
96	15.82	15.80	15.79	15.77	15.76	15.74	15.73	15.72	15.71	15.09	15.68
97	15.99	15.97	15.96	15.94	15.93	15.92	15.90	15.88	15.87	15.85	15.84
98	16.16	16.14	16.13	16.11	16.10	16.08	16.07	16.05	14.04	16.03	16.01
99	16.32	16.30	16.29	16.27	16.26	16.25	16.23	16.22	16.21	16.19	16.18
100	16.48	16.46	16.45	16.43	16.42	16.40	16.39	16.38	16.37	16.36	16.34
	7	7.1	7.2	7.3	7.4	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8

**XLIX**

à 15° C.										Degrés jus au saccharimètre
8.1	8.2	8.3	8.4	8.5	8.6	8.7	8.8	8.9	9	
100 grammes de jus.										
19.72	19.94	20.17	20.39	20.68	20.88	21.05	21.27	21.49	21.71	

100 grammes de jus.

13.02	13.01	12.99	12.98	12.97	12.96	12.95	12.93	12.92	12.91	80
13.18	13.17	13.15	13.14	13.13	13.12	13.11	13.09	13.08	13.07	81
13.34	13.33	13.32	13.31	13.29	13.28	13.27	13.26	13.25	13.24	82
13.51	13.50	13.48	13.47	13.46	13.45	13.44	13.42	13.41	13.40	83
13.68	13.67	13.65	13.64	13.63	13.62	13.61	13.59	13.58	13.57	84
13.83	13.82	13.80	13.79	13.78	13.77	13.76	13.74	13.73	13.72	85
14.00	13.99	13.97	13.96	13.95	13.94	13.93	13.91	13.90	13.89	86
14.16	14.15	14.13	14.12	14.11	14.10	14.09	14.07	14.06	14.05	87
14.34	14.33	14.31	14.30	14.28	14.27	14.26	14.24	14.23	14.22	88
14.50	14.49	14.47	14.46	14.45	14.44	14.43	14.42	14.40	14.39	89
14.67	14.66	14.64	14.63	14.61	14.60	14.59	14.57	14.56	14.55	90
14.84	14.83	14.81	14.80	14.78	13.77	14.76	14.74	14.73	14.71	91
15.00	14.99	14.97	14.96	14.95	14.94	14.93	14.91	14.90	14.88	92
15.17	15.15	15.14	15.12	15.11	15.10	15.09	15.07	15.06	15.04	93
15.32	15.31	15.30	15.28	15.27	15.26	15.25	15.24	15.22	15.21	94
15.50	15.49	15.47	15.46	15.44	15.43	15.42	15.40	15.39	15.37	95
15.66	15.65	15.64	15.62	15.61	15.59	15.58	15.56	15.55	15.53	96
15.83	15.81	15.80	15.79	15.77	15.76	15.75	15.73	15.72	15.70	97
15.99	15.97	15.96	15.95	15.93	15.92	15.91	15.89	15.88	15.86	98
16.16	16.15	16.13	16.12	16.10	16.09	16.07	16.06	16.04	16.03	99
16.33	16.31	16.30	16.28	16.27	16.25	16.23	16.22	16.20	16.19	100
8.1	8.2	8.3	8.4	8.5	8.6	8.7	8.8	8.9	9	

chapitre VI. En Allemagne et dans bien d'autres pays, l'usage du densimètre est inconnu en sucrerie, cet instrument étant généralement remplacé par le saccharomètre de Balling, qui indique directement les tant % de matières dissoutes apparentes, désignées par degrés Balling ou Brix.

(3) *Sucre cristallisable.* La méthode volumétrique que nous avons décrite pour le dosage de sucre dans les jus sucrés est presque l'unique qui est employée pour l'analyse de betteraves. On fait usage d'une fiole portant deux traits de jauge (fig. 47, p. 215), l'un marquant 100 et l'autre 110 c. cubes ; on la remplit avec le jus en question jusqu'au trait de 100 et l'on ajoute du sous-acétate de plomb concentré jusqu'au trait de 110 c. cubes, on agite plusieurs fois par retournement et l'on filtre (1). Le liquide filtré étant généralement incolore, est versé dans un tube de 200 millimètres et observé au saccharimètre. On multiplie les degrés lus par 0.1782 ou par 0.2865 (2), selon que l'on fait usage d'un saccharimètre français ou allemand, on divise le produit obtenu par la densité absolue du jus en question et l'on a alors le titre saccharin par 100 grammes de jus.

Exemple : Un jus de 6°2 densité (1.062), déféqué avec 10 % de réactif plombique, indique au saccharimètre français 76°4. On a alors :

$76.4 \times 0.1782 = 13.61$  % de sucre en volume ;  $\frac{13.61}{1.062} = 12.81$  % de sucre en poids de jus analysé.

On peut faire usage des *tables de polarisation* (XXXIII à XXXVI) pour supprimer les calculs.

Le chiffre ainsi obtenu n'est pas encore absolument exact, et il faut lui faire subir une petite correction due au volume occupé par le précipité plombique. Ce volume a été déterminé par un très grand nombre de chimistes compétents qui l'ont trouvé en moyenne de 1.3 c. cubes environ ; il en résulte une correction variant de 0.15 à 0.20 (3) qu'il faut retrancher du résultat de la polarisation pour avoir la richesse saccharine exacte pour 100 gr. de jus.

1. Pour des betteraves non mûres il faut laisser le jus pendant 10 à 15 minutes en contact avec le réactif plombique, sans quoi la décoloration n'est pas toujours parfaite.

2. Ces coefficients sont adoptés à la place de 0.162 et 0.2605, en tenant compte de la dilution du jus par l'addition de 10 % de réactif plombique.

3. Selon *Scheibler* (« Vereinszeitschrift », 1875, p. 1054), *Pellet, Nebel et Sostmann* (même revue, 1876, p. 724-730); *F. Sacchs* (Sucrerie belge, 1883, p. 320), donne le chiffre de 0,10.

Pour supprimer aussi bien les calculs que les corrections, nous avons calculé des *nouvelles tables saccharimétriques* donnant, pour les saccharimètres français, directement le titre saccharin pour 100 (en poids) de jus de betteraves, déféqué avec 10 % de réactif plombique de la manière décrite plus haut.

L'usage de ces tables est très simple et n'a pas besoin d'explication spéciale.

Ces tables sont au nombre de trois. La table XLVII, qui est faite pour les jus dont les densités sont comprises entre 5° et 7°, contient les degrés 40 à 60°, c'est-à-dire qu'on y trouvera les titres saccharins correspondant à tous les degrés observés au saccharimètre, entre 40 et 60°. La table XLVIII est faite pour les densités comprises entre 6 et 8° et contient les degrés saccharimétriques allant de 60 à 80°. Ensuite la table XLIX, faite pour les densités comprises entre 7 et 9°, c'est-à-dire pour les betteraves très riches, contient les titres saccharins correspondant aux degrés saccharimétriques allant de 80 à 100°.

Les degrés saccharimétriques sont disposés dans des colonnes verticales, à droite et à gauche de chaque table, tandis que les densités, divisées en dixièmes de degré, forment les entêtes des colonnes contenant les titres saccharins.

Pour éviter toute erreur, les mêmes densités sont répétées au-dessous de ces colonnes. — Le titre saccharin d'un jus se trouve à l'endroit où la colonne verticale de la densité se croise avec la colonne horizontale du degré observé au saccharimètre. Quant aux fractions de degré qu'on observe au saccharimètre, elles n'ont pas grande importance. Pour en tenir compte, il suffit d'additionner avec le titre saccharin trouvé dans une de ces tables, le chiffre correspondant à la dite fraction dans la petite table suivante :

Degrés	Sucre	Degrés	Sucre
0.1	0.02	0.6	0.11
0.2	0.04	0.7	0.12
0.3	0.05	0.8	0.14
0.4	0.07	0.9	0.16
0.5	0.09	1.0	0.17

Il va sans dire que les densités comprises dans ces tables sont celles qu'on obtient à la température de 15° C., avec un densimètre gradué à 4° C., c'est-à-dire qui affleure jusqu'au zéro dans l'eau distillée à 4° C.

Les entêtes des colonnes verticales portent encore l'indication de *matières dissoutes* pour 100 grammes de jus (1), correspondant aux densités établies de la manière expliquée, afin qu'on puisse calculer le quotient de pureté apparente du jus analysé, sans qu'on ait besoin de consulter une autre table. On multipliera simplement le sucre pour 100 grammes de jus avec 100, on divisera le produit par les matières dissoutes indiquées dans l'entête de la colonne correspondant à la densité du jus, et l'on aura le *quotient de pureté*.

Dans le cas où l'on est obligé de faire à la fois une grande série d'analyses de betteraves, on fera mieux d'établir d'abord le *non-sucre*, c'est-à-dire la différence entre les matières dissoutes et le sucre, et de chercher la pureté correspondant dans la table de Kotmann (table XXXVIII).

Les dosages de *cendres*, de *sucre inverti*, de *l'eau* et de *matières organiques* ne sont effectués que rarement, en suivant la marche décrite dans le chapitre XI. Les résultats sont toujours représentés en tant pour 100 de jus *en poids*.

(4) *Sucre pour 100 de betteraves*. — Pour traduire le titre saccharin pour 100 de jus en celui de betterave même, on multiplie le premier par 0,95, et l'on obtient le dernier. Soit, par exemple, le sucre contenu dans le jus étant de 12,81 %, on aura  $12,81 \times 0,95 = 12,17\%$  de sucre de la betterave analysée.

Ce coefficient de 0,95 est basé sur le fait constaté que les betteraves contiennent généralement 95 à 96 % de jus. Bien que ce dernier fait est exact (car il résulte d'un très grand nombre d'essais faits par des nombreux chimistes), le coefficient 0,95 donne des chiffres souvent supérieurs aux résultats, des dosages directs effectués par les méthodes nouvelles dont la description fera l'objet du chapitre suivant. Nous ne croyons cependant pas qu'on pourrait remplacer le coefficient 0,95 par un autre, sans se heurter aux mêmes causes d'erreurs, résultant uniquement de la préparation du jus (2).

1. Ces chiffres ont été déduits de la table de concordance XI de *Barbet* qui est la plus exacte; ils ne diffèrent, d'ailleurs, que très peu avec les degrés *Bria-Dupont*, table XII.

2. Nous avons particulièrement étudié cette question que nous avons traité dans deux mémoires. (V. *Bulletin de l'Association des Chimistes* du 15 octobre 1886 et *Annales Agronomiques* (Déhérain) du 25 septembre 1888.

D.— Détermination de la quantité de jus contenue dans les betteraves.

Pour le contrôle chimique d'une fabrique de sucre, la détermination quantitative de la quantité de jus renfermé dans les betteraves ne présente qu'un intérêt secondaire, attendu que les nombreuses déterminations faites par MM. Pagnoul, Petermann, Hollrung, Stammer et V. Lipmann, ont démontré que la quantité de jus ne varie que dans des limites très étroites, dont la moyenne est de 95 %, quelle que soit la nature de la betterave. (Voir, p. 45).

Ces chimistes se sont servi, pour ces dosages, de deux méthodes différentes (1), que allons décrire brièvement :

(1) *Méthode indirecte.* — Les betteraves soumises à l'essai sont partagées en deux parties égales, suivant l'axe de la racine. Une de ces parties est râpée et pressée comme à l'ordinaire; dans le jus obtenu, on dose l'eau par dessiccation avec du sable dans une capsule à fond plat, comme il a été indiqué à l'analyse des liquides sucrés, et l'on exprime le résultat en tant pour 100 de jus *en poids*. Dans la seconde partie de betterave on découpe avec un couteau des tranches minces de 1 à 2 millimètres d'épaisseur; on les pèse rapidement, et on les suspend à l'aide de fils métalliques dans une étuve, et l'on dessèche très lentement, d'abord à 70° C., et ensuite à une température plus élevée, jusqu'à constance du poids. On pèse de nouveau, et la différence du poids indique la perte d'eau qu'on exprime pour 100 de betteraves. En désignant par E l'eau pour 100 de jus, et par e l'eau pour 100 de betteraves, on aura la quantité de jus X par la proportion

$$X : 100 = e : E$$

d'où

$$X = \frac{100 e}{E}$$

(2) *Méthode directe.* — On râpe les betteraves et l'on pèse environ 25 grammes de râpures qu'on épuise méthodiquement par plusieurs lavages à l'eau chaude, on dessèche lentement et l'on pèse. La perte du poids indique directement la quantité de jus qu'on calcule pour 100 de betteraves.

1. Il y a encore toute une série de méthodes plus ou moins recommandables, proposées dans ce but; on en trouvera la description dans un très intéressant mémoire du Dr Bittmann (« Vereinszeitschrift », 1875, p. 275-305).

Le D<sup>r</sup> E. de Lippmann (1) a légèrement modifié cette méthode pour la rendre plus pratique et plus exacte. En voici la marche à suivre :

Un poids déterminé de râpures fine et homogène est introduit dans une petite corbeille confectionnée avec un tissu métallique à mailles très serrées; on suspend la corbeille dans une éprouvette en verre, et on l'y abandonne durant 30 à 40 minutes à un délayage dans l'eau distillée de 65 à 70° C. On traite la râpures avec de l'alcool et ensuite avec de l'éther afin d'en chasser une grande partie d'eau; on retire la corbeille qu'on place dans une étuve et l'on dessèche la râpures épuisée, d'abord entre 80° et 90° C., et finalement à 100° C., jusqu'à constance parfaite du poids.

Si l'on emploie de l'alcool ou de l'esprit de bois, au lieu de l'eau, pour épuiser la râpures, on obtient naturellement des résultats différents, qui ne varient cependant que dans des limites étroites.

#### E. — Valeur industrielle des betteraves.

Le rendement industriel d'une betterave en sucre ne dépend pas uniquement de sa teneur en sucre, mais aussi de la pureté de son jus, c'est-à-dire de la quantité de matières étrangères qu'on cherche à éliminer par les différentes opérations industrielles que comporte la fabrication. On conçoit aisément que deux betteraves ayant la même teneur en sucre, mais une pureté différente, rendront des quantités différentes de sucre cristallisé et de sucre immobilisé dans la mélasse; plus le jus de la betterave est pur, plus la cristallisation du sucre en sera facile et abondante, de sorte que la betterave la plus pure rendra plus de sucre cristallisé, tandis que la moins pure fournira plus de mélasse, tout en étant soumise au même traitement industriel.

Se basant sur cette considération, M. *Stammer* a proposé une formule pour déterminer la *valeur proportionnelle* de la betterave analysée. Elle est très simple, cette formule; on n'a qu'à multiplier le titre saccharin de la betterave avec la pureté de son jus et diviser le produit par 100. Soit, par exemple, une betterave titrant 12,82 % de sucre, et dont le jus a une pureté apparente de 81,4; on aura alors  $\frac{12,82 \times 81,4}{100} = 10,44$ ; ce chiffre 10,44 représentera la *valeur proportionnelle* de la betterave.

Quoique la valeur industrielle d'une betterave est une fonction de la ri-

1. V. *Die deutsche Zuckerindustrie*, 1886, n° 46.

chesse et de la pureté, la formule de Stammer n'est nullement en rapport constant avec le rendement en sucre cristallisé, qui détermine seul la valeur réelle d'une betterave; ce rendement industriel dépend de toute une série de circonstances qui varient naturellement d'une usine à l'autre, etc., selon le mode de travail et les procédés d'épuration qu'on emploie, et dont la formule de Stammer ne tient aucun compte.

Il serait d'ailleurs impossible de déterminer d'une manière suffisamment exacte le rendement probable d'une betterave, et toutes les méthodes qui ont été proposées dans ce but ne donnent que des valeurs relatives. Cependant, ces déterminations sont très recommandables dans le cas où il s'agit de comparer la valeur d'une betterave avec celle d'une autre, soit par suite d'essais comparatifs résultant de la culture dans les mêmes conditions de différentes variétés de betteraves, soit qu'on ait fait varier les engrais ou le mode de culture, etc. Dans ce cas, on fera bien d'établir, par l'analyse, le rendement industriel de la betterave, en suivant la méthode préconisée par MM. Gallois et Dupont (1), basée sur le *coefficient salin du jus*. En effet, il a été parfaitement constaté, qu'à part de rares exceptions, le sucre immobilisé dans les mélasses est en rapport constant avec les matières salines contenues dans le jus.

Ce rapport, qui varie entre 3,50 et 4 de sucre pour 1 de sels, est, dans la plupart des cas, de 3,75.

Il est donc aisé de calculer le rendement industriel de la betterave de la manière suivante, en prenant pour base la betterave ayant servi de type aux auteurs, et qui contient 11,538 % de sucre, et en supposant une usine travaillant par la diffusion, lavant ses écumes, et n'employant pas de noir :

Sucre pour 100 kilogrammes de betteraves . . . . .	11 k. 538
Perte totale de sucre à la diffusion . . . . .	0,35
» » » dans les écumes . . . . .	0,15
Pertes à la filtration, à l'évaporation et dans les différentes manipulations, etc. . . . .	0,50
	<u>1 k. 000</u>
Reste . . . . .	10 k. 538

Ces 10 kilg. 538 de sucre se décomposent en sucre obtenu à l'état cristallisé et en mélasse. La quantité de mélasse est facteur de la richesse de la betterave et de sa pureté. Or, on admet, dans la

1. V. Gallois et Dupont. Manuel-Agenda du fabricant de sucre et des distillateurs, . 238.

pratique, que 1 de sels empêche la cristallisation de 3,75 de sucre. Notre coefficient salin étant de 18,15, c'est-à-dire que le jus de notre betterave contient 18,15 de sucre pour 1 de sels, nous aurons comme sucre immobilisé dans les mélasses

$$\frac{3,75 \times 10,538}{18,25} = 2 \text{ kilg. } 19 \dots \dots \dots 2 \text{ k. } 19$$

Le rendement industriel en sucre cristallisable sera donc . . . . . 8 k. 262

En mélasse, contenant environ 45 % de sucre, nous aurons :

Mélasse pour 100 de betteraves . . . . . 4 k. 261

En exprimant par *S* la teneur en sucre de la betterave (et non de jus) ; par *p* les pertes totales de sucre et par *q* le coefficient salin, on peut exprimer le rendement *R* de la betterave en sucre par la formule suivante :

$$R = S - \frac{(S - p) \times 3,75}{q}$$

Comme les coefficients salins varient, en général, entre 10 et 25, on peut calculer une table des valeurs de  $\frac{3,75}{q}$  pour tous les coefficients salins compris entre 10 et 25, et exprimant chacune de ces valeurs par *r*, nous aurions pour formule du rendement industriel :

$$R = S - (S - p)r.$$

*Nota.* — Comme on produit, en général, 2/3 de sucre blanc premier jet, polarisant 99,50 et 1/3 de sucre roux, 2 et 3 jets, polarisant 95°, il faut augmenter de 2 0/0 le rendement *R*, pour avoir le rendement industriel de la betterave en sucre brut de tous jets.

*Remarque.* — Le rendement ainsi établi n'est que relatif, car il est basé sur le coefficient salin d'un jus brut qui n'a subi aucune épuration, alors que le jus obtenu industriellement par la diffusion est soumis à une épuration très énergique, qui lui enlève une partie de ces sels, avant la mise en cristallisation.

Pour avoir des chiffres qui se rapprochent plus de la vérité, il faut extraire le jus par une sorte de diffusion et le déféquer à la chaux dans une proportion employée industriellement ; le coefficient salin du jus ainsi traité pourra être considéré comme celui de la masse-cuite premier jet qui résulterait de la betterave analysée, mise en fabrication. En introduisant dans les calculs proposés par MM. Gallois et Dupont ce coefficient salin à côté de la richesse saccharine de la betterave analysée, on obtiendrait avec une précision suffisante le rendement en sucre de la betterave soumise à l'essai et par suite sa valeur industrielle.

Voici la marche à suivre pour obtenir ce coefficient salin.

La betterave râpée, on mélange soigneusement la râpure et l'on emploie seulement une partie de râpure pour le dosage du sucre, c'est-à-dire pour l'analyse

ordinaire. Sur le restant de la râpüre on prélève environ 100 grammes (sans peser) qu'on introduit dans un matras d'un litre de capacité, assez solide pour supporter le vide. On arrose la pulpe avec de l'eau en quantité suffisante et l'on en fait un volume d'environ 500 centimètres cubes, sans qu'on ait besoin de mesurer. On ferme le matras par un bouchon de caoutchouc donnant passage à un tube à robinet, qu'on combine avec la tubulure d'un aspirateur quelconque (trompe à eau, etc.) pour y produire et maintenir un certain vide. On chauffe le matras sur un bain-marie et le liquide ne tarde pas à bouillir, à basse température, sous l'influence du vide. Après trente minutes d'ébullition, la diffusion de la râpüre est complète et le liquide qui la baigne est en quelque sorte comparable au jus de diffusion. On verse le tout sur un filtre à plis, on ajoute au liquide filtré 20 centimètres cubes de lait de chaux pesant 20° Baumé, on fait bouillir, on filtre de nouveau, on colore le jus avec deux gouttes de phénol phtaléique, on y fait passer un courant d'acide carbonique jusqu'à la disparition complète de la réaction alcaline, et après une ébullition prolongée de quelques minutes on filtre une troisième fois et l'on concentre le jus dans le matras et avec le concours de l'aspirateur, jusqu'à réduction au volume de 100 centimètres cubes environ. On laisse refroidir le sirop ainsi obtenu, on y dose le sucre et les cendres, 0/0 de volume, par les méthodes connues. On divisera le sucre par les cendres et l'on aura le *coefficient salin* cherché qu'on introduira dans les calculs indiqués.

---

## XVII

### Dosage direct du sucre de betteraves.

La détermination exacte du sucre contenu dans les betteraves étant le point de départ pour établir une comparaison entre le rendement industriel en sucrerie et la quantité de sucre réellement entré en fabrication par la matière première, il importe que le procédé employé pour l'analyse des betteraves soit à l'abri de toute critique. Or, l'analyse indirecte de betteraves qu'on déduit des dosages faits sur son jus, dont nous avons indiqué les détails dans le chapitre précédent, n'est pas d'une exactitude absolue ; les nombreuses recherches faites dans ces derniers temps ont démontré que cette méthode donne lieu à des résultats erronés. Les causes d'erreur dans ce mode d'analyse sont principalement les suivantes :

- (a) La composition du jus extrait varie selon la finesse de la râpüre et la force de la pression ; elle n'a donc rien de commun avec le jus normal renfermé dans la betterave, et
- (b) Le coefficient 0,95 est inexact, étant tantôt trop fort, tantôt trop faible ; il ne peut pas être remplacé par un autre, étant en réalité

variable selon la nature physique de la betterave, l'état de maturité plus ou moins complète de celle-ci et les conditions dans lesquelles le jus a été obtenu.

Il s'en suit que l'analyse indirecte ne peut être appliquée qu'aux essais comparatifs, où il s'agit d'obtenir des chiffres relatifs. Pour déterminer la quantité de sucre réellement entré en fabrication sous forme de betteraves, il faut avoir recours à une méthode permettant d'opérer sur les betteraves mêmes, un problème qui est resté longtemps sans solution malgré sa grande importance.

La première solution scientifique et pratique de ce problème a été donnée en 1879, par *M. Scheibler* (1). Son procédé, connu sous le nom d'*extraction alcoolique*, a servi depuis comme point de départ pour toute une série d'autres procédés plus ou moins ingénieux dont l'énumération seule dépasserait déjà les limites du présent chapitre.

Nous nous bornerons d'étudier seulement les divers procédés basés chacun sur un principe particulier, en laissant de côté les différentes modifications sans importance essentielle. On peut les classer (2) en trois groupes, composés chacun de procédés distincts ayant ensemble quelque chose de commun.

#### GROUPE I. — EXTRACTION ALCOOLIQUE

- (a) Ancien procédé Scheibler ;
- (b) Procédé Sickel-Soxhlet et nouveau procédé Scheibler.

#### GROUPE II. — DIGESTION ALCOOLIQUE

- (a) Procédé Rapp-Degener (macération à chaud) ;
- (b) Procédé Stammer (macération à froid).

#### GROUPE III. — DIGESTION AQUEUSE

- (a) Ancien procédé Pellet (digestion à chaud) ;
- (b) Nouveau procédé Pellet (digestion à froid et instantanée).

On voit par l'inspection de ce petit tableau que les groupes I et II ont

1. Nous devons dire cependant que dès 1874, *M. Riffard* a employé l'alcool à l'analyse des betteraves et des écumes à l'aide d'un extracteur analogue à celui de Payen.

2. C'est aussi dans cet ordre de classement que les méthodes en question ont été publiées.

de commun l'emploi de l'alcool et que les groupes II et III sont tous les deux basés sur le principe de la macération.

Exécutés avec soin, ces divers procédés conduisent à des résultats bien concordants, ce qui prouve leur grande exactitude. Nous reviendrons plus loin sur ce point.

## GROUPE I. — EXTRACTION ALCOOLIQUE

### (a) Ancien procédé Scheibler.

Le principe du procédé que nous allons décrire (1) est l'extraction, au moyen de l'alcool, du sucre contenu dans un poids déterminé de betteraves réduites en râpure grossière, en se servant d'un appareil à déplacement de construction spéciale, représenté par les figures 63, 64 et 65. La figure 63 représente l'appareil tout monté ; les dispositions 64 et 65 représentent sur une plus grande échelle les parties A et B, c'est-à-dire les parties essentielles et nouvelles de l'appareil à déplacement, muni à son extrémité inférieure d'un matras jaugé C et à sa partie supérieure d'un réfrigérant en verre D. L'extracteur même se compose de deux tubes A et B, fixés l'un dans l'autre par un joint étanche à leurs parties supérieures, comme l'indique la figure 64. Le tube intérieur A se termine en une pointe usée obliquement, servant d'appui à une rondelle de matière filtrante (feutre, amiante ou coton) ; sa partie supérieure est munie de deux ou trois trous de 5 à 6 millimètres d'ouverture percés un peu au-dessous du joint avec le tube extérieur B. Celui-ci se termine également en une pointe coupée obliquement qui passe par le bouchon en caoutchouc fermant le matras jaugé C. C'est le tube A qui reçoit la matière à analyser.

Pour faire un essai de betteraves, on commence par les râper sur une râpe quelconque et l'on mélange bien la râpure dans une terrine afin de la rendre homogène. On en prélève ensuite une partie dont on pèse, dans une capsule métallique, 25 grammes (ou plutôt 26 gr. 048 si l'on fait usage des saccharimètres à l'échelle Wenzke), qu'on introduit dans le tube A au moyen d'un entonnoir métallique T (fig. 65) et d'une baguette de verre à bout aplati, en ayant soin de ne pas comprimer dans le tube les parcelles de betteraves. On monte ensuite l'appareil comme l'indique la figure 63, en y adaptant le matras C con-

1. V. Scheibler, *Neue Zeitschrift für Zuckerindustrie*, T. III, p. 242.

tenant de l'alcool en quantité mesurée. On rince la capsule métallique avec un peu d'alcool que l'on fait tomber dans le tube *d* qui traverse le réfrigérant D et aboutit au-dessus de la râpure contenue dans A. L'alcool baigne

celle-ci, puis s'égoutte dans le matras C. Celui-ci est chauffé sur un bain de sable ou sur un bain-marie, pendant qu'un courant d'eau froide traverse le réfrigérant D. Les vapeurs alcooliques se dégagent du matras, montent dans l'espace annulaire formé par les tubes A et B, pénètrent par les petites ouvertures (*o, o*) dans le réfrigérant où ils se condensent et retombent en gouttelettes sur la râpure de betteraves, qu'elles pénètrent et traversent pour retourner au matras, en épuisant le sucre de la râpure. L'opération se renouvelle sans cesse et marche continuel-

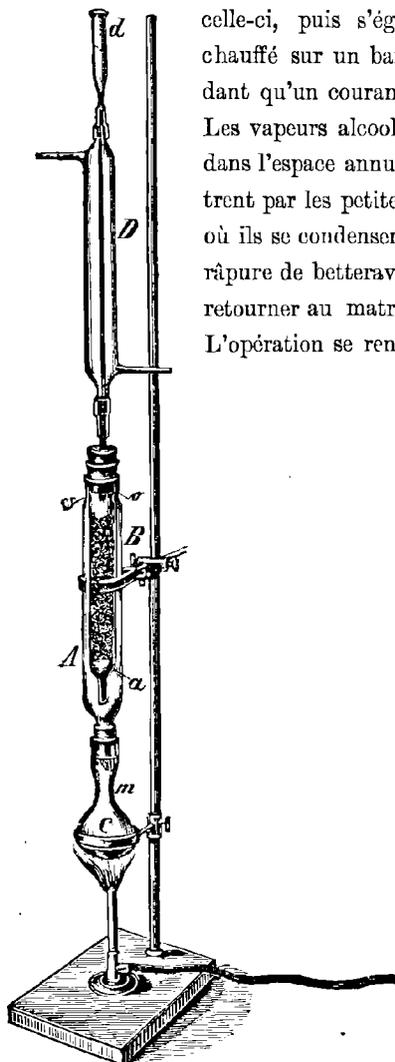


FIG. 63

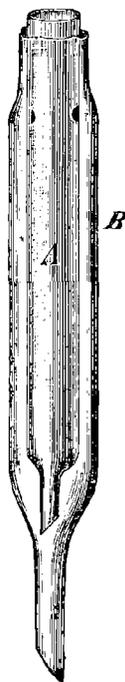


FIG. 64

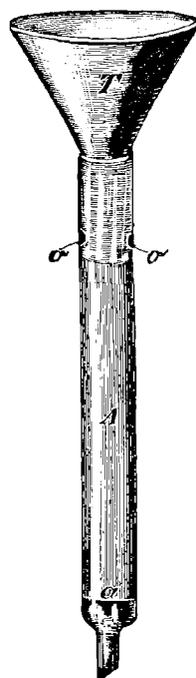


FIG. 65

lement, de sorte qu'on peut abandonner l'appareil à lui-même, en prenant la précaution de bien régler la flamme qui chauffe le bain de sable supportant le matras. Au bout de 45 minutes, l'épuisement de la râpure est complet. On

enlève alors le bain de chauffage, et on laisse égoutter le reste de liquide contenu dans le tube A et les gouttelettes qui ont pu être projetées sous le bouchon qui ferme le matras C. On retire ensuite le matras qu'on refroidit par immersion dans l'eau fraîche, on y ajoute quelques gouttes de sous-acétate de plomb et de l'eau jusqu'au trait de jauge *m* (de 100 centimètres cubes), on filtre rapidement et l'on observe au saccharimètre de la manière connue. En employant 26 gr. 084 on obtient au saccharimètre à l'échelle Wenzke les tant pour 100 de sucre contenu dans les betteraves analysées. Si l'on dispose d'un saccharimètre français (dont le poids normal est de 16 gr. 20) et qu'on ait pesé 25 grammes de râpure, on multipliera par 0,648 les degrés, lus au saccharimètre, pour avoir le titre saccharin pour 100 de betteraves.

On peut se rendre compte facilement de l'épuisement parfait de la râpure. Dans ce but, on remplace le matras C par un semblable, rempli d'alcool frais, et l'on répète l'extraction de la même râpure. Après un quart d'heure d'ébullition on retire le deuxième matras qu'on refroidit, on le remplit jusqu'au trait de jauge, on filtre et l'on observe de nouveau au saccharimètre. Si la première extraction était complète, le liquide du deuxième matras ne dévierait plus la lumière polarisée. Il est recommandable de faire toujours une deuxième extraction de contrôle.

Il y a lieu de faire ici une importante observation, les polarisations de liquides alcooliques demandant certaines précautions qu'il importe de connaître. D'abord il est indispensable que les liquides soumis à l'observation saccharimétrique soient absolument limpides et de densité uniforme. Ensuite, une égalité absolue de la température est strictement nécessaire. Or, ces conditions sont dérangées pendant le remplissage même des tubes, de sorte que leur observation devient incertaine. Pour remédier à cet inconvénient, il suffit de laisser reposer les tubes remplis de liquide alcoolique pendant 5 ou 10 minutes, après quoi l'observation est facile et certaine.

La quantité d'alcool nécessaire pour l'extraction d'environ 25 grammes de betteraves est d'environ 75 c. cubes. Il est avantageux d'employer de l'alcool de 90 à 94° Gay-Lussac.

(b). — Procédé Sickel-Soxhlet et nouveau procédé Scheibler.

Le procédé Scheibler, décrit plus haut, ne permet pas d'extraire plus de 25 grammes de râpure à la fois, le tube extracteur A étant relativement très étroit. Les dimensions de cet appareil ne pouvaient guère être modifiées,

parce qu'en faisant usage d'un tube extracteur plus large, on a des difficultés pour obtenir un épuisement complet, l'alcool retombant presque toujours sur les parois du tube A ne baigne qu'une partie étroite de la râpüre.

Dans le but de pouvoir opérer sur une quantité plus grande de râpüre, afin d'être plus certain de la réussite de l'opération, on a apporté deux modifications au procédé, ou plutôt à l'appareil Scheibler, de manière à faire la même opération avec des appareils de nouvelles constructions.

La première modification est celle de *Sickel* (1), qui a remplacé l'extracteur Scheibler par un autre appareil à déplacement, proposé par *Soxhlet* et *Szombathy* (2), pour l'analyse de lait; la deuxième modification a été apportée par *Scheibler* lui-même, qui a remplacé l'ancien tube extracteur A par un autre d'une forme spéciale et ingénieuse. Nous allons les décrire successivement :

#### (1). Procédé Sickel-Soxhlet.

La figure 66 représente l'appareil *Soxhlet* tout monté (3), tel que *Sickel* l'a adopté pour l'analyse de betteraves. Il est composé, comme l'appareil Scheibler, d'un extracteur E muni d'un réfrigérant R à sa partie supérieure, et d'un ballon jaugé B, à sa partie inférieure. L'extracteur E est à écoulement intermittent. La partie inférieure du corps de l'extracteur est occupée par un tampon de coton C, qui sert à retenir les fines particules de pulpe (4). Au-dessus de ce tampon, on place un panier P, confectionné avec de la toile de nickel, muni d'une anse en fil du même métal, et destiné à recevoir la pulpe à épuiser.

Ce panier s'adapte exactement à la paroi interne de l'extracteur. Il permet, aussitôt l'extraction terminée, de retirer instantanément toute la pulpe épuisée sans devoir démonter complètement l'appareil.

Pour obtenir ce panier, on roule la toile de nickel sur un mandrin cylindrique de diamètre convenable. On a ainsi un cylindre creux, que l'on maintient par une couture. A l'aide de ciseaux on découpe l'un des bouts de ma-

1. V. *Sickel*, Zeitschrift des Vereins für Zuckerindustrie, 1879, p. 692.

2. V. *Soxhlet*, Polytechnisches Journal, n° 232, p. 461.

3. V. *Graffiau*, Guide pour l'essai de betteraves par les méthodes alcooliques (Bruxelles, 1887), p. 9 et suivantes.

4. Lorsque les mailles du panier P sont assez serrées, le tampon C peut être supprimé.

nière à obtenir des dentelures, que l'on recourbe vers l'intérieur pour former le fond du panier. L'autre bout est muni d'une anse en fil de nickel (\*).

S est un tube-siphon par où s'écoule par intermittence l'alcool qui a baigné la pulpe.

T est un tube de fort diamètre livrant passage aux vapeurs alcooliques qui se dégagent du ballon B.

B est un ballon jaugé de 100 c. cubes, destiné à recevoir la solution alcoolique de sucre. La partie supérieure du col du ballon est renflée dans le but de permettre de l'adapter aisément à l'extracteur au moyen d'un bouchon en liège. La partie inférieure, portant le trait de jauge, est étranglée afin que l'on puisse porter très exactement au volume jaugé.

Le ballon plonge à peu près entièrement dans un bain-marie profond, en cuivre, muni d'un couvercle composé de deux demi-disques s'ouvrant à charnière et échan-crés de manière à livrer, au centre, passage au col du ballon.

Le bain-marie est chauffé avec un brûleur de Bunsen.

R est un réfrigérant de Liebig, en verre, qui sert à condenser les vapeurs d'alcool.

Les différentes parties de l'appareil sont fixées à un support en fer à l'aide de pinces et d'anneaux. Lorsqu'on veut monter une série d'extracteurs, on en dispose deux sur chaque support.

Pour faire un essai de betteraves, réduites en râpures fines, on en pèse 50 grammes (ou 52 gr. 10, si l'on dispose d'un saccharimètre type Wenzke), et l'on fait couler celle-ci, au moyen d'un filet d'alcool de 85° Gay-Lussac, dans

1. Cependant le panier de toile a un grave inconvénient : il permet au liquide alcoolique de passer plus facilement entre le métal et le verre que sur la pulpe et l'épuisement est moins rapide.

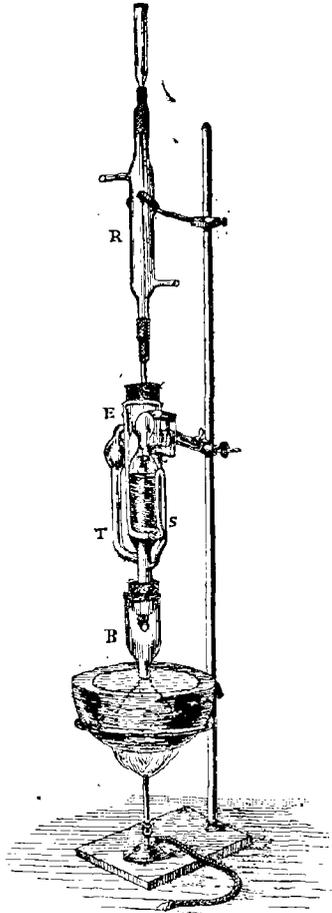


FIG. 66

l'intérieur de l'extracteur E; on pousse la pulpe avec une grosse baguette, afin de la descendre dans le panier métallique P, et l'on rince le tout avec de l'alcool.

Il est bon de verser d'abord dans une petite pissette la quantité d'alcool (environ 75 c. cubes) nécessaire pour un essai, et de se servir de cette petite pissette pour l'introduction de la pulpe dans l'extracteur, et pour rincer la capsule qui a servi à la pesée ainsi que la baguette en verre.

Il est évident que, pendant cette opération, le réfrigérant R doit être enlevé de l'extracteur E, sans quoi le remplissage de ce dernier deviendra impossible; mais le ballon B doit rester adapté à la partie inférieure de l'extracteur E.

L'alcool chargé de sucre s'écoule par le siphon S dans le ballon B. Le niveau de la pulpe doit rester un peu en dessous du niveau de la partie supérieure du siphon, afin que l'alcool la baigne complètement avant son évacuation.

On remplace le réfrigérant, dans lequel on fait passer un courant d'eau froide, et l'on commence à chauffer le bain-marie. Le chauffage doit être réglé de façon à maintenir une forte ébullition dans le ballon B, sans toutefois provoquer la montée du liquide sucré dans le col de celui-ci.

Les vapeurs alcooliques s'échappent du ballon B, montent par le tube T et viennent se condenser sur la paroi interne de l'extracteur et dans le tube du réfrigérant. L'alcool condensé retombe sur la pulpe; il l'imprègne, son niveau remonte peu à peu de manière à la noyer complètement; puis, atteignant le dessus du siphon, il retourne, chargé de sucre, dans le ballon B. Là, il s'évapore de nouveau, remonte dans l'extracteur et le réfrigérant, où il est condensé, épuise encore la pulpe et retombe dans le ballon pour recommencer sans cesse la même marche circulaire. Lorsque l'opération est bien conduite, le siphon fonctionne toutes les trois ou quatre minutes.

Dans la plupart des cas, l'épuisement est terminé après une demi-heure. Toutefois, avant d'avoir la certitude d'un épuisement complet, on laisse marcher l'appareil pendant 3/4 d'heure à partir du moment où l'alcool entre en ébullition. Au surplus, il est prudent de s'assurer de temps à autre si la pulpe est entièrement épuisée, en la soumettant à une seconde extraction avec une nouvelle portion d'alcool à 85° Gay-Lussac. L'extract obtenu ne doit plus polariser. En tout cas il est préférable de compter le nombre de lavages que le temps. Il faut au minimum, pour une pulpe ordinaire, de 8 à 10 extractions et 2 à 3 ensuite pour le contrôle.

*Défécation et mise au volume.* — On saisit le moment où l'alcool vient de redescendre par le siphon dans le ballon B pour détacher celui-ci. On le refroidit à la température normale en le plongeant dans un bac traversé par un courant d'eau froide. On y ajoute quelques gouttes d'une solution saturée de sous-acétate de plomb, ce qui suffit amplement à une parfaite clarification. On ajoute ensuite de l'eau pour porter le volume à 100 c. cubes, on agite énergiquement et l'on filtre.

*Filtration* — Il est indispensable de prendre des précautions pour empêcher l'évaporation de l'alcool pendant la filtration. Pour cela, on verse la solution sur un filtre à plis placé dans un entonnoir en verre muni d'un couvercle. L'entonnoir repose directement, en le fermant, sur une petite éprouvette qui reçoit le liquide filtré. Les premières portions filtrées servent à rincer l'éprouvette et sont rejetées ensuite.

On verse ensuite le liquide filtré dans un tube de 400 millimètres de longueur, et l'on observe au saccharimètre.

Les degrés sont multipliés par 0.162, afin d'avoir la richesse saccharine % de betteraves.

Si l'on a pesé 52<sup>g</sup>10 et l'on a fait l'observation dans un saccharimètre type Wenzke, on multipliera par 0,25 les degrés observés, la prise d'essai et la longueur du tube d'observation ayant été doublées tous les deux.

Comme le procédé Sickel-Soxhlet ne diffère de celui de Scheibler que par la construction de l'extracteur, il est évident que toutes les précautions à prendre pour assurer la réussite de l'un, sont également indispensables pour l'autre.

L'extracteur Sickel-Soxhlet est très pratique; son orifice supérieure est très large, ce qui rend plus facile l'introduction de la râpure de betteraves, sans qu'on ait besoin d'un entonnoir. Les parcelles de betteraves restées adhérentes aux parois de la capsule à peser sont dirigées vers l'extracteur avec un jet d'alcool, de sorte qu'il n'y a pas de pertes à craindre.

## (2). Nouveau procédé Scheibler.

Si on a à analyser des cossettes fraîches de diffusion, prélevées au coupe-racines et divisées par un hache-viande, l'extraction alcoolique au moyen de l'ancien appareil Scheibler ou de l'extracteur Sickel-Soxhlet demande beaucoup plus de temps que l'extraction de betteraves réduites

en râpüre. Des essais très nombreux faits par M. *Burkhardt* indiquent nettement qu'il est toujours indispensable de faire une deuxième extrac-

tion avec de l'alcool frais, d'observer au saccharimètre le deuxième extrait et de l'ajouter à la première observation, afin d'avoir les taux en sucre contenu dans l'échantillon. Il arrive même qu'on trouve environ 0,60 % dans le deuxième extrait.

0<sup>1</sup> Afin d'éviter ces inconvénients et dans le but de pouvoir opérer sur des quantités de betteraves plus grandes, Scheibler a remplacé l'extracteur A,B de son appareil par un autre (1), représenté par la figure 67, lequel se compose de trois cylindres concentriques A, A' et B. Les deux cylindres extérieurs B et A' sont soudés ensemble à leur partie supérieure; le cylindre intérieur A peut être retiré. Ce dernier est fermé à sa partie inférieure par une plaque filtrante en feutre, amiante ou en toile métallique  $\alpha$ , et présente en haut des ouvertures  $o, o$ , comme dans l'ancien extracteur. Le cylindre intermédiaire A' comporte deux séries d'ouvertures  $o^1 o^2$ , son fond est légèrement bombé. Le cylindre extérieur B qui communique avec le ballon jaugé contenant de l'alcool, correspond à l'enveloppe de l'ancien appareil. Le joint entre A et A' est exactement celui de A et B dans l'ancien appareil.

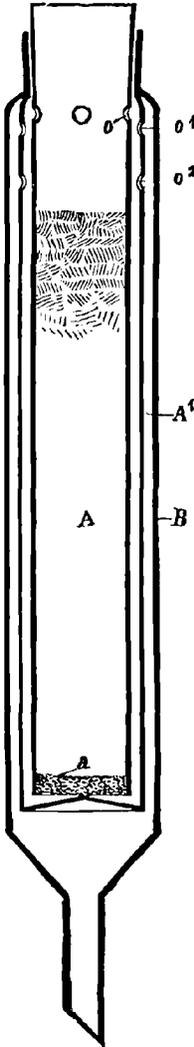


FIG. 67

Pour introduire dans l'extracteur la râpüre pesée, on pose le premier dans une éprouvette et l'on place un entonnoir métallique dans l'orifice du cylindre intérieur A. On rince avec de l'alcool les parties de betteraves restées adhérentes à la capsule ayant servi pour faire la pesée, on ferme l'orifice de A avec un bouchon de caoutchouc percé d'un trou et on le communique avec le réfrigérant, en plaçant en même temps le matras jaugé sur un bain de sable ou dans un bain-marie. Aussitôt que le contenu du matras est en ébullition, les vapeurs alcooliques s'élèvent dans l'espace A'B et passent par les ouvertures  $o^2 o^1$  et  $o$ , se condensent dans le réfrigérant et retombent sur la matière soumise à l'essai. L'alcool contenant le jus s'accumule dans l'espace AA'

1. V. *Scheibler*, *Neue Zeitschrift für Zuckerindustrie*, T. XIV, p. 286.

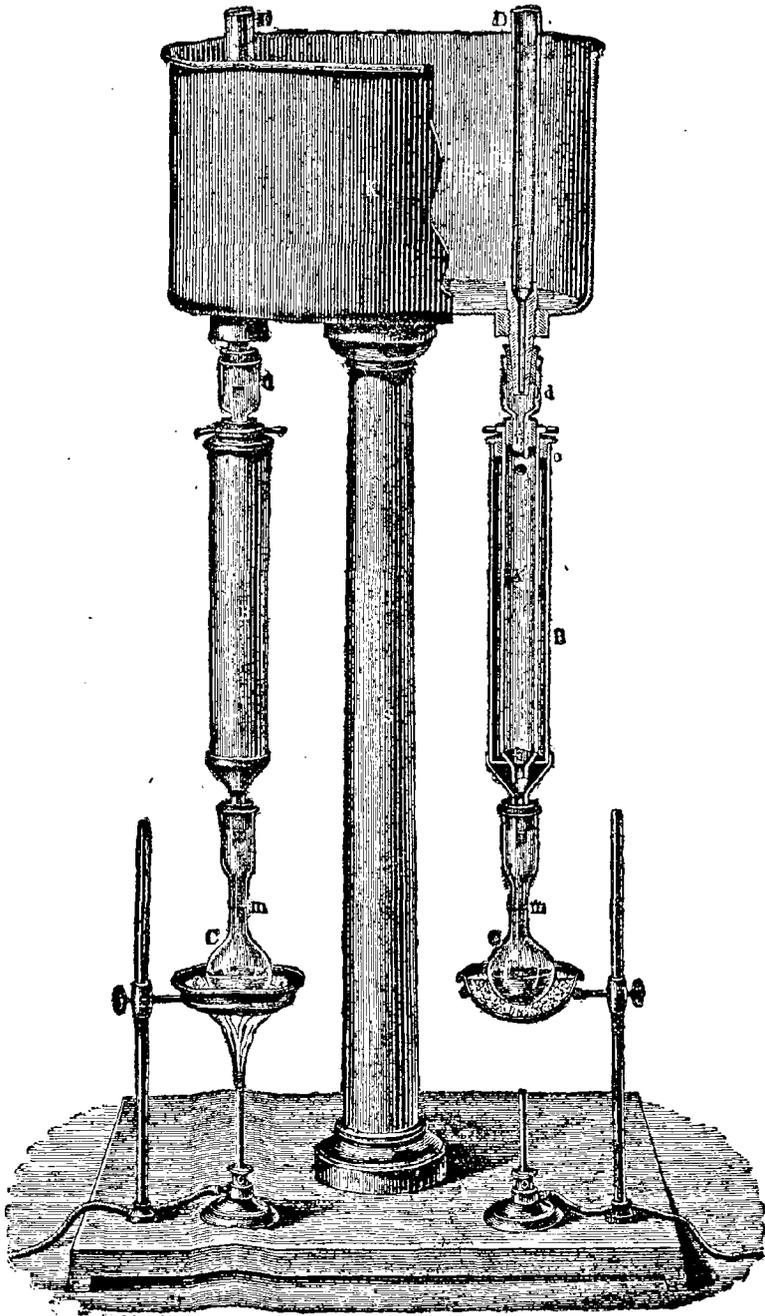


FIG. 68

et s'écoule facilement par les ouvertures  $O^2$  dans l'espace A'B et dans le matras jaugé. Après 45 minutes d'extraction, on retire le matras qu'on re-

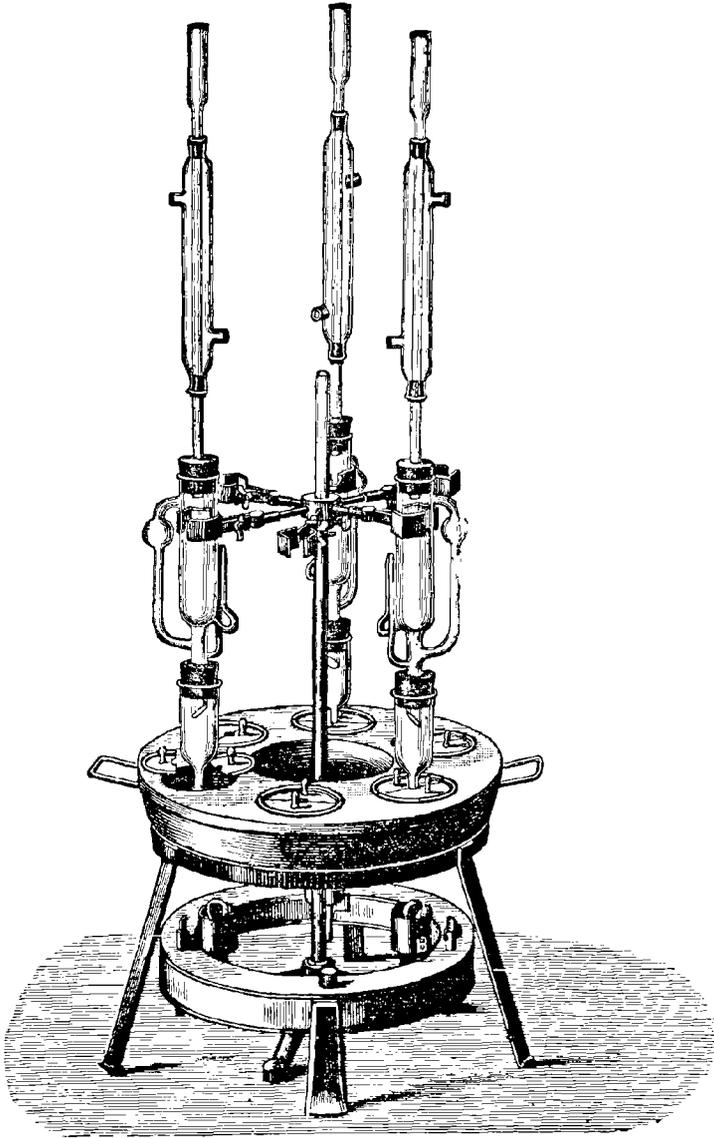


FIG. 69

froidit rapidement et qu'on ramène au trait de jauge avec quelques gouttes de sous-acétate de plomb, de la petite quantité d'alcool restée dans la

partie supérieure de l'extracteur et de l'eau distillée. On agite, on filtre et l'on observe au saccharimètre. Le temps de 45 minutes est toujours suffisant pour obtenir une extraction complète, même lorsqu'on opère sur des cossettes hachées, ce qui a été démontré par les essais comparatifs de Burkhardt (1). Cependant il est toujours prudent de faire une deuxième extraction de contrôle.

Le nouvel appareil Scheibler peut avoir de grandes dimensions et on le construit aussi bien en verre qu'en métal. La figure 68 représente le nouvel appareil Scheibler monté pour faire deux essais à la fois, avec un réfrigérant métallique en forme de bassin. Il va sans dire que dans l'appareil ainsi monté on peut remplacer le nouvel extracteur Scheibler par l'extracteur Sichel-Soxhlet, si on le préfère. La figure 69 représente une disposition spéciale de l'appareil Sichel-Soxhlet permettant de faire à la fois six essais ; c'est un grand bain marie en forme de cercle, au centre duquel passe le support portant les pinces qui maintiennent les extracteurs, réfrigérants etc. (2).

A propos des procédés d'extraction alcoolique nous signalons quelques modifications apportées par M. Pellet. Le bain-marie peut être à niveau mobile et beaucoup plus haut afin que le ballon entier soit chauffé et pour éviter la condensation de l'alcool dans le col du ballon et le long du tube qui amène les vapeurs d'alcool dans la pulpe. Il y a également un extracteur rationnel de Pellet qui, avec la pulpe fine, permet d'obtenir un dosage exact et très rapide par extraction alcoolique et dont il s'est servi pour comparer ses procédés aqueux avec les procédés alcooliques.

## GROUPE II. — DIGESTION ALCOOLIQUE

### (a). — Procédé Rapp-Degener.

Le principe de la digestion est exactement le même que celui de l'extraction industrielle du sucre des betteraves par la diffusion. Dans le procédé analytique que nous allons décrire, l'extraction du sucre d'un poids déterminé de betteraves se fait par un contact prolongé de la râpure avec de l'alcool, à

1. Voyez *Neue Zeitschrift für Zuckerindustrie* de Scheibler, T. XIX, p. 31. Mémoire de M. le Dr Burkhardt.

2. Cette disposition est due à M. Ephraïm Greiner, de Stützerbach (Thuringie).

une température très élevée; l'alcool se mélange parfaitement avec le jus contenu dans les betteraves, par suite de la macération prolongée. C'est donc une diffusion en petit, dans laquelle l'eau est remplacée par l'alcool dans le but d'éliminer les matières organiques optiquement actives, insolubles elles mêmes ou formant des sels plombiques insolubles dans l'alcool.

Voici la manière d'opérer (1) :

On pèse 50 grammes (ou 52 gr. 10 pour les saccharimètres à l'échelle Wenzke) de betteraves réduites en râpure ordinaire, et l'on introduit la matière, au moyen d'un filet d'alcool dans un matras jaugé à 200 c. cubes, qu'on remplit ensuite jusqu'à environ  $\frac{4}{5}$  de son volume avec de l'alcool; on ferme le matras par un bouchon en caoutchouc donnant passage à un tube de verre très long, servant de condensateur aux vapeurs alcooliques. On place alors le matras dans un bain-marie en ébullition, en le maintenant un peu incliné, afin d'éviter les petites secousses et les projections qui pourront se produire dans une position verticale du matras. On observe le moment où le contenu du matras commence à bouillir (c'est environ vers 80-83° C. suivant le degré alcoolique de la solution) et l'on continue l'ébullition durant 15 à 20 minutes, après quoi la macération est terminée et la diffusion du sucre dans le liquide environnant les parcelles de betteraves est complète. On retire alors le matras, on le remplit, sans le refroidir, avec de l'alcool jusqu'à un centimètre *au-dessus* du trait de jauge, et on le place encore une fois dans le bain-marie bouillant, en l'y maintenant pendant deux minutes, afin de bien mélanger le contenu et de rendre le liquide homogène. On le retire du bain-marie, on l'abandonne à lui-même durant 30 ou 45 minutes, pour qu'il se refroidisse lentement, en même temps que le niveau du liquide descend un peu au-dessous du trait de jauge, on ajoute alors 0,5 à 1 centimètre cube de sous-acétate de plomb et l'on affleure avec de l'alcool jusqu'au trait de jauge. On agite, on filtre, et l'on observe au saccharimètre comme à l'ordinaire. Un simple calcul permet d'établir le titre saccharin des betteraves.

Pour être rigoureusement exact, le résultat ainsi obtenu a besoin d'une petite correction due au volume occupé par les matières cellulaires insolubles de la betterave. Des essais spéciaux ont démontré que ce volume est de 1,2 centimètres cubes et par conséquent le volume total du liquide n'est en réalité que de 198,8 au lieu de 200 c. cubes. Pour tenir compte de cette circons-

1. V. *Rapp et Degener*, Zeitschrift des Vereins für Zuckerindustrie, T. 32, p. 861 et T. 34, p. 1366.

tance, les auteurs de ce procédé conseillent de multiplier le résultat par 0.994 ( $=\frac{198.8}{200}$ ) afin d'obtenir la véritable richesse pour 100 de betteraves.

Cette méthode donne de très bons résultats, à la condition d'être exécutée exactement telle que nous venons de la décrire. C'est surtout la deuxième digestion qui est indispensable, afin que l'alcool ajouté puisse se mélanger non seulement avec le liquide environnant les parcelles de betteraves, mais aussi avec celui qui est renfermé dans les cellules même, ce qu'on n'obtient que par une deuxième diffusion à la température d'ébullition du liquide extérieur.

Parfois avec certaines pulpes il faut laisser la première digestion s'opérer pendant 30 et 40 minutes, le sucre étant bien moins diffusible dans l'alcool que dans l'eau.

M. *Burkhardt* a légèrement modifié le procédé Rapp-Degener, afin de le rendre plus simple. Voici la manière d'opérer indiqué par ce savant.

Les 50 grammes de râpure sont introduits au moyen de l'alcool dans un matras jaugé à 201.2 c. cubes, et l'on ajoute de l'alcool en quantité suffisante. On y ajoute ensuite 0,5 à 1 c. cube de sous-acétate de plomb, et de l'alcool jusqu'à un centimètre *au-dessus* du trait de jauge, on ferme le matras avec le bouchon portant le tube condensateur, on place le matras dans un bain-marie chauffé à 75° C., et on l'y maintient durant 45 minutes. Il est pratique de munir le bain-marie d'un thermo-régulateur à mercure (fig. 35, p. 166), afin de pouvoir maintenir la température de 75° C. pendant toute la durée de la digestion. On retire ensuite le matras qu'on refroidit par immersion dans l'eau froide, on achève avec de l'alcool le volume jaugé, on agite fortement et l'on filtre. L'observation au saccharimètre donne par un simple calcul (ou directement) la richesse saccharine de la betterave exprimée en tant pour cent.

Les résultats ainsi obtenus, sont identiques à ceux qu'on obtient par l'extraction alcoolique de Scheibler ou de Sickel-Soxhlet, même si la digestion est faite avec des cossettes hachées, comme l'a démontré M. *Burkhardt* par ses essais comparatifs cités plus haut.

#### (b). — Procédé Stammer.

La nécessité de faire la digestion alcoolique à une température très élevée et de la prolonger durant un certain temps pour obtenir une extraction complète du sucre contenu dans la râpure, est causée par la division fort inégale aussi bien qu'incomplète de la betterave passée à une râpe ordinaire. Il n'y a

qu'une toute petite partie de cellules ouvertes par les dents de la râpe, qui abandonnent facilement leurs jus ; la majeure partie de cellules, restant fermée, ne peut abandonner son sucre que par une *diffusion*, exigeant un certain temps et favorisée par la température élevée. Il s'en suit que plus la râpüre est fine, moins il faut de temps et de chaleur pour l'extraction complète de sucre, et si l'on parvient à diviser la betterave à l'infini, c'est-à-dire d'obtenir une pulpe impalpable d'une consistance rappelant celle d'un onguent ou de la crème, il suffira de la mélanger à froid avec de l'alcool pour obtenir une bouillie absolument uniforme d'une composition homogène. Dans ce cas, le mélange une fois fait, ni le chauffage, ni la durée de la macération n'exerceront plus aucune influence sur la teneur saccharine du liquide alcoolique baignant la matière insoluble divisée à l'infini ; il suffira donc de le filtrer, d'observer au saccharimètre et de calculer le titre saccharin des betteraves en tenant compte de la correction due au volume de la matière insoluble, comme dans le procédé de la digestion à chaud, décrit précédemment.

Partant de ce point de vue très logique, confirmé plus tard par de nombreux essais, M. Stammer a cherché d'abord la réalisation d'une division de betteraves à l'infini, c'est-à-dire la production d'une pulpe-crème, ce qu'il a parfaitement réussi par la construction d'un moulin spécial, représenté par la figure 70, pouvant être mis en mouvement par une manivelle à bras d'homme ou par une transmission à courroie. Il est cependant recommandable de se servir d'une force motrice, si cela est possible, afin d'éviter toute évaporation qui pourrait se produire par suite d'un échauffement des parties essentielles de ce moulin.

Voici la manière d'opérer (1) :

La betterave, préalablement divisée en petits morceaux, lamelles ou râpüre ordinaire est introduite dans l'entonnoir *l*, d'où elle est entraînée par les roues dentées *dd* et est soumise ensuite à l'action des meules *a*, et sort de l'intervalle de ces dernières à l'état d'une pulpe-crème, laquelle est recueillie dans un godet posé au-dessous d'un ressort faisant office d'un racloir et sur la table *h*. L'intervalle entre les meules *a* peut être réglé très exactement au moyen du levier et de la vis *i*.

Après avoir bien préparé le mélange intime de la pulpe-crème contenue dans le godet, on en pèse une quantité déterminée, soit par exemple 100 ou 50 grammes pour les diluer avec de l'alcool de 92° dans la proportion ordi-

1. V. Stammer, Sucrerie Belge du 15 avril 1883 et la brochure intitulée : *Sucre et Non Sucre* (Bruxelles, 1888), p. 93-97.

naire, afin qu'on puisse lire au saccharimètre directement la richesse saccharine pour 100 de betteraves. Cette proportion est de 16<sup>gr</sup>,20 pour 100,4 cm. cub. pour les instruments du type français et de 26<sup>gr</sup>,048 pour 100,6 cm. cub.

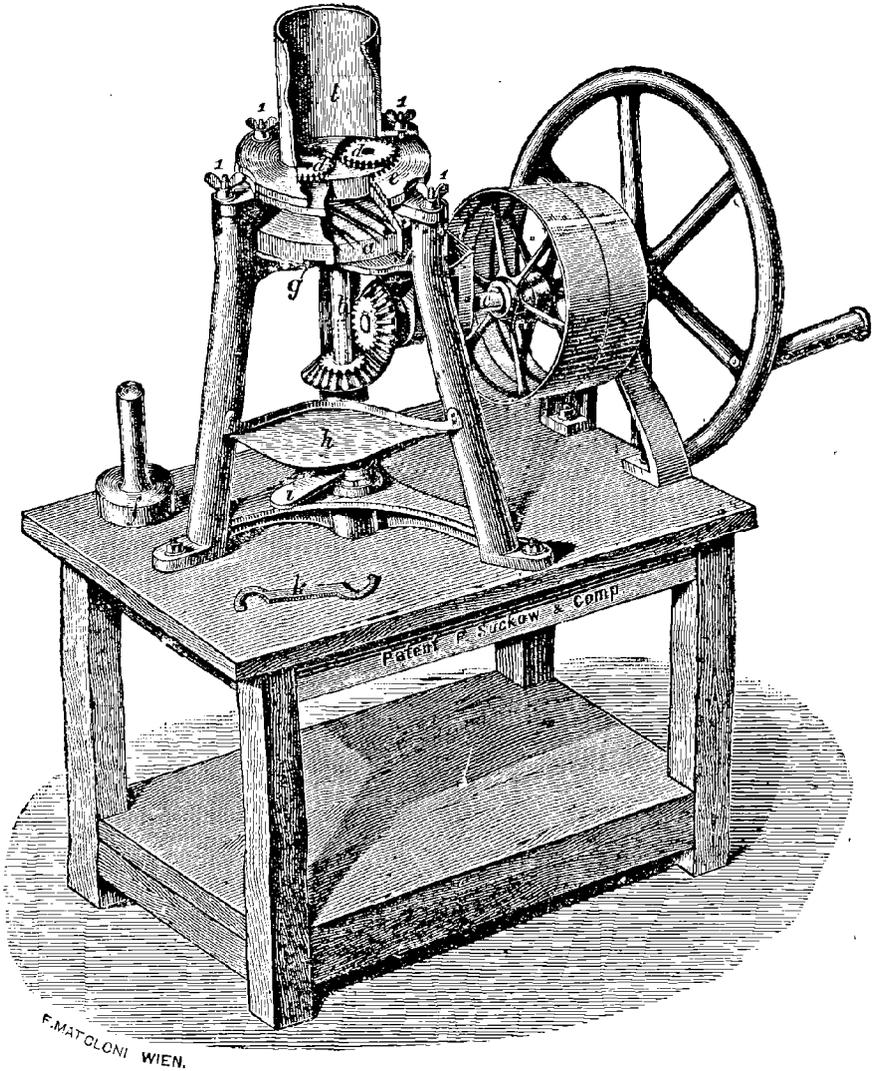


FIG. 70.

pour les instruments allemands. L'augmentation de volume en plus de 100 cm. cub. est due à la présence de la partie insoluble, dont la proportion

est peu variable. En opérant sur 100 grammes de pulpe-crème, il faut employer des matras jaugés à 614 cm. cub. pour les instruments français et de 386 cm. cub. pour les instruments allemands. Il est cependant plus pratique de n'opérer que sur 50 grammes de pulpe-crème et de faire usage de matras jaugés à 307 cm. cub., si on emploie un saccharimètre français.

Pour introduire la pulpe pesée dans le matras, on se sert d'un entonnoir métallique à tube large et d'un filet d'alcool à 92° Gay-Lussac, qui chasse la matière de la capsule dans l'entonnoir, de façon à obtenir immédiatement un mélange intime, de même que le dégagement de l'air sans produire de mousse sensible. Lorsque la matière est entièrement écoulee dans le matras, on agite ce dernier, on rince avec de l'alcool la capsule et l'entonnoir, on ajoute du sous-acétate de plomb dans la proportion de 1 cm. cub. pour 16<sup>sr</sup>,20 (soit 3,5 cm. cub. pour 50 grammes). Ces chiffres doivent souvent être réduits à quelques gouttes même pour 50 grammes de pulpe car un léger excès de sous-acétate de plomb en présence de l'alcool diminue le pouvoir rotatoire du sucre (essais de Pellet, Claassen, Herles, etc.). On achève avec de l'alcool le volume jaugé et l'on agite plusieurs fois par retournement. On filtre rapidement en évitant toute évaporation, ce qu'on obtient en posant l'entonnoir sur une petite éprouvette sans bec et en couvrant l'entonnoir d'une plaque de verre, et l'on fait l'observation de la manière connue, en laissant reposer préalablement le tube pendant 5 à 10 minutes, comme nous l'avons déjà indiqué à la méthode Scheibler. Les degrés observés donnent sans calculs le titre saccharin de la betterave avec un très haut degré d'exactitude.

Il nous reste maintenant une observation très importante à faire pour toutes les méthodes d'analyses de betteraves employant l'alcool. C'est qu'il ne faut point prendre plus de sous-acétate de plomb qu'il en a été indiqué, soit de 0,5 à 1 cm. cub. pour 16<sup>sr</sup>,20 de betteraves. En employant le réactif plombique en excès, il pourrait se produire une formation de sucrate de plomb insoluble dans l'alcool, ce qui diminuerait sensiblement la déviation de la lumière polarisée par le liquide alcoolique, une partie de sucre étant resté sur le filtre ; on a même indiqué qu'en présence de l'alcool à 90-92° l'usage du sous-acétate de plomb était inutile. Il est bon de s'assurer que la pulpe-crème de Stammer est bien exempte de grains et semelles. Car il y en a parfois mais qui sont masqués par la pulpe, on les rend visibles en lavant la pulpe à l'alcool d'abord, puis à l'eau, et l'on aperçoit nettement l'état de la pulpe. Souvent il y a de ces semelles et le procédé donne quelques dixièmes de moins que les autres.

### GRUPE III. — DIGESTION AQUEUSE

#### (a). — Procédé Pellet de digestion à chaud.

Lorsqu'on fait macérer dans l'eau chaude de la pulpe épuisée par l'alcool, soit le résidu contenu dans l'appareil Scheibler, etc., après une extraction complète du sucre, on obtient un liquide tournant fortement à droite le plan de la lumière polarisée, c'est-à-dire une dissolution aqueuse des matières non sucrées, optiquement actives et insolubles dans l'alcool. C'est la présence de ces matières qui rend l'emploi de l'alcool indispensable pour le dosage direct du sucre dans les betteraves d'après l'un ou l'autre des procédés décrits plus haut.

Cependant l'emploi de l'alcool, ainsi que les nombreuses précautions que nécessitent les méthodes décrites plus haut, leur donnent le caractère de recherches scientifiques plutôt que celui d'un moyen pratique pour déterminer la valeur des betteraves. Or, pour appliquer le principe de ces méthodes aux travaux industriels, tels que la réception de betteraves à la richesse saccharine réelle, il fallait d'abord supprimer l'alcool et simplifier les opérations diverses, sans porter atteinte à l'exactitude des résultats. Ce problème a été résolu dernièrement par M. *Pellet*, dont nous allons décrire les procédés (1).

Ce savant a d'abord étudiée la nature des matières organiques optiquement actives qu'on retrouve dans l'extrait aqueux des betteraves épuisées par l'alcool, qu'il a trouvé étant principalement des matières pectiques, dont le pouvoir rotatoire est, selon Chevron, 3,75 fois plus grand que celui du sucre. Or, des essais multiples ont démontré que ces matières se précipitent complètement à l'état de sel de plomb, notamment lorsqu'on emploie le sous-acétate de plomb en quantité suffisante.

Comme la diffusion du sucre est plus rapide dans une macération aqueuse qu'en présence de l'alcool, il s'en suit qu'il suffit de digérer pendant un certain temps la râpure de betteraves dans l'eau additionnée de sous-acétate de plomb, qu'on maintient à une certaine température. Pour qu'on ait toujours le réactif plombique en quantité suffisante, ce qui est la condition principale pour la réussite de l'analyse, on examine avec du papier neutre de tournsol

1. V. *Nouveau Procédé, etc., pour le dosage direct du sucre dans les betteraves*, etc., par H. *Pellet* (brochure).

A Epruvette contenant le sous-acétate de plomb, à 28° Baumé.  
 B Poire en caoutchouc pour faire passer le liquide dans la partie E.  
 C Réservoir pour l'excès de sous-acétate de plomb.  
 D. Sortie d'air.  
 E. Réservoir à sous-acétate de plomb.— Volume gradué par le plus ou moins de hauteur de l'extrémité de la pointe effilée qui amène le plomb.

F Pince de Mohr.  
 G Balance pesant 100 grammes, sensible à 5 mg.  
 H Terrine recevant la pulpe et portant un numéro d'entrée.  
 I Capsule en nickel pour la pesée de la pulpe.  
 J Tasse contenant un échantillon moyen de pulpe prélevé dans la terrine.  
 K Plaque de verre pour éviter la perte de l'eau pendant qu'on exécute l'opération.  
 L Série d'entonnoirs placés sur un support.  
 M Série de verres pour recevoir le liquide filtré.

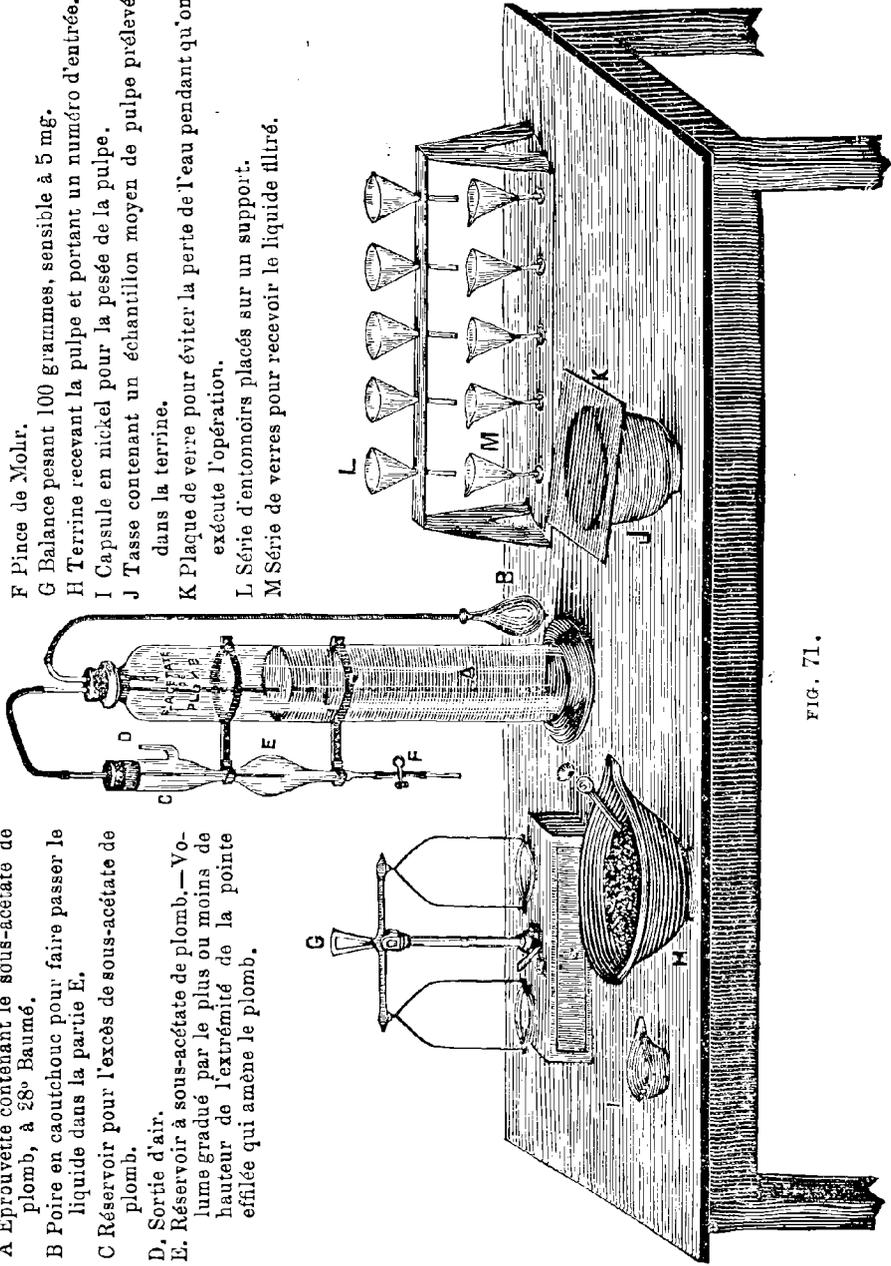


FIG. 71.

la réaction du liquide filtré destiné à l'observation saccharimétrique, pour voir si elle est alcaline.

Voici la manière d'opérer pour faire un grand nombre d'essais à la fois (voir les détails de la fig. 71) :

L'échantillon de betteraves à essayer est soumis à l'action d'une râpe ordinaire, produisant une pulpe plus ou moins fine. Celle-ci, exempte de semelles, est parfaitement mélangée dans une petite terrine H, on en prend pour peser environ 150 grammes qu'on place dans une tasse de porcelaine J qu'on recouvre d'une plaque de verre K pour éviter toute déperdition d'eau. Sur cette plaque de verre on peut poser le numéro en métal etc., correspondant au lot de betteraves à analyser.

Sur un petit trébuchet G, suffisamment sensible, on pèse une quantité de pulpe correspondant à la prise d'essai du saccharimètre employé. Il est bon de faire la pesée dans des capsules de nickel I ayant toutes le même poids et dont la tare est faite d'avance à l'aide d'un morceau de plomb. Avec un entonnoir métallique à large ouverture et d'un agitateur à bout aplati, on introduit la pulpe pesée dans un ballon diffuseur de forme spéciale (fig. 72), et l'on rince la capsule, l'entonnoir et l'agitateur avec un filet d'eau ordinaire, en faisant en tout un volume de 150 à 160 cm. cub. environ. On y ajoute alors 5 à 6 cm. cub. (pour 26<sup>gr</sup>,048 de pulpe) de sous-acétate de plomb à 28° Baumé, renfermé dans une éprouvette allongée A munie d'une pipette automatique (fig. 71), on ajoute de l'eau jusqu'au trait de jauge environ et l'on agite vivement. Le ballon diffuseur ainsi rempli et muni d'un numéro à pince correspondant à celui de l'échantillon, est mis en suite dans un bain-marie à plusieurs cases (fig. 74) chauffé à 80-85°C., et l'on y maintient durant 30 minutes. Le ballon retiré de l'eau chaude est ensuite refroidi à l'air, ou dans un bac refroidisseur (fig. 73).

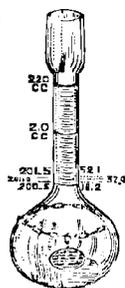


FIG. 72

Pour la pratique on a plusieurs paniers métalliques, dont l'un reçoit (K) les

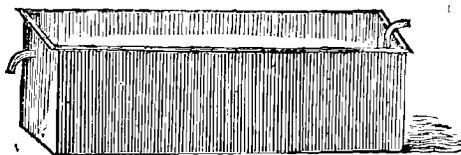


FIG. 73

ballons au fur et à mesure que l'on pèse la pulpe, l'autre contient les ballons en chauffage (G) et le troisième panier contient les ballons en refroidissement

(I), de façon à faire à la fois un grand nombre d'essais. Ces paniers, en toile métallique, sont disposés de telle sorte qu'ils sont facilement enlevés des bacs avec tous les ballons qu'ils contiennent (fig. 74). Pendant le séjour des ballons dans le bain-marie on regarde de temps en temps si quelquefois la mousse n'est pas trop abondante. Il suffit alors de retirer le ballon pour lequel on craint, et par le refroidissement de quelques secondes et l'agitation la mousse tombe en grande partie.

Avant de refroidir complètement le ballon on projette dans le col quelques gouttes d'éther et la mousse disparaît totalement.

Lorsque le refroidissement est terminé, on complète le volume de 200 cc. 75 ; on use encore, si besoin est, de quelques gouttes d'éther, et l'on agite.

On filtre, on s'assure que le liquide est alcalin à l'aide du papier neutre de tournesol et l'on procède à la polarisation après avoir acidifié le liquide par une ou deux gouttes d'acide acétique.

---

Détails de la fig. 74 :

- A Réservoir à eau pour maintenir le niveau dans le bac G.
- B Robinet d'alimentation d'eau du réservoir A.
- C Tige servant à ouvrir le robinet D.
- D Robinet laissant écouler l'eau venant de B dans A.
- E Robinet d'air ouvert durant l'emplissage de A.
- F Tige servant à manœuvrer le volant E.
- G Bain-marie recevant un panier à 12 cases pour le chauffage des ballons N, l'excès du liquide sortant par S
- H Tube pour introduction de vapeur nécessaire au chauffage du bain-marie si on peut en disposer.
- J Bain de refroidissement alimenté par un courant d'eau dont l'excès sort par X.
- K Panier à 12 cases pour placer les ballons préparés avant leur chauffage.
- L Réservoir à eau et à double tube pour remplir les ballons.
- M Réservoir à alcool nécessaire pour abattre les mousses.
- N Ballon diffuseur de Pellet portant un numéro d'ordre, le même que celui placé dans la terrine H, figure 71.
- O Bac en zinc recevant les eaux s'écoulant du panier en refroidissement lorsqu'on l'enlève du bac J.
- P Rampe à gaz pour le chauffage du bain-marie G, qu'on peut remplacer par deux ou trois lampes à pétrole à large mèche, dite Florence.
- R Tuyau d'évacuation de l'excès d'eau des bacs G, J et de O, sortant par S et X.
- T Tube d'écoulement d'eau de large dimension pour remplir rapidement les ballons.
- U Tube d'écoulement effilé pour parfaire le niveau au point voulu.

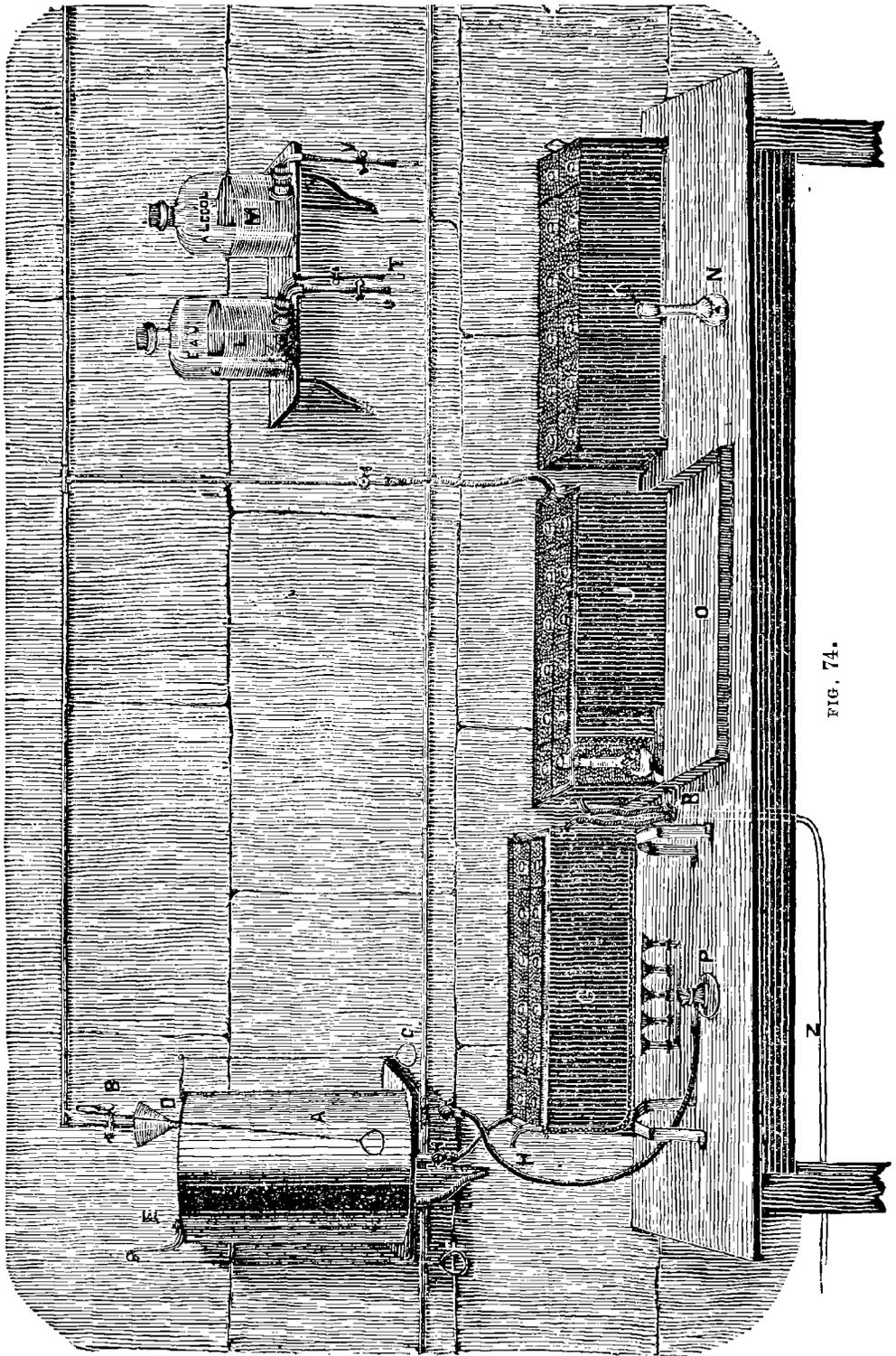


FIG. 74.

Avec un tube de 40 centimètres et ayant pris 26.048 de pulpe dans 200 cc. 75, on a de suite la richesse directe de la betterave % grammes — si le poids normal du saccharimètre est de 26.048.

Pour le saccharimètre Laurent, on peut ne prendre que 16.20 et faire alors 100 cc. 5, ou bien peser 32.50 et faire 201 cc.; mais alors, avec le tube de 40, on aura le double de la polarisation. On divisera par 2, ou l'on n'emploiera que le tube de 20 centimètres qui donnera dans ce cas directement la richesse de la betterave.

L'augmentation de volume indiquée sur 200 cc. représente le volume occupé par le marc.

On compte en général ;

0 cc.	5	pour	16	gr.	20
0	»	75	—	26	» 048
1	»		—	32	» 40
1	»	50	—	52	» 10

On peut aussi modifier la prise d'essai de façon à n'employer que des ballons jaugés à 200 c. cubes. On aura ainsi 25 gr. 87 au lieu de 26 gr. 048 pour les instruments allemands et 16 gr. 16 pour les instruments français.

Le ballon diffuseur (fig. 72) porte, au-dessus du trait de 200 c. cubes, encore un ou plusieurs autres traits, pour le cas où l'on aurait dépassé une première fois le trait de 200 c. cubes. Il suffit alors de tenir compte de l'excès de volume et l'essai n'est pas perdu.

Le même procédé s'applique également à l'analyse des cossettes fraîches de diffusion, divisées finement par un hache-viande coupant. Seulement il est prudent de laisser durer le chauffage pendant 45 minutes, c'est-à-dire un peu plus longtemps que pour une pulpe produite par une râpe.

#### *Remarques :*

- 1° Le sous-acétate de plomb doit peser 28° B<sup>a</sup> environ.
- 2° Le volume de 5 à 6 cc. de sous-acétate de plomb peut varier. Il est suffisant pour la généralité des cas, mais pour des betteraves non mûres ou altérées, il peut être augmenté. En tout cas on s'assurera qu'il y en a assez par le papier de tournesol. La liqueur filtrée après chauffage doit être franchement alcaline.
- 3° Un excès de plomb ne nuit pas pour l'analyse aqueuse et l'alcalinité peut toujours être saturée ensuite par quelques gouttes d'acide acétique.

4° Le sous-acétate de plomb doit être bien mélangé à la masse, avant le chauffage.

5° La pulpe, tout en étant grossière, doit être exempte de semelles. Si la râpe est trop défectueuse, on passe la pulpe à un hache-viande.

• (b). — Digestion aqueuse à froid et instantanée.

En remplaçant le disque de la râpe conique de Pellet et Lomont (fig. 53 p. 272) à lames de scies, par un disque plein taillé comme une lime à bois, on produit une pulpe bien plus fine que la pulpe ordinaire.

Nous avons reconnu, dit M. Pellet (1), que cette pulpe très régulière abandonnait tout son sucre à froid et instantanément.

Par conséquent, si l'on passe les betteraves sur une râpe conique armée d'un tambour ainsi taillé, on a une pulpe qui permet l'analyse à froid et instantanée.

On procède de la même façon qu'il a été dit pour la préparation de l'échantillon moyen de la pulpe.

On pèse le même poids de pulpe, 26.048 (ou un autre suivant le saccharimètre employé). On met les 5 ou 6 cc. de sous-acétate de plomb avant l'introduction de la pulpe. Pour introduire la pulpe on se sert d'un jet d'eau dirigé sur la capsule métallique qui contient la pulpe ; ce jet rend la pulpe assez liquide pour couler directement dans le ballon sans avoir recours à l'agitateur, ni même à l'entonnoir avec un peu d'habitude.

On rince le tout, et l'on a environ 150 à 160 c. cubes. On verse un peu d'éther à plusieurs reprises, on agite par retournement et, la mousse abattue, on complète à 200 cc. 75 (ou à un autre suivant le poids pesé).

On agite à nouveau et l'on filtre de suite. L'opération peut durer au total de 2 à 3 minutes.

Le reste de l'essai se continue comme pour l'essai par digestion à chaud.

L'extrême simplicité de cette méthode ne l'empêche point de donner des résultats absolument concordants avec ceux de l'extraction alcoolique Scheibler-Soxhlet, comme l'a constaté par ses nombreux essais comparatifs M. Petermann, directeur de la Station Agronomique de l'État Belge, à Gembloux (2).

1. V. Pellet, « Journal des fabricants de sucre » du 13 mars 1889 et « Bulletin de l'Association belge des Chimistes », t. I, n° 1.

2. V. Petermann, Sucrierie Belge, du 15 décembre 1888.

*Nota.* — Les différents procédés de dosage du sucre contenu dans les betteraves fournissent des résultats bien concordants, si l'on a soin de les exécuter de la manière décrite plus haut.

L'extraction alcoolique de Scheibler-Sickel-Soxhlet est considérée comme la plus scientifique et la plus parfaite de toutes les solutions données de l'intéressant problème qui fait le sujet de ce chapitre. D'ailleurs la méthode d'extraction alcoolique a été vérifiée en 1880 par Tollens, et en 1887 par Petermann, qui en ont établi la haute valeur théorique et pratique. Cette méthode doit être appliquée surtout aux essais comparatifs de culture de différentes variétés de betteraves, comme dans tous les essais ayant un but scientifique. Pour les analyses courantes de laboratoire d'usine ou pour une réception de betteraves à la richesse, etc., ainsi que partout où l'on a à faire des essais très nombreux dans peu de temps, les deux procédés Pellet, ayant pour principe la digestion aqueuse en présence d'un excès de sous-acétate de plomb, nous semblent mériter la préférence. Remarquons seulement que pour avoir des résultats comparables, les doses de sous-acétate de plomb doivent être *minimes* aux procédés alcooliques et *beaucoup plus fortes* dans la digestion aqueuse. En employant des doses égales de réactif plombique, on trouvera plus de sucre par la digestion aqueuse que par l'alcool, soit par une précipitation incomplète des matières pectiques dans le premier cas, soit par la formation d'un peu de sucrate de plomb insoluble dans l'alcool, dans le second cas et la diminution même de la polarisation du sucre, par l'alcalinité de l'excès de sous-acétate de plomb en présence de l'alcool. C'est là uniquement la cause de différences observées par quelques chimistes entre les méthodes alcooliques et aqueuses. Nous dirons enfin pour compléter la série des procédés qu'il y a aussi l'extraction aqueuse à chaud de Vivien, qui ressemble beaucoup à la diffusion industrielle (1).

1. V. Rapport de M. Dupont sur les appareils de M. Vivien à l'Exposition Universelle de 1889 (*Bulletin de l'Association des Chimistes*, T. VII, p. 22-23).

XVIII

**Sélection chimique de betteraves destinées à la  
production de graines.**

On a cru pendant longtemps que la richesse saccharine des betteraves dépendait essentiellement du mode d'assolement et du genre de fumure, c'est-à-dire qu'il suffit d'une culture soignée, d'une bonne terre bien préparée et d'une distribution convenable d'engrais pour récolter des betteraves très riches. L'expérience a cependant démontré que même dans les meilleures conditions de culture on n'obtiendrait que des betteraves médiocres, si l'on n'a pas eu soin de semer de la graine issue de betteraves riches.

Pour avoir des betteraves-mères d'une richesse déterminée, il ne suffit pas de choisir à simple vue des racines dans un champ donnant une moyenne satisfaisante, la richesse individuelle de ces racines pouvant varier dans des limites assez espacées. Il est donc nécessaire d'analyser séparément chaque betterave destinée à la production de graines, en soumettant à l'analyse un petit cylindre enlevé obliquement, à l'aide d'une sonde, au deuxième quart de la longueur de la racine, en partant du collet; la betterave ainsi percée peut être ensilotée sans aucun inconvénient. La richesse du petit cylindre ainsi enlevée à la betterave représente, selon *Violette* (<sup>1</sup>), *Mareck* et d'autres savants de haute compétence, la richesse moyenne de la racine entière. Quelques essais que nous avons faits à plusieurs reprises, ont parfaitement confirmé cette hypothèse qui sert de point de départ pour la sélection chimique de betteraves-mères.

Le petit cylindre enlevé à la racine ne pesant qu'une dizaine de grammes et la sélection exigeant un travail rapide sur une grande échelle, les méthodes usitées pour l'analyse de betteraves entières ne pourraient pas y être appliquées telles quelles. Pendant quelque temps on avait recours à la détermination de la densité de la racine même ou plutôt à celle de ce petit cylindre, en le jettant successivement dans des vases contenant

1. Les belles études de cet éminent savant ont démontré que la richesse de la betterave va en augmentant du collet à la queue et de la périphérie au centre, de sorte qu'en opérant comme il vient d'être indiqué on parvient sensiblement à la richesse moyenne. Cependant si ce résultat est suffisant pour les betteraves-mères on doit supprimer pour l'achat des betteraves à la richesse tout ce qui est foret ou perforation de la racine à un endroit quelconque.

des solutions salines de densités différentes ; mais on a reconnu bientôt que ce procédé conduit à des résultats erronés, la betterave pouvant renfermer de l'air en quantité très variable qui diminue sensiblement sa densité. Actuellement, la culture de graines est basée presque partout sur l'analyse chimique rationnelle (1), grâce à un procédé très pratique, imaginé par M. Violette (2), l'éminent doyen de la Faculté des Sciences de Lille. Ce procédé a pour principe l'inversion par l'acide sulfurique du sucre contenu dans un poids déterminé de betteraves coupées en lamelles très minces et le dosage du sucre inverti formé au moyen d'une liqueur cuivrique titrée. Ce procédé plus ou moins perfectionné, a été adopté dans la plupart des cultures françaises, alors qu'à l'étranger on fait usage d'un autre procédé basé sur l'extraction du jus et l'emploi du saccharimètre (3), tout récemment, quelques producteurs de graines ont adopté une toute nouvelle méthode qui semble présenter des avantages particuliers. Nous allons les décrire successivement.

#### A — Procédé Violette.

A l'aide d'une sonde à bords coupants, on enlève à la racine un fragment cylindrique représentant la richesse moyenne (comme nous l'avons indiqué plus haut) dont on enlève l'épiderme et on le coupe en lanières très fines dans le sens de la longueur, puis on les place sur un verre dépoli et on les divise en petits morceaux qu'on remet dans une petite capsule de porcelaine, tarée d'avance. On pèse exactement 5 grammes de matière qu'on introduit ensuite dans une fiole jaugée à 100 c. cubes, on y ajoute 10 c. cubes de liqueur sulfurique normale et environ 40 c. cubes d'eau, on place la fiole dans un bain-marie en ébullition et on l'y maintient durant 30 minutes, afin de convertir en glucose (sucre inverti) le sucre contenu dans les 5 grammes de betteraves. On retire ensuite la fiole du feu et on la refroidit, soit à l'air, soit par immersion dans l'eau froide, on y ajoute 10 c. cubes d'une liqueur sodique équivalente à la liqueur sulfurique (4), afin de

1. C'est *M. de Vilmorin* qui a, le premier, appliqué l'analyse chimique à la culture de grains de betteraves.

2. *V. Violette*, dosage du sucre au moyen de liqueurs titrées (Brochure.)

3. *M. Stammer* et d'autres ont donné quelques indications pour l'application à la sélection de leurs méthodes d'analyse de betteraves. Nous ignorons si ces savants en ont fait l'application en grand.

4. Cette saturation est utile, mais pas indispensable ; on peut donc, au besoin, supprimer la liqueur sodique, l'acide étant saturé par la liqueur cuivrique.

saturer à peu près l'acide, et l'on achève avec de l'eau distillée le volume jaugé. On agite plusieurs fois, afin de rendre le liquide homogène et l'on filtre à travers un entonnoir garni de toile métallique dans une burette graduée en dixièmes de centimètres cubes, qu'on remplit jusqu'au trait de zéro.

D'un autre côté on mesure avec une pipette 10 c. cubes de liqueur cuivrique Violette, au titre de 5 milligrammes de sucre par c. cubes (1), et l'on chauffe le tube sur un bec à gaz. On y ajoute quelques grains de pierre-ponce afin de régulariser l'ébullition. Ces 10 c. cubes exigent 5 centigrammes de sucre converti en glucose, pour la réduction complète du cuivre.

On saisit le tube chauffé et l'on y fait écouler, en une seule fois, environ 5 c. cubes de la liqueur sucrée préparée avec la betterave et l'on remet le tube à chauffer. Aussitôt la liqueur se trouble, jaunit, se fonce, devient orangée, puis passe au rouge plus ou moins violacé. Aussitôt que l'ébullition a eu lieu, on éloigne le bec à gaz ; la liqueur s'éclaircit et un précipité rouge se dépose au fond du tube. La liqueur cuivrique s'est décomposée, en partie, sous l'influence du sucre inverti et elle s'est décolorée d'autant plus que la betterave analysée est plus riche.

Suivant l'intensité de la couleur bleue, on ajoute encore 1, 2 ou c. cubes de liqueur sucrée et l'on chauffe de nouveau, en observant toujours la décoloration du liquide surnageant ou baignant le précipité rouge. Vers la fin, on n'ajoute que de petites quantités de liqueur sucrée jusqu'au moment où le liquide éclaircit, vu au-dessus d'un papier blanc, ne présente que la couleur bleu-ciel ou bien qu'il est décoloré complètement. Si l'on a dépassé le point final, c'est-à-dire qu'on a employé la liqueur sucrée en excès, le liquide éclaircit jaunit et prend une couleur d'ambre plus ou moins prononcée, suivant l'importance de l'excès de liqueur sucrée employée. On observe le volume de liqueur sucrée usée pour la réduction, et l'on calcule la teneur en sucre de la betterave en divisant 100 par le nombre de centimètres cubes de liqueur sucrée. Soit par exemple qu'on a usé 7,3 c. cubes de liqueur sucrée pour réduire 10 c. cubes de liqueur cuivrique correspondant à 0 gr. 05 de sucre. Si dans 7,3 c. cubes de liqueur il y a 0 gr. 05 de sucre, dans 100 c. cubes (5 grammes de betteraves) il y aura  $\frac{100 \times 0,05}{7,3} = 0 \text{ gr. } 685$  ; 100 grammes de betteraves contiennent donc  $20 \times 0,685 = 13,76 \%$  de sucre.

Ce titrage paraît un peu délicat à la première vue : il n'en est pas ainsi en

1. Cette liqueur contient par litre 36 gr. 46 de sulfate de cuivre cristallisé, 200 grammes de sel de seignette et 90 grammes de soude caustique solide.

réalité, car avec un peu d'habitude on reconnaît déjà par la couleur du précipité si la réaction s'approche de la fin, comme il a été expliqué dans le chapitre VIII.

Dans la pratique de la sélection, on ne cherche point à connaître exactement le titre saccharin de la betterave ; on cherche seulement à établir une classification entre les betteraves d'une richesse déterminée et celles qui n'atteignent pas cette richesse. Dans ce cas, on fait couler en une seule fois le nombre de centimètres cubes de liqueur sucrée correspondant à la richesse en question, on fait bouillir et l'on observe le liquide surnageant le précipité s'il est ou non décoloré. Quelquefois on a le désir de faire plusieurs choix, soit par exemple une betterave au-dessus de 15 %, une variété moins riche et une autre au-dessous de 12 % qu'on met au rebut. Dans ce cas on verse d'abord dans le tube 6,7 c. cubes de liqueur sucrée, on chauffe et si le liquide n'est pas décoloré, ce qui indique que la betterave n'atteint pas 15 % de sucre, on ajoute encore de la liqueur jusqu'au trait de 8,3 c. cubes (= 12 %) et l'on chauffe de nouveau ; s'il n'est pas décoloré cette fois-ci, on remet la betterave au rebut, sans continuer le titrage.

Pour faire la sélection sur une grande échelle on fait usage de dispositions très ingénieuses (\*), facilitant les opérations et assurant la bonne marche des analyses. Nous croyons devoir citer quelques-unes de ces dispositions.

La sonde employée ordinairement se compose d'une poignée et d'une sorte de gouge demi-cylindrique que l'on introduit dans le corps de la betterave pour en détacher, par un mouvement de rotation, un fragment cylindrique destiné à l'analyse. Dans quelques laboratoires, cet outil est remplacé avantageusement par un appareil imaginé par *Olivier Lecq* (fig. 75) (2), qui se compose d'un cylindre vertical fonctionnant à l'aide d'un levier ; à la partie inférieure sont disposés, sur deux plans, quatre couteaux ; à la partie supérieure est réservée une échancrure de 8 centimètres de longueur environ, dans laquelle vient se loger le fragment de la betterave divisée d'un seul coup en neuf morceaux, qu'on enlève aussitôt à l'aide d'un couteau à poignée, pour les porter à la balance sans les diviser davantage.

La betterave transpercée reçoit dans son trou une cheville en bois portant un numéro d'ordre ; la fiole servant à l'inversion est munie d'un numéro

1. La plupart de ces dispositions sont dues à l'initiative de MM. *Van Achère* et *Brunner*, chimistes constructeurs à Lille, qui s'occupent spécialement de tout ce qui concerne la sélection de betteraves-mères.

2. V. *Journal des Fabricants de sucre* de 1883, n° 10, le rapport de M. *Aimé Girard* sur les appareils *Olivier Lecq*.

correspondant et mise dans un support à compartiments en séries de dizaines. L'acide sulfurique normal est renfermée dans une bouteille placée sur un support ; elle est munie d'un siphon combiné avec une burette divisée de 10 en 10 c. cubes ; la liqueur sodique est disposée de la même façon. La liqueur cuivrique seule est mesurée à l'aide d'une pipette automatique, permettant un mesurage exacte et rapide et pouvant être confié à des simples ouvriers.

Le bain-marie dont on fait usage pour produire l'inversion du sucre, se compose d'un grand bac en tôle, communiqué par deux tuyaux à une petite chaudière cylindrique en cuivre à double parois, dans le milieu de laquelle est placé un foyer à charbon ; l'eau circulant autour du feu, mise en ébullition, passe par la conduite supérieure dans le bac rempli d'eau et retourne à la chaudière par la conduite inférieure, en formant ainsi une sorte de thermosiphon. De cette façon, l'eau dans le grand bac est maintenue toujours en ébullition. La petite chaudière cylindrique à double parois est posée sur un support et communique directement avec une cheminée. Les fioles contenant les fragments de betteraves additionnées d'eau et d'acide sont d'abord placées dans des boîtes à compartiments, confectionnées en cuivre ou en tôle

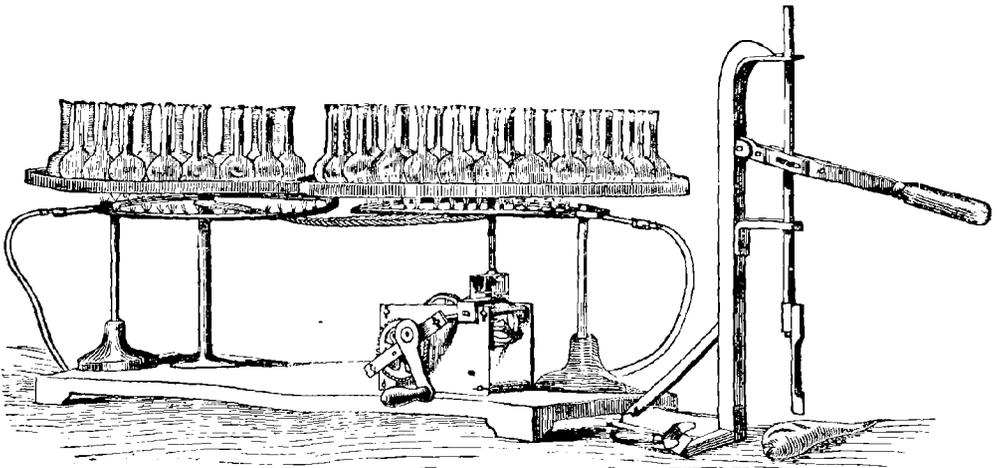


FIG. 75

FIG. 76

perforée, et munies de couvercles à trous donnant passage aux cols de ces fioles. Les boîtes ainsi chargées sont placées, l'une à côté de l'autre, dans le grand bac rempli d'eau, dont le niveau ne doit pas dépasser la hauteur des boîtes en question. Après l'inversion, on retire les boîtes qu'on ouvre, et l'on

place les fioles dans des supports en bois, divisés chacun en plusieurs compartiments, dans lesquelles elles restent jusqu'à refroidissement.

Telle est la manière d'opérer chez MM. *Desprez* à Cappelle, tandis que M. *Olivier Lecq* préfère de chauffer les fioles sur un bain de sable de construction spéciale, (figure 76), qui se compose de deux plateaux en tôle portés par deux arbres verticaux, dont l'un est commandé directement par un mouvement d'horlogerie et l'autre reçoit du premier, au moyen d'une chaîne de Vaucanson, un mouvement de même vitesse. Chacun de ces plateaux couverts de sable est chauffé par une rampe circulaire à gaz, disposée au-dessous du plateau. On peut placer sur chaque plateau environ 50 fioles à la fois et le travail est conduit de telle façon que l'un des deux plateaux soit à point d'être dégarni au moment même où l'on achève de garnir l'autre.

Enfin les appareils analyseurs, c'est-à-dire les supports des burettes graduées contenant les liqueurs sucrées, sont disposés également d'une façon bien pratique. L'appareil préconisé par *Olivier Lecq* (fig. 77), qui est le plus

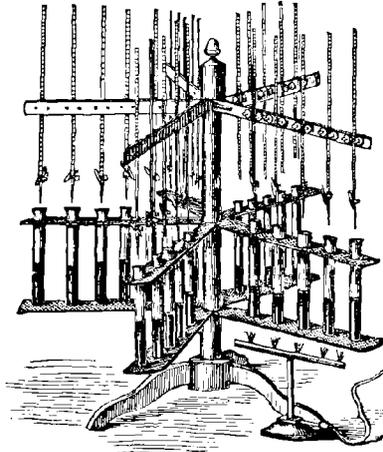


FIG. 77

simple, se compose de trois étoiles superposées, à cinq branches chacune, et qu'entraîne dans un même mouvement de rotation le manchon commun sur lequel ces étoiles sont montées. Chacune des branches de l'étoile inférieure est percée de cinq trous fermés par une toile métallique, servant de support à cinq tubes d'essais dont l'extrémité supérieure est prise dans les trous correspondants de l'étoile du milieu. Les branches de l'étoile supérieure portent les burettes graduées. Les tubes d'essais, contenant la liqueur cuivrée, sont

chauffés sur une petite rampe à gaz fixe à cinq becs ; on ajoute la liqueur sucrée, on fait bouillir, on donne à l'appareil un mouvement de 72° d'arc, afin de chauffer sur la même rampe à gaz une nouvelle série de tubes à essai. Pendant ce temps, la première repose, le précipité se réunit et le liquide surnageant est alors examiné. La manœuvre de cet appareil est très facile et très commode.

Après avoir terminé une série d'analyses, on note sur un carnet les numéros des fioles et les richesses correspondantes. Les betteraves analysées portant des chevilles numérotées sont placées, par séries et par ordre de numéros, dans les caves situées au-dessous du laboratoire et, de temps en temps, l'analyseur rappelle séparément les numéros de chaque richesse, afin de former les différentes catégories.

#### B. — Procédé saccharimétrique.

On enlève à la racine un petit cylindre au deuxième quart de la hauteur, comme il a été indiqué au procédé Violette. Ce petit cylindre est pressé, sans être râpé, au moyen d'une presse très puissante de construction spéciale (fig. 78), manœuvrée par un homme vigoureux qui agit sur le grand volant. La tige filetée de la presse agit sur un cône de cuivre qui comprime le cylindre de betteraves dans un récipient également conique. Dans ce récipient sont disposés plusieurs doubles d'un tissu métallique et le jus s'écoule par un trou pratiqué dans la partie inférieure de la boîte. Un joint en caoutchouc empêche le jus de s'échapper entre le cône en cuivre et la boîte conique. Le jus est recueilli dans une petite capsule et, à l'aide d'une pipette, on prélève 5 c. cubes qu'on laisse écouler dans une fiole jaugée de 25 c. cubes, préalablement garnie de quelques gouttes de sous-acétate de plomb, on complète le volume jaugé avec de l'eau de pluie et l'on filtre. Le liquide filtré est versé dans un tube de saccharimètre de 20 centimètres de longueur, de diamètre très petit, ne contenant qu'environ 8 c. cubes de liquide.

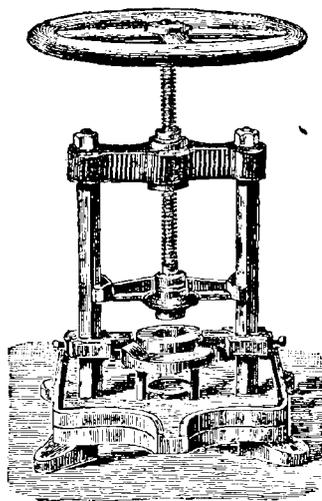


FIG. 78

L'observation au saccharimètre se fait dans les mêmes conditions qu'en sucrerie pour les jus de betterave; seulement le jus ayant été dilué avec de l'eau dans la proportion de 5 pour 25 on multipliera le résultat par 5.

Si l'on emploie le saccharimètre Laurent, le nombre de divisions trouvé est multiplié par 0,162 et l'on obtient ainsi le tant pour 100 de sucre contenu dans le jus extrait de la betterave. Si l'on désire ne faire qu'un triage de betteraves, conserver celles qui ont un tant pour 100 de sucre et au-dessus, et rejeter celles qui sont au-dessous du chiffre fixé, on amène l'échelle du saccharimètre à ce chiffre. Il suffit alors de placer le tube sur le saccharimètre; selon que la moitié du disque vu dans la lunette sera noire à droite ou à gauche, on rejettera ou l'on conservera la betterave. Pour faire plusieurs classifications, il faut disposer plusieurs saccharimètres, en fixant le zéro du vernier de chacun d'eux au point de l'échelle correspondant à une des richesses déterminées.

La quantité d'analyses que l'on peut faire par jour dépend de l'installation et de l'importance du matériel, du personnel. Une presse suffit pour exécuter par journée de 10 heures, 400 à 500 analyses.

On a modifié, d'une façon très heureuse, la presse citée ci-dessus (fig. 78) en remplaçant le godet fixe par un chariot mobile portant deux godets, ce qui rend le travail plus rapide et plus régulier (').

Un des avantages de cette méthode est de permettre d'opérer aussi sûrement le soir que le jour, puisque pour l'observation au saccharimètre il faut toujours se placer dans une chambre noire, alors que la méthode Violette réclame, pour être bien exécutée, la lumière solaire.

### C. — Diffusion aqueuse et instantanée.

Depuis que M. Pellet a fait connaître son nouveau procédé pour l'analyse rapide et exacte de betteraves par la diffusion aqueuse à froid et instantanée, que nous avons décrit dans le chapitre précédent (p. 317), quelques producteurs de graines (\*), ont cherché à appliquer ce procédé à la sélection de betteraves-mères, l'opération préconisée par Pellet étant très simple en même temps que très rapide.

1. Construction spéciale de MM. *Van Achère et Brunner*, chimistes, à Lille.

2. Tels que M. *Carlrier*, à Orchies (Nord), MM. *Dieppe frères*, à Quedlinbourg (Allemagne), etc.

Après avoir heurté contre les difficultés de trouver un appareil pouvant transformer en pulpe très fine le petit cylindre enlevé à la betterave, M. Keil (1) a réussi à construire un *foret-râpe, perforant directement la betterave* en fournissant une pulpe de la finesse nécessaire pour la digestion aqueuse à froid (fig. 79).

Il se compose d'un arbre D, monté sur deux paliers munis de godets graisseurs, le tout reposant sur un socle en fonte, que l'on peut fixer au moyen de vis, de façon à donner de la stabilité au système.

Cet arbre D (fig. 79) muni de deux poulies, l'une fixe et l'autre folle, est

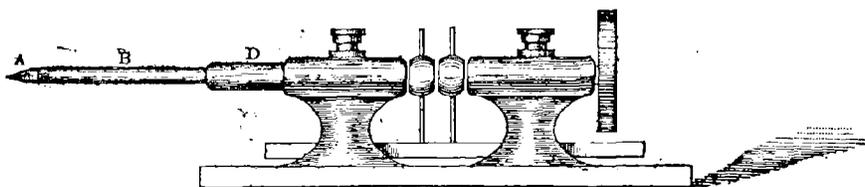


FIG. 79

entraîné avec une vitesse d'environ 1800 tours à la minute au moyen d'un système de transmission (non figuré sur le dessin). Un débrayage que l'on fait manœuvrer à la main, permet à volonté, de mettre l'arbre en mouvement ou de l'arrêter.

L'une des extrémités de l'arbre est terminée par un petit volant massif, destiné à régulariser le mouvement. A l'autre extrémité vient se visser une tige cylindrique creuse B, destinée à servir de magasin et ayant une capacité suffisante pour recevoir la pulpe prélevée sur environ 4 à 10 betteraves suivant leur grosseur lorsqu'on analyse plusieurs betteraves à la fois.

Cette tige cylindrique B est terminée par une partie également creuse tronc-conique A, s'y fixant par un système dit à *baïonnette*. Cette partie A constituant le foret (fig. 80) est munie sur une partie de sa périphérie de dents taillées à la façon des limes à bois ; le foret se termine par une partie pointue. Le foret est évidé sur trois côtés et laisse voir aussi trois sortes de caniveaux F, terminés par trois ouvertures faisant communiquer l'extérieur avec l'intérieur de la tige cylindrique creuse B.

Lorsqu'on présente une betterave à ce foret entraîné par une vitesse de

1. C'est le constructeur de la râpe conique à disque plein taillé en lime à bois, indiquée dans le chapitre XVII, pour la production de la pulpe fine nécessaire pour la digestion instantanée.

1800 tours à la minute, elle est bientôt percée de part en part, et dans un temps très court, environ 5 à 6 secondes, grâce à la pointe qui termine le foret et qui lui permet de *prendre* de suite dans la betterave, ainsi qu'à sa grande vitesse de rotation.

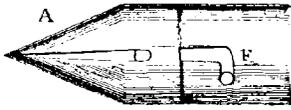


FIG. 80

La pulpe, au fur et à mesure de sa production, suivra les caniveaux du forêt, passera ensuite dans la tige cylindrique creuse B où elle s'emmagasinerà. Si l'on vient à sonder une nouvelle betterave, la pulpe de celle-ci suivra la même marche, en

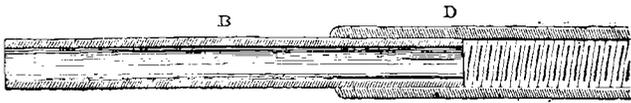


FIG. 81

refoulant dans la tige B la pulpe de la première betterave et ainsi de suite, jusqu'à ce que la tige B soit pleine. Il ne reste plus alors qu'à le dévisser de l'arbre D (fig. 81), de retirer à son tour la partie A et au moyen d'une baguette pleine E (fig. 82) de chasser dans un vase quelconque, la pulpe contenue dans la tige B. On peut de cette manière prélever l'échantillon sur un nombre assez grand de racines.

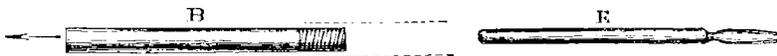


FIG. 82

Une modification heureuse a été apportée dans ces derniers temps. Elle permet actuellement de sonder une betterave et d'en recueillir la pulpe en moins de *quinze secondes*, et rend ainsi les plus grands services pour l'*analyse des porte-graines* où il faut aller vite.

La partie B reste vissée à l'arbre D et la capacité la tige creuse B est limitée par un obturateur P relié à la partie tronconique A (ou foret) au moyen d'une tige c (fig. 83).



FIG. 83



FIG. 84

Le fonctionnement est alors très simple. En effet lorsqu'une betterave a été sondée, la pulpe chassée (durant la rotation du foret) vient rencontrer l'ob-

turateur P et s'emmagasine ainsi dans la partie de la tige cylindrique creuse, comprise entre A et P. Si l'on retire la partie A du système à baïonnette, l'obturateur P qui y est fixé par la tige c sera entraîné dehors (fig. 84) et amènera avec lui la pulpe qui s'est déposée dans la partie antérieure du cylindre.

Il ne restera plus qu'à recueillir la pulpe dans une capsule numérotée correspondant à une betterave et l'analyse se continue comme il sera dit plus loin.

Le trou percé a 14 millimètres.

Un appareil permet de sonder, en 10 heures, 1500 racines.

La pulpe obtenue conserve sensiblement la forme du cylindre ; la division des cellules est parfaite, mais, fait curieux, le jus ne suinte pas de la masse et il n'y a pas de pertes à craindre.

La pulpe étant mélangée on en pèse le 1/4 du poids normal (1) du saccharimètre (soit 4 gr. 05 pour les instruments français et 6 gr. 512 pour les instruments allemands) en se servant d'une petite capsule en nickel, préalablement tarée. On penche cette capsule sur un entonnoir également en nickel disposé sur un ballon gradué de 50 c. cubes. On fait descendre la pulpe au moyen d'un filet d'eau sortant d'un siphon avec une certaine pression. Pour cela il suffit de placer, à 2 mètres de hauteur du sol, un flacon réservoir de 5, 10 ou 20 litres facilement alimenté d'eau, ayant une tubulure inférieure ou un tube formant siphon, on met à l'extrémité un caoutchouc et une pointe affilée et l'on serre le caoutchouc par une pince de Mohr.

Le jet d'eau fait couler la pulpe comme de l'eau dans le ballon. On rince la capsule et l'entonnoir avec 25 ou 30 c. cubes de sous-acétate de plomb à 28 ou 30° Baumé ; on ajoute, si besoin est, une goutte ou deux d'éther pour combattre la mousse ; on complète à 50 c. cubes, l'on agite et l'on filtre.

La filtration peut avoir lieu de suite ou bien on peut ne filtrer que par série de dix essais.

Sur les ballons on met des numéros à pince, et quand le liquide est filtré dans un verre à pied, on adapte le numéro du ballon sur le pied du verre. On n'a pas d'étiquettes à faire, pas d'erreur possible.

Le liquide filtre toujours très clair ; cependant pour une masse d'essais, il arrive que quelques liquides se troublent légèrement. Alors il suffit de verser, avec un compte-gouttes, une goutte ou deux d'acide acétique con-

1. Dans ces essais il est inutile de tenir compte de l'influence du marc de betterave, comme cela se fait dans les analyses des betteraves de fabrique.

centré. On polarise et l'on a de suite la richesse pour 100 grammes de la betterave.

Ce procédé est incomparablement plus simple, plus expéditif et plus exact que les méthodes basées sur l'essai du jus ou sur l'emploi de la liqueur cuivrée.

---

## XIX

### **Essai de cannes**

La canne à sucre étant la matière première de la sucrerie coloniale, son analyse chimique présente la même importance que celle de la betterave, avec la seule différence que dans l'essai de cannes la détermination de la richesse saccharine doit être, autant que possible, suivie d'un dosage de glucose (sucre inverti) afin d'en établir le coefficient glucosique, c'est-à-dire la proportion de glucose pour 100 de sucre cristallisable.

Avant d'entrer dans la description des procédés analytiques, il convient de dire un mot sur l'importance de la prise d'échantillon, la richesse saccharine de la canne étant très variable entre les différentes parties de la longueur, les nœuds et les entre-nœuds. Pour avoir un échantillon moyen, il faut prendre à la base, dans le milieu et au sommet de la canne un entre-nœud entier avec un de ces nœuds, répéter la même opération sur plusieurs cannes et défibrer, à l'aide d'une forte râpe, les morceaux ainsi prélevés, afin d'obtenir ainsi une grande quantité de pulpe qu'on mélange rapidement. Sur cette pulpe on fera l'analyse, en appliquant l'une ou l'autre des méthodes décrites dans les chapitres précédents pour l'analyse de betteraves, auxquelles on apportera de légères modifications que nous allons indiquer.

#### **A. — Analyse indirecte des cannes.**

L'analyse indirecte des cannes est analogue à celle des betteraves. A l'aide d'une forte presse on exprime la pulpe obtenue de la manière indiquée; le jus écoulé (vesou) est filtré à travers une toile, afin d'éliminer les parties solides qu'il renferme et qui sont la cause des altérations rapides

que subit le vesou (4). Le liquide filtré sert aux dosages du cristallisable et du glucose qui se font de la même façon que dans le jus de betteraves, mais il faut avoir soin d'opérer très rapidement (\*). Le quotient de pureté et le coefficient salin n'ont pas beaucoup d'importance et à leur place est substitué le *coefficient glucosique*, représentant la proportion de glucose pour 100 de sucre cristallisable contenu dans le vesou. Soit un vesou contenant 15,35 % de sucre cristallisable et 0,65 de glucose, son coefficient glucosique sera de 
$$\frac{0,65 \times 100}{15,35} = 4,23.$$

Pour les essais rapides de cannes ainsi que pour les essais du vesou de fabrique l'indication des degrés Baumé ramenés à 15° C. suffit déjà pour établir la valeur industrielle, les nombreux essais de plusieurs chimistes ayant démontré qu'il existe une relation presque constante entre la densité du vesou et sa richesse saccharine. La prise de densité ne présente aucune difficulté ; il faut seulement faire usage d'un aréomètre Baumé divisé en dixièmes de degré et d'un bon thermomètre.

La table L (ci-contre), dressée par M. Biard (3) indique la relation qui existe entre la densité et la richesse saccharine du vesou, déduite des essais très nombreux.

La quantité moyenne de jus contenue dans la canne est, selon *Riffard, Deltail* et d'autres, de 90 %. Il suffirait donc à la première vue, pour évaluer la richesse saccharine de la canne, de multiplier par 0.90 la teneur en sucre du vesou extrait de la pulpe, en admettant que le vesou qui reste dans la bagasse possède la même richesse saccharine que le vesou extrait.

En réalité la chose n'est pas ainsi. Le premier vesou est le plus riche et plus on continue la pression, plus la richesse saccharine du vesou tend à diminuer, de sorte qu'en appliquant le coefficient 0.90 on obtiendra, pour le titre saccharin des cannes, des valeurs exagérées. Selon *Biard*, c'est le coefficient 0.86 qui fournit des résultats les plus rapprochés de ceux qu'on obtient par le dosage direct du sucre dans les cannes ; c'est en multipliant par 0.86 le

1 Pour conserver le vesou pendant 24 heures sans danger, il suffit de le filtrer sur un papier suédois ; pour le conserver plus longtemps il faut le porter à l'ébullition avant de le filtrer. — (*Commerson et Laugier*).

2. Lorsqu'on fait le dosage du sucre cristallisable, il faut avoir soin d'ajouter au liquide filtré quelques gouttes d'acide acétique concentré, afin de décomposer le lévulosate de plomb formé par l'addition du sous-acétate.

3. V. *Biard*, Bulletin de l'Association des Chimistes, (Mars 1889).

TABLE L

*Relation entre la Densité du Vesou et sa richesse saccharine.*

Degré Baumé à 15° C.	Poids du litre à 15° C.	Sucre par décilitre de vesou	Sucre par décilitre de solution sucrée pure (Barbet)	Pureté du vesou	Coefficient pour avoir le sucre par décilitre de vesou	Sucre pour 100 gr. de vesou	Sucre % de canne
1	2	3	4	5	6	7	8
7.25	1053	10.3	14.02	73	1.94	9.8	8.4
7.35	1054	10.6	14.28	74	1.96	10.0	8.6
7.50	1055	10.9	14.54	75	1.98	10.3	8.9
7.65	1056	11.2	14.80	76	2.00	10.6	9.1
7.80	1057	11.55	15.06	76	2.03	10.9	9.4
7.90	1058	11.9	15.32	78	2.05	11.2	9.7
8.00	1059	12.2	15.58	78	2.07	11.5	9.9
8.15	1060	12.5	15.84	79	2.08	11.8	10.1
8.30	1061	12.8	16.10	79	2.10	12.1	10.4
8.40	1062	13.1	16.36	80	2.11	12.3	10.6
8.50	1063	13.4	16.62	81	2.13	12.6	10.8
8.65	1064	13.7	16.88	81	2.14	12.9	11.1
8.80	1065	14.05	17.14	82	2.16	13.2	11.4
8.90	1066	14.4	17.40	83	2.18	13.5	11.6
9.00	1067	14.7	17.66	83	2.19	13.8	11.8
9.15	1068	15.0	17.92	84	2.20	14.0	12.1
9.25	1069	15.3	18.18	84	2.21	14.3	12.3
9.40	1070	15.6	18.45	85	2.23	14.6	12.5
9.55	1071	15.9	18.71	85	2.24	14.8	12.8
9.65	1072	16.2	18.97	85	2.25	15.1	13.0
9.80	1073	16.55	19.23	86	2.27	15.4	13.3
9.90	1074	16.9	19.49	87	2.28	15.7	13.5
10.05	1075	17.2	19.75	87	2.29	16.0	13.8
10.15	1076	17.5	20.01	87	2.30	16.3	14.0
10.25	1077	17.8	20.27	88	2.31	16.5	14.2
10.40	1078	18.1	20.53	88	2.32	16.8	14.4
10.55	1079	18.4	20.79	88	2.33	17.1	14.7
10.65	1080	18.75	21.06	89	2.35	17.4	14.9
10.80	1081	19.1	21.32	90	2.36	17.7	15.2
10.90	1082	19.4	21.58	90	2.37	17.9	15.4
11.05	1083	19.7	21.84	90	2.37	18.2	15.6
11.15	1084	20.0	22.10	90	2.38	18.45	15.9
11.25	1085	20.3	22.36	91	2.39	18.7	16.1
11.40	1086	20.6	22.62	91	2.40	19.0	16.3
11.55	1087	20.9	22.88	91	2.40	19.2	16.5
11.65	1088	21.25	23.14	92	2.41	19.5	16.8
11.75	1089	21.6	23.40	92	2.42	19.8	17.0
11.90	1090	21.9	23.67	92	2.43	20.1	17.3
12.05	1091	22.2	23.93	93	2.44	20.3	17.5
12.15	1092	22.5	24.19	93	2.45	20.6	17.7
12.25	1093	22.8	24.45	93	2.45	20.9	17.9
12.35	1094	23.1	24.71	94	2.46	21.1	18.2
12.50	1095	23.45	24.98	94	2.47	21.4	18.5

sucres pour 100 grammes de vesou, que ce savant a établi dans sa table le titre saccharin % cannes (col. 8).

### B — Analyse directe par lessivage à l'eau.

Pour doser le sucre contenu dans les cannes, on prélève un échantillon moyen de la manière décrite plus haut et l'on pèse environ 200 grammes ou, pour éviter des calculs, un certain multiple de la prise d'essai du saccharimètre dont on fait usage. On passe les cannes dans un petit moulin à éprouves (fig. 85), en laissant couler le vesou dans un petit godet posé au-

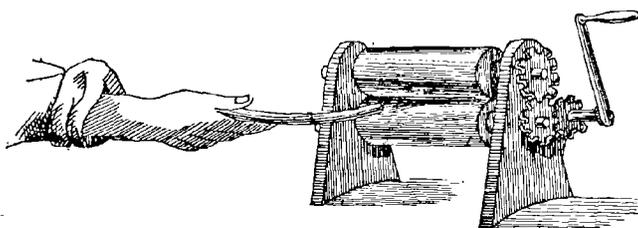


FIG. 85

dessous de la presse. La bagasse est ensuite imbibée avec de l'eau et pressée de nouveau, en laissant couler le jus dans le même godet, et l'on répète cette opération deux ou trois fois, afin d'épuiser complètement la bagasse.

On mélange le vesou dilué, on y ajoute un peu de sous-acétate de plomb et de l'eau pour former un volume déterminé, soit par exemple 400 c. cubes, on agite le matras jaugé, on filtre et l'on observe au saccharimètre. Un simple calcul permet de trouver le titre saccharin de la canne analysée. Supposons qu'on fait usage d'un saccharimètre Laurent, qu'on ait opéré sur 162 gr. de cannes (10 fois la prise d'essai), et que le jus dilué, ramené au volume de 400 c. cubes, ait donné au saccharimètre 42°8. En multipliant par 4 (parce que le volume étant 4 fois 100 c. cubes) on aura 171.2; ayant pris 10 fois la prise d'essai, l'on divisera ce chiffre par 10 et l'on obtiendra 17.12 qui est la richesse saccharine pour 100 des cannes.

Pour le dosage de glucose on prend 100 c. cubes de la solution filtrée et l'on y ajoute 10 c. cubes d'une solution concentrée de sulfate ou de carbonate de soude, afin de précipiter l'excès de plomb, l'on agite et l'on filtre. On dose le

1. V. *Tucher*, *Manual of sugar analysis* (New-York, 1881), p. 260.

glucose par la liqueur cuivrique dans une partie aliquote du liquide filtré, on multiplie le résultat obtenu par 1.1, afin de tenir compte de la dilution avec le réactif plombique.

### C. — Analyse des cannes par extraction alcoolique.

Cette méthode, décrite en 1874 par *Riffard*, est certainement la plus exacte. Elle a beaucoup d'analogie avec les procédés Scheibler et Sickel-Soxhlet pour l'analyse de betteraves, décrits dans le chapitre XVII ; et si l'on remplace l'appareil à déplacement de Payen, dont *Riffard* a fait usage faute de mieux, par les appareils très pratiques de Scheibler et Soxhlet, l'analyse des cannes ne présentera nulle difficulté.

Voici la marche à suivre :

On pèse 50 grammes (ou tout autre quantité) de cannes défibrées par une râpe et on les introduit dans l'extracteur de l'appareil Scheibler ou Soxhlet, en rinçant avec de l'alcool la capsule qui a servi pour faire la pesée. On combine la partie inférieure de l'extracteur avec un matras jaugé de 200 c. cubes, on adapte le réfrigérant et l'on commence à chauffer pour faire l'extraction de la manière décrite à l'analyse directe des betteraves.

Après 45 minutes de chauffage, on retire le matras et, sans le refroidir, on transvase l'extrait alcoolique dans une capsule de porcelaine et l'on rince le matras avec un peu d'eau chaude qu'on ajoute au liquide alcoolique. On place la capsule de porcelaine sur un bain-marie et l'on évapore lentement ; il reste un extrait visqueux qu'on reprend par l'eau bouillante qui laisse insoluble les matières grasses, mucilagineuses et albumineuses. On transvase le contenu de la capsule dans le matras qui a servi à l'extraction alcoolique, on rince avec de l'eau, on refroidit rapidement, on ajoute quelques gouttes de sous-acétate de plomb, on achève avec de l'eau le volume de 200 c. cubes, on agite et l'on filtre. On dose le sucre cristallisable par l'observation au saccharimètre, et le glucose par la liqueur cuivrique sur une partie de liquide filtré, préalablement débarrassé de l'excès de plomb au moyen de sulfate ou de carbonate de soude, ajouté en proportion connue.

*Observations.* L'emploi de la *digestion* alcoolique ou de la digestion aqueuse de Pellet à l'analyse des cannes à sucre nous semble avoir quelque inconvénient.

La proportion de la partie ligneuse de la canne étant très élevée, le volume

occupé par cette partie augmentera sensiblement la richesse du liquide ; il ne faut pas songer à établir un coefficient de correction, vu la variation de ce volume selon la nature de la canne.

Comme la nature des matières organiques de la canne est encore peu étudiée, l'emploi de l'alcool nous semble tout indiqué pour faire l'extraction et comme celui-ci dissout bien des matières qui réduisent la liqueur cuivrique, il est recommandable de chasser l'alcool par l'évaporation, et de faire les dosages sur une dissolution aqueuse.

---

## XX

### De la comptabilité chimique en sucrerie

#### A. — Considérations générales

La plante saccharifère servant de matière première à l'industrie sucrière contient en dissolution dans son jus le sucre parfaitement formé. En entrant dans l'usine sous forme de betteraves, cannes ou sorgho, le sucre possède exactement la même composition moléculaire qu'en sortant de la fabrique pour être livré à la consommation et ne subit aucune transformation chimique lors de son passage dans les différentes phases de la fabrication, bien qu'il y entre quelquefois dans des combinaisons avec les alcalis-terreux et qui sont décomposées ensuite.

Il est donc aisé de suivre, par un contrôle chimique bien organisé, le sucre sur tout son trajet à travers les appareils de l'usine, afin d'en constater les rendements industriels et les pertes inévitables. Ce travail, qui est d'une grande importance s'il est bien conduit, est en quelque sorte une *comptabilité chimique* ayant pour point de départ *la quantité de sucre entrée à l'usine* par la matière première et *la quantité qui en sort* à l'état de produits industriels livrés au commerce.

Supposons, par exemple, une fabrique de sucre de betteraves qui produit son sucre en trois cristallisations successives, sans osmoser les égouts du troisième jet. Pour évaluer les rendements et les pertes en sucre pur pendant un certain laps de temps déterminé, il faudrait constater, d'une part le poids

et le titre saccharin des betteraves mises en œuvre, afin d'en déduire *la quantité de sucre entrée dans l'usine* sous forme de matières premières ; puis on constatera le poids et le titre saccharin de chacun des produits livrés au commerce, c'est-à-dire les sucres de premier, deuxième et troisième jets et la mélasse finale, ce qui permettra d'établir *la quantité de sucre sortie de l'usine*. La différence entre ces deux constatations indiquera la quantité de sucre perdue au cours du travail industriel, perte qu'on rapportera au poids des betteraves, afin de comparer entre eux les chiffres établis régulièrement à des intervalles déterminés.

Ces calculs sont devenus plus corrects, en même temps que plus simples, depuis qu'on connaît les méthodes analytiques permettant le dosage direct du sucre contenu dans les betteraves, décrites dans le chapitre XVII. En effet, les calculs basés sur l'analyse du jus résultant de la pression de la râpüre, suivie d'un coefficient saccharimétrique pour traduire la richesse du jus en celle de la betterave, ne sont pas assez concluants et ne peuvent pas conduire à des résultats comparables entre eux.

Pour simplifier ces calculs, on détermine la perte en sucre depuis les betteraves jusqu'à l'obtention de la masse-cuite de premier jet qui contient la totalité du sucre contenu dans les différents produits qui en résultent. Cela permet d'établir les comptes de rendements très souvent, sans qu'on ait besoin de liquider tous les produits qu'on livre au commerce.

Nous n'avons pas besoin d'insister sur l'importance de cette *comptabilité chimique* en sucrerie, qui permet d'établir avec précision la proportion de sucre perdu pendant la fabrication, d'en rechercher les causes et de les atténuer ensuite par un travail plus soigné et mieux surveillé. Cette perte en sucre est de nature double : une partie du sucre perdu est contenu dans les différents résidus de la fabrication, tels que la pulpe épuisée, les écumes de défécation, les petites eaux des filtres, etc., dont on peut évaluer la quantité de sucre par les poids et l'analyse de ces résidus ; une autre partie du sucre perdu n'est pas directement déterminable parce qu'elle représente la perte mécanique résultant des entraînements de sucre et des altérations causées par la chaleur, surtout par le contact du liquide sucré avec les tuyaux de chauffage. Si l'on détermine séparément chacune des pertes en sucre constatées dans les différents résidus, la somme de ces pertes est inférieure au chiffre de la perte totale et cette différence est due à la perte mécanique.

Il est bon d'établir tous ces calculs en les exprimant en tant pour 100 de betteraves travaillées. Cela permettra de comparer les rendements et les per-

tes d'un laps de temps à l'autre, en faisant ces calculs toutes les semaines par exemple.

Ces calculs sont extrêmement simples.

Soit par exemple :

Betterave travaillées : 1.000.000 kilogrammes.

Titre saccharin de ces betteraves 12,33 %.

Rendements.	0/0 de betteraves travaillées
Sucre entré à l'usine 123.300 kilogrammes . . . . .	12,33 %
Masse cuite 1 <sup>er</sup> jet obtenu 139.000 kilogrammes . . . . .	13,90 %
Titre saccharin de la masse-cuite 82,44 % . . . . .	
Donc sucre dans la masse-cuite 1 <sup>er</sup> jet 114 600 kilogrammes. . . . .	11,46 %
D'où sucre perdu 123 300 — 114 600 = 8 700 . . . . .	0,87 %
Cette perte de 0,87 % est la <i>perte totale</i> .	

Pertes connues

Dans les cossettes épuisées . . . . .	0,23 %
Dans les eaux de diffusion . . . . .	0,07 %
Dans les écumes . . . . .	0,24 %
Dans les eaux de dégraissage de filtres . . . . .	0,06 %
Total des pertes connues. . . . .	0,60 %
Différence avec la perte totale . . . . .	0,27 %

Cette perte indéterminée de 0,27 est considérée comme la *perte mécanique*.

Total . . . . . 0,87 %

En faisant ces comptes toutes les semaines, on verra d'abord la variation de la perte totale, ensuite celle qui représente la perte mécanique et l'on examinera enfin chacune des pertes déterminées. On en établira la moyenne pour toute la fabrication, lorsque celle-ci sera terminée, et l'on verra comment le sucre contenu dans la masse cuite 1<sup>er</sup> jet se divise ensuite en sucre de plusieurs cristallisations et en mélasses. On pourra même comparer la somme du sucre réel, sorti de l'usine sous forme de ces produits, avec le sucre dosé dans la masse cuite 1<sup>er</sup>, et l'on verra si ce dernier n'a pas diminué pendant son passage par l'empli et les turbines et quelle est l'importance de cette

perte qui doit être ajoutée à celle qui a été constatée entre les betteraves et la masse cuite 1<sup>er</sup> jet.

Cependant, si simples que soient ces calculs, les opérations qui en font la base offrent quelques difficultés que nous allons indiquer. Premièrement, il y a entre la pesée des betteraves et celle de la masse cuite 1<sup>er</sup> jet une suspension de sucre dans les différentes stations de la fabrication ; pour bien faire il faudrait arrêter le travail des betteraves tous les huit jours et liquider tous les jus et sirops, ou du moins les séparer avant de recommencer de nouveau à peser des betteraves. Deuxièmement, ces calculs étant basés sur le poids et le titre saccharin de la matière première, il importe que celle-ci soit exactement pesée, ce qui n'est pas le cas dans les pays où l'impôt n'est pas perçu du poids des betteraves travaillées. Ensuite, le titre saccharin de la betterave demande aussi quelques précautions particulières, notamment celle d'opérer sur un échantillon représentant bien la moyenne des betteraves mises en œuvre. Troisièmement, il n'est pas aisé d'évaluer exactement la quantité de masse-cuite 1<sup>er</sup> jet produite, si celle-ci est coulée dans des bacs d'empli de grandes dimensions.

Nous allons étudier les moyens propres pour vaincre successivement toutes ces difficultés ; nous nous occuperons ensuite des méthodes usitées pour déterminer séparément les pertes en sucre dans les différentes phases de la fabrication.

### B.— Sucre en suspension au cours de la fabrication.

Il n'y a que peu de pays où l'on arrête tous les dimanches le travail de sucrerie pour nettoyer les appareils. Tel est le cas en Allemagne et en Belgique ; il est donc très facile, dans les fabriques de sucre de ces pays, d'établir la quantité de masse-cuite correspondant à la quantité hebdomadaire de betteraves, en prenant quelques précautions pour bien séparer les sirops.

Ces arrêts, qui deviennent très coûteux par suite du dégraissage des cossettes de diffusion à la fin de chaque semaine, sont évités avec soin dans les usines françaises et dans celles d'un grand nombre de pays. Il y a donc dans ce travail perpétuel une certaine quantité de sucre en suspension dans les différentes phases de la fabrication ; il importe de déterminer cette quantité de sucre inachevé pour l'ajouter à celle contenue dans la masse-cuite 1<sup>er</sup> jet, sans quoi l'établissement de la perte totale deviendrait illusoire.

On peut cependant évaluer cette suspension, selon une proposition de M. Vivien (1), de la manière suivante :

Au début de la fabrication, au moment où l'on commence à avoir du sirop dans le bac d'attente de la cuite, on constatera la quantité de betteraves travaillées, laquelle quantité, correspondant au jus en cours de la fabrication, sera déduite de la quantité totale de betteraves travaillées chaque fois qu'on arrêtera les comptes. Supposons qu'on fasse ces comptes chaque fois qu'une cuite de 1<sup>er</sup> jet vient d'être coulée ; on prendra la quantité totale de betteraves travaillées et l'on déduira celle qui a été travaillée, au commencement de la fabrication, jusqu'au commencement de la première cuite, en supposant que cette quantité n'est guère variable, et l'on aura la quantité des betteraves qui ont produit la masse cuite donnée.

### C. — Sucre entré à l'usine sous forme de betteraves.

Dans les pays où l'impôt est perçu du poids de la betterave, celle-ci étant pesée par les soins de la régie, on prendra ce poids comme base de tous les comptes. Il importe seulement de constater le sucre contenu dans un échantillon représentant la moyenne des betteraves pesées. Remarquons d'avance que cette opération est très délicate et demande beaucoup de soins. Il ne faut pas se contenter de prélever trois ou quatre fois par jour ou même davantage quelques betteraves sortant des laveurs et remontant vers la bascule ; ce procédé ne pourra jamais donner un échantillon représentant la moyenne de la journée. Il faut prendre un certain nombre de betteraves à chaque pesée effectuée par la régie, réunir toutes les racines à la fin de chaque poste de 12 heures de travail, partager chaque racine en quatre parties égales, en suivant son axe, râper le quart de chaque betterave (2), mélanger la râpura avec soin, afin de la rendre homogène, y doser le sucre pour 100 de betteraves par une des méthodes directes que nous avons décrites, et répéter la même opération toutes les 12 heures, afin d'en établir la moyenne à la fin de la semaine.

Malgré tous ces soins, on n'aura que des chiffres approximatifs. Il est

1. V. Vivien, Bulletin de l'Association des Chimistes de juillet 1885.

2. Si l'on disposait d'une *râpe conique Pellet et Lomont* (fig. 53, p. 272), on passera chaque betterave sur le tambour de la râpe qui en râpera une partie proportionnelle.

plus recommandable de renoncer complètement à composer un échantillon de betteraves et prendre à la place un échantillon de cossettes fraîches sortant du coupe-racines, au moment du chargement d'un diffuseur. En effet, une toute petite poignée de cossettes correspondant à plusieurs betteraves non choisies et parfaitement mélangées dans le coupe-racines, on aura à la fin du poste de 12 heures un petit lot de cossettes, représentant la moyenne des betteraves travaillées ; ces cossettes seront réduites en pulpe au moyen de la hache-viande (fig. 57) ou la râpe centrifuge Le Docte (fig. 58) et l'on dosera le sucre dans cette pulpe de la manière connue. De cette façon on arrive rapidement à des chiffres exacts, sans être embarrassé par une grande quantité de pulpe qu'il est difficile de mélanger pour la rendre parfaitement homogène, ce qui arrive lorsqu'on prend des betteraves.

À la fin de la semaine, on établira la moyenne des dosages de sucre dans les cossettes fraîches, on multipliera avec la quantité de betteraves travaillées, on divisera par 100 et l'on aura la quantité de sucre entré à l'usine sous forme de matière première.

Dans les pays où l'impôt est perçu sur la quantité de jus produite à la diffusion, on prendra ce jus comme point de départ pour les calculs de rendement. Le volume du jus étant établi par les soins de la régie, on prendra un petit volume déterminé de jus à chaque diffuseur mesuré et on le versera dans une éprouvette garnie d'un volume déterminé de sous-acétate de plomb, afin d'éviter les altérations qui pourront se produire et l'on conservera le jus pur. À la fin de la journée, on mélangera le tout, on en filtrera une petite quantité sur un filtre sec, on observera le liquide filtré au saccharimètre et l'on calculera le sucre contenu dans un hectolitre de jus. Ce chiffre doit encore être corrigé, le jus ayant été dilué avec un peu de sous-acétate de plomb. Mais cette correction est facile à établir du moment qu'on connaît le nombre de diffuseurs, le volume du jus pris par diffuseur et le volume du réactif plombique préalablement versé dans l'éprouvette. Soit par exemple 80 diffuseurs dont on a pris 50 c. cubes = 4 litres de jus, étendus avec 100 c. cubes de réactif plombique ; la correction sera de 1,025, c'est-à-dire qu'il faut multiplier le résultat par 1,025 pour obtenir le titre saccharin moyen du jus de diffusion (1).

Connaissant la richesse saccharine moyenne des betteraves travaillées et

1. On peut supprimer ces corrections en mettant dans le récipient *du sous-acétate de plomb solide*, en quantité quelconque, à la place du réactif liquide en volume déterminé.

celles des cossettes épuisées, il est facile d'établir, d'une manière indirecte, la quantité de betteraves travaillées. Soit par ex. 12.65 % le sucre contenu dans les betteraves, 0.18 celui des cossettes épuisées et 9 % de c. cube le sucre dans le jus de diffusion ; on aura en admettant 90 % pulpe épuisée, 12.47 de sucre de jus de diffusion par rapport aux betteraves, d'où :

100 kilogrammes betteraves : X jus de diffusion = 9 : 12.47

$$X = 138.5,$$

C'est-à-dire que 100 kilogrammes de betteraves produisent 138.50 litres de diffusion à 9 %, ou 100 litres de jus pour 72.2 kilogrammes de betteraves. Si l'on a produit dans une semaine 20.000 hectolitres de jus, la quantité de betteraves travaillées est  $20.000 \times 72.2 = 1\,444\,000$  kilogrammes de betteraves.

On pourra donc faire les comptes des rendements et des pertes, soit % de betteraves travaillées, soit par hectolitre de jus de diffusion ; dans le dernier cas, la perte de sucre dans les cossettes épuisées ne sera pas comprise dans la perte totale.

Dans les fabriques françaises où les betteraves sont pesées par la régie, on pourra établir en double la quantité de sucre entrée dans l'usine. D'abord par le poids et l'analyse des betteraves travaillées, et ensuite par le volume du jus produit par la diffusion qu'il est facile d'établir au moyen du bac jaugeur, comme la chose se pratique généralement.

Toutefois, on n'arrivera à des résultats exactes qu'en prenant beaucoup de soins dans le mesurage du jus produit comme dans l'établissement d'un échantillon moyen, les chances d'erreur étant très nombreuses dans ces opérations délicates.

M. *Paul Horsin-Déon* a imaginé plusieurs dispositifs fort ingénieux, permettent le mesurage automatique des jus de diffusion et le prélèvement à chaque diffuseur d'un échantillon moyen et proportionnel. Nous allons les décrire brièvement (1) :

a) *Contrôleur-mesureur automatique*. — Cet appareil, représenté par la figure 86, sert à enregistrer la quantité de jus qui sort des diffuseurs, tout en avertissant par une sonnerie les ouvriers du moment où ils doivent ouvrir ou fermer les robinets pour obtenir le tirage exigé par le chef de fabrication.

1. Nous avons eu l'occasion d'apprécier ces appareils qui fonctionnent à merveille et qui rendront certainement de grands services à MM. les Fabricants de sucre. Ces appareils ont, en outre, figuré à l'Exposition Universelle de 1889.

Il se compose essentiellement d'un mouvement d'horlogerie faisant tourner un tambour vertical sur lequel on place une feuille de papier. Devant ce tambour se meut verticalement une plume ou un crayon fixé à une crémaillère, actionnée elle-même par une roue dentée. L'axe de cette roue dentée porte une poulie, autour de laquelle s'enroule une corde attachée à un flotteur. Ce

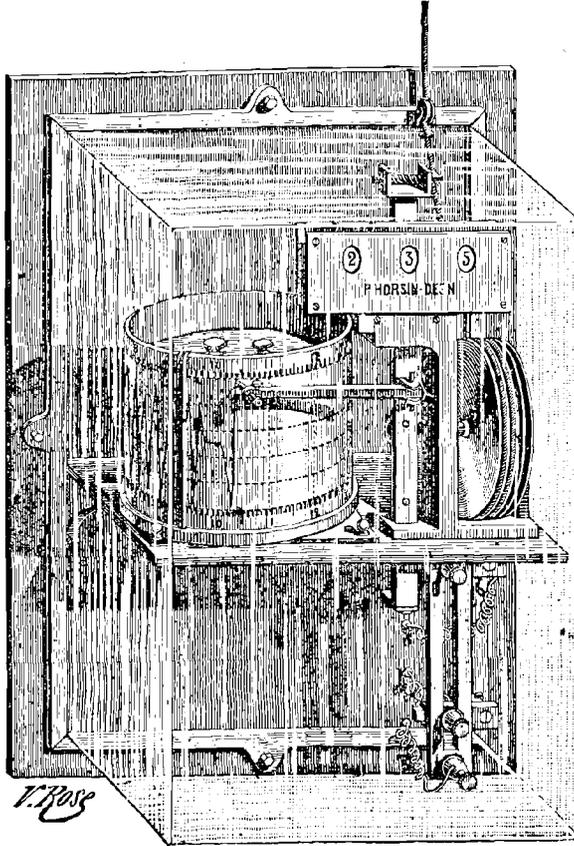


FIG. 86

flotteur plonge dans le bac mesureur de la diffusion, où un cylindre vertical et à claire-voie le protège et le guide. Par conséquent, tous les mouvements du flotteur dans le bac mesureur, la hauteur d'emplissage, le point d'arrêt de la vidange, seront inscrits sur le papier. De plus, comme ce papier est mû par le mouvement d'horlogerie, les traits que trace le crayon en montant ou en descendant seront inclinés, et d'autant plus que le mouvement d'em-

plissage et de vidange seront plus lents. Et comme le papier est gradué en heures et fractions, on pourra lire le nombre de diffuseurs faits par heure. De plus, la hauteur du papier représentant celle du bac, on pourra lire également la quantité de jus tirée de chaque diffuseur. Enfin s'il y a un arrêt à la diffusion, le crayon marquant toujours, inscrira sur le papier une ligne horizontale représentant le temps pendant lequel la diffusion s'est arrêtée. On aura donc ainsi tous les éléments de contrôle de la quantité de jus tirée à la diffusion, le temps mis pour le tirer et les arrêts de la batterie. Le chef d'usine pourra donc constater *de visu* tout ce qui s'est passé à la diffusion pendant son absence. Cette constatation est utile surtout pour les heures de nuit où parfois le travail est si négligé, et à la fin des postes lorsque les ouvriers poussent à la chaudière au détriment de la bonne marche de la diffusion.

L'appareil se complète encore d'un compteur à chiffre qui permet de lire à chaque instant le nombre de diffuseurs faits sans recourir au bulletin.

De plus, il porte deux sonneries électriques ainsi disposées : le bas de la crémaillère se déplace devant une échelle graduée en hectolitres d'après la hauteur du bac ; au bas de l'échelle, se trouve un contact électrique sur lequel appuie un talon ménagé au bas de la crémaillère ; aussitôt que le talon touche le contact, on entend une sonnerie qui avertit l'ouvrier que le bac va bientôt être vide. A ce moment, il doit se porter auprès de son robinet, et, dès que la sonnerie cesse, fermer le robinet. Le long de l'échelle se déplace à la main un autre contact électrique que le chef de fabrication fixe en face de la quantité d'hectolitres

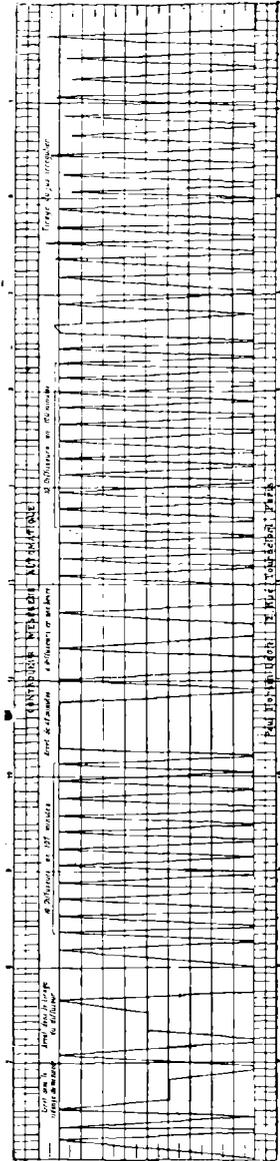


FIG. 87

de jus qu'il veut tirer. Alors le talon de la crémaillère, en le touchant, fait sonner un timbre électrique, d'un autre son que le premier, qui avertit l'ouvrier que la quantité de jus qui doit être tirée va bientôt être atteinte, et l'ouvrier fait fermer son robinet aussitôt que la sonnerie cesse de se faire entendre.

De la sorte, si l'ouvrier est bien attentif, on arrive à avoir sur le bulletin tournant des diagrammes d'une grande régularité, c'est-à-dire un tirage tout à fait correct de la diffusion, et, dans les nombreuses usines où cet appareil est déjà établi, l'épuisement des cossettes est devenu très régulier également, et la surveillance de la batterie presque inutile, les ouvriers se sentant surveillés par l'appareil. Nous donnons ici (fig. 87) un spécimen d'un de ces diagrammes.

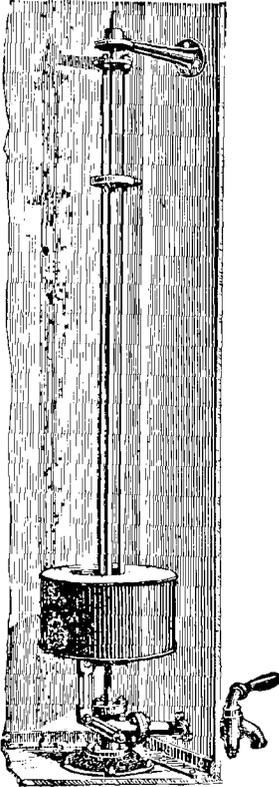


FIG. 88

L'ensemble du système est complété par un transmetteur électrique qui permet d'établir chez le directeur de l'usine un compteur à chiffre reproduisant toutes les indications du compteur de l'appareil, de sorte que le directeur n'a pas besoin de se déranger de son bureau pour suivre la marche de la diffusion, le nombre des diffuseurs faits s'enregistrant sous ses yeux.

b) *Échantillonneur automatique de jus.*—

Dans le bac mesureur est fixé verticalement un tube de cuivre de 10 à 15 millimètres de diamètre, ouvert par les deux bouts et ayant toute la hauteur du bac. Il est évident que ce tube s'emplira de jus en même temps que le bac, et que le jus contenu dans le tube représentera

l'échantillon moyen du bac. Reste à recueillir le jus contenu dans le tube.

A cet effet, un robinet à trois eaux, placé à la partie inférieure du tube et mis en mouvement par un flotteur (fig. 88), rejette à l'extérieur du bac le contenu du tube lorsque le bac est plein. Il suffit donc de recueillir ce jus dans un vase contenant du sous-acétate de plomb solide (ou un volume mesuré de réactif plombique liquide), de bien mélanger tous les échantillons

réunis dans le même vase et d'en faire l'analyse de la manière décrite plus haut et l'on établira la quantité de sucre dans le jus de diffusion pour 100 kilogrammes de betteraves.

En comparant ce chiffre avec celui qui exprime la richesse saccharine de la betterave, on a par différence la perte de sucre à la diffusion, ce qui peut servir de contrôle aux constatations directes.

Quelle que soit la manière de faire ces comptes, il ne faut prendre en considération que les moyennes d'analyses d'une semaine entière ; si l'on cherche à établir ces choses tous les jours, on n'aura que des comptes illusoires par suite des petites erreurs analytiques dont l'influence est d'autant plus grande que le nombre d'opérations est plus petit.

#### D.— quantité de sucre sorti de l'usine.

Nous avons dit plus haut que pour les comptes hebdomadaires, on se contentera d'établir les rendements et les pertes jusqu'à l'obtention de la masse-cuite premier jet, qui contient tout le sucre obtenu qui est ensuite divisé en divers produits.

L'analyse de la masse-cuite n'offre aucune difficulté et il est aisé d'analyser chaque cuite séparément et d'établir la moyenne à la fin de la semaine. Ou bien on prendra de chaque cuite un échantillon d'un volume déterminé qu'on renfermera dans un flacon bouché à l'émeri pour mélanger et analyser, à la fin de la semaine, toute une série d'échantillons. D'une façon ou d'une autre on parviendra sans aucune difficulté à déterminer la teneur en sucre pour 100 de masse-cuite.

Il y a cependant une petite cause d'erreur qu'on néglige généralement. C'est qu'en prenant le même volume par cuite, on n'aura, après mélange, l'échantillon moyen qu'à condition que toutes les cuites aient le même volume, ce qui n'arrive que très rarement.

Pour remédier à cet inconvénient, nous préférons l'analyse séparée de chaque cuite ; multiplier le poids de chaque cuite par son titre saccharin et additionner le tout à la fin de la semaine.

Quant au poids de la masse-cuite, sa constatation directe n'est possible que lorsque celle-ci est reçue dans de petites caisses qu'on pèse directement, comme cela se pratique en Allemagne. Mais lorsque la masse-cuite est coulée dans des bacs d'empli de grandes dimensions, comme la chose se fait géné-

ralement en France et en Belgique, il est très difficile d'en établir la quantité. On se contente généralement de mesurer la hauteur de la cuite dans les bacs d'empli et d'en déduire le volume, lequel, multiplié par la densité relative, donne le poids de la cuite. Mais cette manière d'opérer n'est pas suffisamment exacte pour qu'on puisse en déduire des comptes de rendements et de pertes, la surface des bacs d'empli étant trop grande pour que le volume puisse être constaté même à 2 % près.

M. Vivien a proposé de poser ces bacs sur un pont à bascule qui permettra la pesée directe de chaque cuite ; nous ignorons si cette proposition a été réalisée.

Il y a cependant un moyen indirect de calculer le sucre contenu dans la masse cuite 1<sup>er</sup> jet, et qui consiste en ceci :

On dose la quantité de sucre 1<sup>er</sup> jet extrait de la matière-cuite, dont on connaît toujours le poids exact. En multipliant le poids avec le titre indiqué par l'analyse et en divisant le produit par 100, on aura la quantité de sucre pur en kilogrammes. D'autre part, on mesure exactement la masse-cuite égout du 1<sup>er</sup> jet, ce qui est très facile, étant donnée la fluidité de ce liquide ; on en prend un échantillon qu'on analyse de la manière connue, on multiplie le volume par la densité relative et par le titre saccharin et l'on aura la quantité de sucre pur qui doit être ajoutée à celle du sucre premier jet pour exprimer en kilogrammes le sucre contenu dans la masse-cuite premier jet en question.

Ce procédé, proposé à plusieurs reprises par M. F. Sacchs, est un moyen sûr pour établir la quantité de sucre sortie de l'usine, laquelle comparée avec celle qui est entrée à l'usine sous forme de betteraves, indiquera la perte totale.

Il y a encore un autre moyen d'établir la quantité de masse-cuite, basé sur la composition moyenne de celle-ci et celle des produits de turbinage.

Soit par ex. A = sucre % de masse cuite I

B = cendres % » I

C = sucre % de sucre I turbiné

D = cendres % I »

E = sucre % de sirop égout 1<sup>er</sup> jet

F = cendres % » »

Tous ces chiffres ayant été déterminés par l'analyse de chacun de ces produits, supposons que 100 kilogrammes de masse-cuite donnent au turbinage

$m$  sucre I jet et  $n$  sirop égout, tous les deux des chiffres inconnus. On aura alors :

$$100 A = m C + n E \quad (1)$$

et

$$100 B = m D + n F \quad (2)$$

d'où

$$m = \frac{100 A - n E}{C} = \frac{100 B - n F}{D} \quad (3)$$

ou

$$n = \frac{100 (B C - A D)}{F C - E D} \quad (4)$$

Ensuite

$$n = \frac{100 A - m C}{E} = \frac{100 B - m D}{F} \quad (5)$$

ou

$$m = \frac{100 (B E - A F)}{D E - C F} \quad (6)$$

Comme les équations (4) et (6) ont à droite des expressions connues, les lettres A, B, C, D, E et F étant des chiffres donnés par l'analyse, il est aisé d'établir les valeurs de  $m$  et  $n$  qui représentent les proportions de sucre turbiné et de sirop d'égout pour 100 de masse-cuite.

En réalité il nous suffit de connaître seulement  $m$ , c'est-à-dire le tant pour 100 de sucre turbiné premier jet ; connaissant son poids, on le multipliera par 100, on le divisera par la valeur trouvée pour  $m$  et l'on aura la quantité de masse-cuite premier jet en kilogrammes. Soit par exemple  $m = 58,7$  et le poids du sucre turbiné étant de 10 000 kilogrammes ; la quantité de masse-cuite sera :

$$\frac{1.000.000}{58,7} = 17.301 \text{ kil.}$$

#### E. — Calcul des pertes connues.

La perte totale étant obtenue par la différence entre le sucre dans les bettes et le sucre dans la masse-cuite, il faut établir séparément chacune des pertes connues, c'est-à-dire le sucre resté dans les différents résidus, en faire la somme et la comparer la perte totale pour établir par différence la perte inconnue. Les résidus qui contiennent du sucre sont :

- 1) La pulpe épuisée,

- 2) Les eaux de vidange des diffuseurs,
- 3) Les écumes de la carbonatation,
- 4) Le noir animal et les eaux de dégraissage des filtres.

Il faut donc déterminer la proportion de chacun de ces résidus pour 100 de betteraves travaillées et prendre la moyenne des analyses faites à des intervalles très réguliers.

(1) *Pulpe épuisée.* — Les cossettes épuisées de diffusion n'étant autre chose que des cossettes fraîches dont le jus a été remplacé par l'eau, on pourra admettre le chiffre 86 % comme proportion moyenne pour des betteraves d'au moins 6° densité, correspondant à 15 % de matières sèches dans le jus ou 14 % de betteraves, qui ont été enlevées par la diffusion. Comme les analyses de ces cossettes se font très fréquemment, on en prendra la moyenne de la semaine (déduite des moyennes journalières) qu'on multipliera par 0,86 pour exprimer la perte en sucre dans les cossettes pour 100 de betteraves.

Quant à la pulpe résultant de l'extraction du jus par les presses, etc., elle est pesée ordinairement, en sortant de l'usine, sans subir aucune modification. L'analyse étant faite sur la même matière, on a ce qu'il faut pour établir cette perte.

(2) *Eaux de vidange des diffuseurs.* — Pour un travail normal, la quantité des eaux de vidange est égale à la quantité de cossettes et il n'y a plus aucun calcul à faire, le dosage du sucre contenu dans les eaux indiquant en même temps la perte pour 100 de betteraves.

(3) *Écumes de défécation.* — On pèse de temps à autre le contenu d'un filtre-pressé et l'on marque le nombre de filtres-pressés de chaque poste de 12 heures. De cette façon on établira facilement le poids de ces écumes pour 100 de betteraves. En multipliant ce poids par la teneur en *sucre total* de ces écumes qu'on déduit des analyses très fréquentes, on aura la perte en sucre pour 100 de betteraves. Remarquons seulement que pour ces calculs il faut connaître le *sucre total* dans les écumes et non le sucre à l'état de jus. On en fait les dosages de la manière que nous avons indiquée (chapitre XV).

(4) *Noir animal et eaux de dégraissage de filtre.* — Il est facile d'établir le poids de noir animal pour 100 de betteraves, étant donné le nombre de filtres faits pendant la semaine et la quantité de noir (le nombre de sacs) par filtre. Pour les eaux de dégraissage, on pourra estimer que leur quantité

est égale à la moitié de noir employé. Le dosage du sucre dans les eaux de dégraissage n'offre aucune difficulté, mais en revanche le sucre dans le noir ne peut être établi d'une manière régulière, à moins qu'on se donne la peine d'analyser un échantillon de noir de chaque filtre. L'expérience a cependant démontré que le sucre qui reste dans le noir dégraissé est à peu près égal à celui qui est contenu dans les eaux de lavage. On fera simplement l'analyse de ces eaux, on multipliera le résultat par le poids du noir et par 1,5 et l'on aura la perte de sucre dans le noir et dans les eaux qu'on notera comme perte dans la filtration.

Dans les fabriques qui emploient une filtration mécanique, il faut déterminer le volume des eaux de lavage des toiles et le sucre contenu dans ces eaux et l'on établira la perte en sucre pour 100 de betteraves.

De la même façon on établira la perte en sucre dans les eaux de lavage des filtres-presses, c'est-à-dire dans la partie qui n'est pas envoyée à l'évaporation.

#### F. — Perte inconnue.

La perte inconnue étant obtenue par différence entre la *perte totale* et la somme des *pertes déterminées*, il va sans dire que la moindre erreur ou faute commise dans l'une ou l'autre des opérations précédentes se trouve traduite par le chiffre représentant la perte inconnue. Pour un travail normal, ce chiffre ne doit varier que dans des limites fort étroites, et lorsqu'on trouve un chiffre anormal, il faut vérifier les comptes et les opérations, afin de voir si cette perte inconnue, qu'on prend pour la perte mécanique, est réellement anormale, ce qui indiquera un mauvais travail, ou si elle est due à une erreur de calcul, ou bien à des fautes commises dans certains dosages ou dans la prise d'échantillon et l'on en recherchera la cause. Dans tous les cas, le chiffre exprimant la perte inconnue a une grande importance, même s'il ne sert qu'à corriger les erreurs commises dans la comptabilité chimique dont nous venons d'indiquer les principes.

#### G. — Perte de sucre par l'inversion.

Dans les fabriques de sucre de cannes et de sorgho, etc., il y a à tenir compte de la perte du sucre cristallisable par suite de sa transformation en

sucré inverti. Cette perte est plus ou moins importante selon les procédés employés pour l'extraction du jus, et le fabricant a tout intérêt d'établir cette perte le plus souvent possible et dans chaque phase de la fabrication.

Voici un procédé très simple pour établir cette perte (1).

On analyse successivement tous les jus et masses-cuites de la fabrication, en opérant sur des échantillons moyens, et l'on voit figurer dans chaque analyse les valeurs représentant le sucre cristallisable et le sucre inverti.

Soit par exemple :

S = Sucre cristallisable pour 100 de jus,

G = Glucose (sucre inverti) pour 100 de jus,

S' = Sucre cristallisable pour 100 de sirop,

G' = Glucose pour 100 de sirop.

et X = la quantité cherchée de sucre cristallisable % de jus, inverti pendant l'évaporation.

Comme 1 gramme de sucre cristallisable produit par l'inversion 1 gr. 053 de glucose, on aura

$$S' : G' = (S - X) : (G + 1.053 X) \quad (1)$$

ou

$$\frac{S'}{G'} = \frac{S - X}{G + 1.053 X} \quad (2)$$

d'où

$$GS' + 1.053 \times S' = SG' - X G'; \quad (3)$$

ensuite

$$(G' + 1.053 S') X = S G' - S' G; \quad (4)$$

d'où

$$X = \frac{S G' - S' G}{G' + 1.053 S'} \quad (5)$$

exemple :

$$S = 8, G = 2, S' = 35 \text{ et } G' = 15.27.$$

on aura

$$X = \frac{8 \times 15.27 - 35 \times 2}{15.27 + 1.053 \times 35} = \frac{122.16 - 70}{15.27 + 36.86} = \frac{52.16}{52.13} = 1 \%$$

C'est-à-dire 1 % de *sucré cristallisable* du jus a été transformé en *sucré inverti* pendant l'évaporation.

1. Ce procédé est dû à *M. le D<sup>r</sup> C. W. Stubbs*, directeur de la station expérimentale sucrière du New-Orléans; nous avons seulement modifié les formules compliquées de cet auteur, afin de les rendre plus simples.

## CINQUIÈME PARTIE

---

XXI •

### Essai de glucoses de commerce.

Les glucoses de commerce, résultant de la saccharification de la fécule par l'acide sulfurique, se présentent sous des formes très variables ; il y a des glucoses en cristaux transparents, en pâte cristalline de consistance de fromage ou en sirop plus ou moins coloré. Ces produits sont souvent impurs et contiennent outre le dextrose, de la dextrine et quelquefois du maltose.

(1) Dans les glucoses cristallisés la teneur en sucre peut être dosée par le saccharimètre. A cet effet, on pèse 20 gr. 32 de glucose qu'on dissout dans environ 75 c. cubes d'eau, on ajoute un peu de sous-acétate de plomb, si la solution est trop colorée, et de l'eau de manière à former un volume de 100 c. cubes, l'on agite et l'on filtre.

Le liquide filtré est observé au saccharimètre Laurent et les degrés lus donneront directement la teneur en dextrose % de matière. Pour les saccharimètres allemands on pèsera 16 gr. 34 de glucose, dont on fera un volume de 100 c. cubes, la lecture au saccharimètre sera doublée, pour avoir les tant %. Il serait impratique de peser 32 gr. 68 de glucose, car on formerait alors une solution très concentrée dont le pouvoir rotatoire spécifique est bien moins constant.

Il est bon de faire bouillir la solution, avant de la ramener au volume jaugé, afin d'éviter le phénomène de birotation que présente le dextrose en solution fraîchement préparée.

(2) Les glucoses impurs contiennent toujours de la dextrine à côté du dextrose. Dans ce cas, la méthode saccharimétrique ne pourra pas donner de résultats exacts, et l'on fera mieux de doser le dextrose au moyen de la liqueur Fehling, soit par le procédé volumétrique, soit par la pesée de cuivre métallique avec l'usage de la table Allihn, comme nous l'avons indiqué dans le

chapitre VIII. De cette façon on obtiendra des résultats exacts, la dextrine n'ayant pas d'influence sur la liqueur cuivrée (1).

Pour doser la dextrine, on traite la solution de glucose, ramenée à l'état de sirop concentré, avec 10 fois d'alcool de 90°. Gay-Lussac, qui précipite la dextrine. Le précipité est recueilli sur un filtre, lavé à l'alcool du même degré, séché et pesé. Puis, on pèse 2 grammes du précipité qu'on dissout dans 20 c. cubes d'eau, on les additionne de 60 c. cubes d'alcool de 54° Gay-Lussac, de quelques gouttes de solution concentrée de chlorure ferrique et de quelques décigrammes de poudre de craie, afin de précipiter les matières gommeuses, on ramène le tout avec de l'alcool de 54° à un volume jaugé de 200 c. cubes, on agite et l'on filtre. On mesure 100 c. cubes de liquide = 1 gramme de précipité, qu'on traite de nouveau avec de l'alcool de 95° Gay-Lussac, pour précipiter toute la dextrine, on lave sur un filtre avec de l'alcool de même concentration, on sèche et l'on pèse. On trouvera alors par calcul la dextrine contenue dans la matière donnée.

(3) Les sirops de glucose contiennent souvent, outre le dextrose et la dextrine, du maltose. Pour doser ces trois corps différents, M. Viley, directeur du laboratoire au Ministère de l'Agriculture des Etats-Unis, a indiqué (2) une méthode excellente basée sur les faits suivants :

a) Les pouvoirs rotatoires spécifiques de ces trois corps étant : dextrose = 53.0°, maltose = 138.3° et dextrine = 194.8° (3) une solution renfermant ces trois corps aura une polarisation

$$P = 53 D + 138.3 M + 194.8 d, \quad (1)$$

D, M et d exprimant les quantités de dextrose, de maltose et de dextrine, contenues dans la solution.

b) Si la solution est traitée par le cyanure de mercure en excès, le dextrose et le maltose seront entièrement détruits, et la dextrine seule restera intacte, si,

1. Nous ne conseillerons pas l'emploi de la liqueur mercurique celle de Knapp ou de Sacchse, la fabrication de glucose de fécule donnant lieu à la formation de produits intermédiaires optiquement actifs et réduisant ces liqueurs, sans attaquer les liqueurs cuivrées.

2. V. Dr. Viley, Report of glucose prepared by the national academy of sciences. Washington, 1884.

3. Nous avons légèrement modifié les chiffres de M. Viley, pour les mettre en accord avec les résultats des études scientifiques les plus récentes.

maintenant, on observera la solution au saccharimètre, la déviation observée donnera la quantité de dextrine présente, et nous aurons :

$$P' = 194.8 d \quad (2)$$

formule avec laquelle nous pourrions facilement calculer  $d$ , chaque degré du saccharimètre étant = 0 gr. 055 ou = 0 gr. 089 de dextrine, selon que la prise d'essai pour le sucre de cannes est de 16 gr. 20 ou de 26 gr. 048.

La différence des deux observations est

$$P - P' = 53.0 D + 138.3 M \quad (3)$$

On traitera ensuite la solution par la liqueur cuivrique, qui est réduite par le dextrose et par le maltose. On opérera par titrage ou par pesée, et l'on calculera le tout en dextrose. Comme le pouvoir réducteur du maltose est de 0,65 (celui du dextrose pris comme unité) nous avons la réduction totale :

$$R = D + 0.65 M. \quad (4)$$

En multipliant l'équation (4) par 53, nous aurons

$$53 R = 53 D + 34.45 M \quad (5)$$

que nous soustrairons de (3) et nous aurons

$$(P - P') - 53 R = 103.85 M \quad (6)$$

d'où

$$M = \frac{(P - P') - 53 R}{103.85} \quad (7)$$

et

$$D = R - 0,65 M. \quad (8)$$

La solution du *cyanure de mercure*, préconisée par Wiley, contient par litre :

120 gr. cyanure de mercure

et

25 gr. hydrate de potasse.

En appliquant cette méthode à l'analyse de différents sirops de glucose d'origine américaine, l'auteur a trouvé (1) que le dextrose y varie entre 34 et 42 %, la dextrine varie entre 29 et 45 % et la proportion de maltose varie entre 1 et 19 %.

Pour que les résultats soient certains, il est bon de préparer une solution

1. V. *Bulletin de l'Association des Chimistes*, 1804, p. 203.

de 25 grammes de sirop de glucose dans de l'eau distillée, de manière à former un volume de 100 c. cubes. On fait l'observation au saccharimètre, comme il a été indiqué plus haut, et la réduction cuivrique est effectuée sur une liqueur étendue contenant de 1 à 2 % de sirop donné.

Quant aux dosages de l'eau et des cendres, ils sont effectués de la manière décrite à l'analyse de sucres bruts (Chapitre IX).

(4) *Essai de fermentation.* — Depuis quelque temps, on fait usage du glucose dans la fabrication de l'alcool, etc. Pour ces industries, l'analyse de glucose comprend seulement le dosage des *matières fermentescibles*, qu'on fait par un essai de fermentation directe; on les considère comme glucose, quoique le maltose y est compris également ( ).

A cet effet, on pèse 5 grammes de glucose à essayer, on dissout dans de l'eau distillée, et l'on verse la solution sans perte dans un petit matras A (fig. 89). On ajoute ensuite un peu d'acide sulfurique ou tartrique et environ 20 c. cubes de levure de bière fraîchement lavée et délayée avec un peu d'eau en une

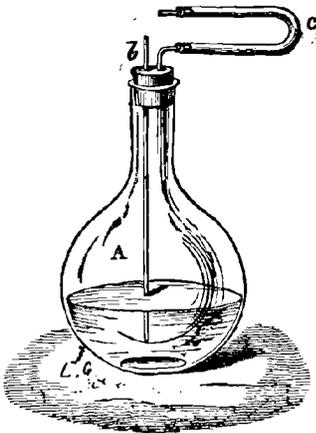


FIG. 89

bouillie claire, qu'on verse dans la capsule ayant servi à la pesée et à la dissolution de l'échantillon, et l'on transvase dans le matras A. On ferme ce dernier d'un bouchon traversé par deux tubes, dont l'un *b* est droit et plonge dans le liquide, et dont l'autre, qui ne dépasse que très peu la surface inférieure du bouchon, est recourbé en angle droit, et porte un tube *c* de la forme d'un U, rempli de chlorure de calcium sec et fondu. On pèse exactement l'appareil ainsi disposé, et on laisse la fermentation s'effectuer

à la température de 30°C. environ, qu'il est facile d'obtenir en plaçant l'appareil dans un bain-marie. La *vapeur d'eau*, qui se dégage en même temps que l'acide carbonique, est retenue dans le tube *c* par le chlorure de calcium, et, *une fois la fermentation achevée*, on chauffe un peu le liquide afin d'expulser l'acide carbonique qu'il retient en dissolution, puis on fait passer un courant d'air sec à travers l'appareil; enfin, on pèse de nouveau ce dernier, et la différence entre les deux pesées donnera la quantité d'acide car.\*

1. En dosant en même temps l'eau et les cendres, on aura par différence les *matières organiques non fermentescibles* qu'on prendra en compte comme *dextrine*.

bonique résultant de la décomposition du glucose. On multipliera cette différence avec le coefficient 2,16 (\*), et l'on aura le poids de glucose contenu dans 5 grammes de l'échantillon.

(5) *Essai de miel.* — On y dose le sucre inverti par la liqueur Fehling, en opérant sur une solution de 1 % de miel, et en suivant une des méthodes décrites dans le chapitre VIII.

On traite ensuite la solution primitive avec de l'acide chlorhydrique, en faisant bouillir le mélange pendant 30 minutes, et l'on dose de nouveau le sucre inverti. La différence, multipliée par 0,95, donnera la quantité de *sucre de canne*, qui varie entre 2 et 3 %. Si la différence est plus grande, surtout si elle dépasse 10 % de miel, on peut être certain que le miel a été falsifié avec du sucre de fécule.

Le dosage des cendres se fait par l'incinération sulfurique, tout à fait comme celui d'un sucre brut. Il convient cependant d'opérer sur 10 grammes de matière au moins, et employer une grande capsule de platine, la teneur du miel en matières salines étant fort minime (0,20 %).

## XXII

### Dosage du sucre dans le lait.

Le sucre de lait (lactose) peut être dosé aussi bien par le saccharimètre que par la liqueur cuivrique, car son pouvoir rotatoire ainsi que son pouvoir réducteur sont constants tous les deux.

(1) *Méthode optique.* — Comme le lait contient des matières albumineuses et de la caséine qui tournent à gauche le plan de la lumière polarisée, il faut les éliminer avant de faire l'observation saccharimétrique. Selon *Landolt* (\*), on obtient de bons résultats en versant 50 c. cubes de lait dans une capsule de porcelaine, qu'on neutralise avec un peu de carbonate de soude, si le lait est fort acide; on ajoute ensuite 25 c. cubes d'une solution concen-

1. Selon *Bolley*, 100 grammes de glucose donnent 48,3 d'acide carbonique correspondant au coefficient 2,07; mais les essais de *Pasteur* ayant démontré que 95 à 96 parties de glucose seulement donnent une fermentation alcoolique, on a adopté le coefficient 2,16.

2. V. *Landolt*, Das optische Drehungsvermögen, p. 189.

trée d'acétate neutre de plomb, et l'on fait bouillir pendant quelques minutes. Après refroidissement complet, on transvase le tout dans un matras jaugé de 100 c. cubes, on rince la capsule, on affleure avec de l'eau le trait de jauge, on agite et l'on filtre. Le liquide filtré est observé au saccharimètre, autant que possible dans un tube de 40 centimètres; si l'observation a été faite dans un tube de 20 centimètres de longueur, on doublera les degrés observés. Le pouvoir rotatoire du lactose, étant  $[\alpha]_D = 52,53$ , contre  $[\alpha]_D = 66,5$  du saccharose, chaque degré lu au saccharimètre indique

2 gr. 051 de lactose par litre pour les instruments français,  
3 gr. 298 » » » » allemands.

Le résultat est légèrement influencé par le volume du précipité plombique qu'il est difficile d'évaluer exactement.

*Harvey et Wiley* préfèrent la clarification du lait par une solution d'iodure mercurique, qu'on prépare en mélangeant :

33 gr. 20. . . . . KI,  
13 gr. 50. . . . . HgCl<sup>2</sup>,  
20 c. cubes . . . . . acide acétique concentré,  
et 640 c. cubes . . . . . eau distillée.

On mélange ensuite, à chaud ou à froid, 50 c. cubes de lait avec 25 c. cubes de cette solution et il se forme immédiatement un précipité; on ajoute de l'eau pour former 100 c. cubes, on agite, on filtre, et l'on observe au saccharimètre de la manière indiquée.

Le volume du précipité formé au sein du liquide étant de 2 c. cubes, on multipliera le résultat par 0,98, pour avoir la teneur exacte en lactose, ou bien on fait usage d'un matras spécial jaugé à 102 c. cubes, qu'il est facile de préparer soi-même, en remplissant avec de l'eau jusqu'au trait de jauge un matras de 100 c. cubes, en y ajoutant 2 c. cubes d'eau d'une burette graduée, et en marquant le niveau du liquide par un trait supplémentaire.

(2) *Méthode chimique.* — 10 c. cubes de lait sont introduits, dans un matras jaugé de 100 c. cubes, avec environ 50 c. cubes d'eau distillée et 1 c. cube d'acide acétique au dixième; on chauffe jusqu'à 60 ou 80° C., on laisse refroidir, on complète avec de l'eau le volume jaugé, on filtre après avoir agité le tout, et l'on introduit le liquide filtré dans une burette graduée. On mesure dans un tube d'essai 10 c. cubes de liqueur cuivrée de

Fehling, qu'on additionne de quelques grains de pierre-ponce ; on porte à l'ébullition, on ajoute le lait filtré jusqu'à la décoloration complète de la liqueur bleue, en faisant bouillir au moins 5 minutes et en suivant la méthode Violette ; on répète l'essai pour apprécier plus nettement la fin de l'opération, et l'on observe le volume usé de lait filtré. Comme 10 c. cubes de liqueur Fehling sont réduits par 0 gr. 068 de lactose, on aura l'équation  $V : 0,068 = 1000 : x$ , dans laquelle  $V =$  volume de lait employé pour la réduction, d'où

$$x = \frac{680}{V}, \quad (9)$$

qui indiquera la quantité de lactose en grammes par litre de lait essayé.

Le lait de vache contient par litre de 30 à 60 grammes, en moyenne, 40 grammes de lactose.

### XXIII

#### Essais de vin et de bière.

##### A. — Dosage du sucre dans les vins naturels.

Le jus naturel des raisins renferme beaucoup de *dextrose* qui se transforme par la fermentation en *alcool* et acide carbonique. Si la fermentation n'est pas entièrement achevée, le vin qui en résulte renferme plus ou moins de *dextrose*, dont le dosage par la liqueur cuivrique ne présente aucune difficulté.

A cet effet on décolore le vin avec un peu de noir animal, on en prend 100 c. cubes qu'on sature exactement avec du carbonate de soude (1), on évapore jusqu'à la réduction à moitié, afin de chasser totalement l'alcool, et l'on ramène avec de l'eau distillée au volume primitif de 100 c. cubes. Le liquide résultant est traité avec de la liqueur cuivrique, en suivant les méthodes volumétriques de Violette et de Soxhlet, ou la méthode gravimétrique de Maerker et Allihn, que nous avons décrit dans le chapitre VIII. Il est

1. Cette saturation est surtout nécessaire en présence de *saccharose*, afin d'empêcher l'inversion de ce dernier durant l'évaporation.

bon de faire d'abord un essai préliminaire, en opérant sur 1 c. cube de liqueur Fehling, afin de constater la teneur approximative en sucre du vin donné; si cette dernière dépasse notablement 1 %, on mélangera le vin avec de l'eau, en proportions connues, de manière à ce que sa teneur en sucre se trouve entre 0.50 et 1 %, c'est-à-dire la concentration qui convient aussi bien pour le dosage volumétrique que pour la méthode gravimétrique.

Il arrive souvent que le vin soumis à l'épreuve renferme aussi du sucre de canne, additionné au vin en petite quantité dans le but d'élever sa richesse en alcool et de le rendre mousseux. Pour doser ce dernier, on fait le titrage du dextrose d'abord, à la liqueur cuivrique; puis, on prend 50 c. cubes de vin décoloré et privé d'alcool, qu'on additionne de 5 c. cubes d'acide chlorhydrique concentré et l'on chauffe pendant 15 minutes à la température voisine de l'ébullition, afin d'invertir le saccharose; on fait un nouveau titrage à la liqueur cuivrique qui donne la somme des deux sucres exprimés en glucose, on établit la différence qu'on multiplie avec 0.95, et on a le sucre de canne.

#### B. — Essai de vins suspects.

Les dosages décrits précédemment ne suffisent pas pour démontrer que le vin essayé soit naturel ou frelaté; dans des vins suspects, il faut rechercher si la présence du dextrose n'est pas due à une addition artificielle du glucose de commerce. Il faut, dans ce cas, examiner le vin sur son pouvoir rotatoire en opérant de la manière suivante :

a) S'il s'agit de vin blanc, on mesure 100 c. cubes de vin qu'on additionne de 5 c. cubes de sous-acétate de plomb, et qu'on filtre après agitation 52.5 c. cubes de liquide filtré sont additionnés de 2.5 c. cubes d'une solution concentrée de carbonate de soude qui précipite l'excès plombique, agités et filtrés de nouveau. Le liquide filtré est examiné au saccharimètre, dans un tube de 200 millimètres, et les degrés lus sont multipliés avec 1.1, pour tenir compte de la dilution de vin essayé.

b) S'il s'agit de vin rouge, on mélange 100 c. cubes de ce dernier avec 10 c. cubes de sous-acétate de plomb et l'on filtre; on prend 55 c. cubes de liquide filtré qu'on additionne de 5 c. cubes de solution de carbonate de soude, on agite et l'on filtre de nouveau. Le liquide filtré est examiné au saccharimètre dont les degrés sont multipliés avec 1.2, pour avoir la polarisation du vin primitif.

L'observation saccharimétrique peut donner trois résultats différents, selon que la polarisation est à droite, à gauche ou nulle. Il importe de bien préciser les faits constatés, afin d'interpréter les résultats d'une manière logique et concluante. Examinons les trois cas différents :

1) *Le vin examiné est dextrogyre.* Dans ce cas, le vin peut renfermer des saccharoses ou des matières dextrogyres non fermentescibles contenues dans le glucose ordinaire du commerce. On fait l'inversion de 50 c. cubes de vin avec 5 c. cubes d'acide chlorhydrique, de la manière décrite plus haut, et l'on observe de nouveau au saccharimètre ; si le vin inverti tourne à gauche, on est en présence de saccharose ; si, au contraire la rotation est toujours dextrogyre (1) et dépasse celle de 0 gr. 70 % de glucose, on conclura de la présence de matières dextrogyres provenant d'une addition de glucose de commerce.

2) *Le vin examiné est lévogyre.* La polarisation à gauche provient uniquement du sucre inverti, formé par l'inversion du sucre naturel du moût ou par celle du saccharose ajouté. Si l'on a fait au préalable l'essai à la liqueur cuivrique, on examine d'abord si la polarisation est approximativement égale à celle qui résultera de la présence du sucre inverti en quantité correspondant au cuivre réduit ; si la rotation lévogyre est notablement inférieure au résultat de l'essai à la liqueur cuivrique, on se trouve en présence de saccharose non-inverti ou de matières dextrogyres du glucose commercial. Pour démontrer la présence de ces dernières, on fait avec le vin donné un essai de fermentation, en suivant les indications données dans le chapitre XXI (p. 354), si le liquide fermenté est dextrogyre, on se trouve en présence de matières dextrogyres non fermentescibles, provenant d'une addition frauduleuse de glucose de commerce.

3) *Le vin essayé n'agit pas sur la lumière polarisée,* ce qui est le cas de la plupart des vins naturels. Comme l'absence de toute polarisation peut être causée par la présence simultanée de matières dextrogyres et de sucre inverti, avec compensation de leurs rotations différentes, on fait d'abord un essai d'inversion ; si le vin inverti tourne à gauche on conclura de la présence de saccharose à côté de sucre inverti. On fait ensuite un essai de fer-

1. Une faible rotation à droite peut être provoquée par la présence de l'acide tartique ou des sels de ce dernier.

mentation et si le liquide fermenté est dextrogyre, la présence de matières dextrogyres du glucose commercial est parfaitement démontrée (1).

### C.— Essai de maltose et de bière.

Le sirop de maltose n'est que depuis peu de temps l'objet d'une fabrication industrielle. Pour y doser le maltose ou sucre de bière, on dissout 10 grammes de sirop dans l'eau distillée de manière à former un volume de 500 c. cubes de liquide, et l'on verse dans une burette graduée. Le dosage est fait par la liqueur cuivrique, suivant la méthode de Violette ou celle de Soxhlet, en faisant bouillir pendant 3 à 4 minutes; 10 c. cubes de liqueur Fehling sont réduits par 0 gr. 075 maltose; on obtient par calcul les tant pour % de matière essayée.

Pour faire le dosage de maltose dans la *bière*, on décolore celle-ci avec un peu de noir animal, on filtre, on étend le liquide avec trois fois d'eau et l'on titre avec la liqueur cuivrique de la manière indiquée plus haut.

## XXIV

### Dosage du sucre contenu dans les urines diabétiques.

Le sucre contenu dans les urines des diabètes n'est autre chose que du glucose (sucre de raisin) et, par conséquent il peut être dosé par la liqueur cuivrique, par le saccharimètre ou par la fermentation. Il importe seulement, pour les deux premières méthodes, de prendre certaines précautions avant de procéder au dosage même, les urines renfermant outre le glucose encore d'autres matières réduisant le cuivre ou agissant sur la lumière polarisée.

Pour faire un essai qualitatif, on prend environ 1 c. cube d'urine qu'on étend avec 4 à 5 c. cubes d'eau, l'on y ajoute 0.5 c. cubes de lessive de soude, et on chauffe le tout dans un tube à essai; puis on y fait couler quel-

1. Le présent *Traité* étant consacré entièrement à l'étude et au dosage des *matières sucrées*, nous ne pouvons pas nous occuper davantage de *l'Analyse des vins*. On trouvera tous les renseignements détaillés dans le *Traité du travail des vins*, par E. Maumené, 3<sup>e</sup> édition, 4<sup>e</sup> partie.

ques gouttes d'une solution très étendue de sulfate de cuivre et l'on continue à chauffer. En présence du sucre, le liquide se trouble et il se forme un dépôt rouge de sous-oxyde de cuivre. Comme cette réaction peut être influencée par la présence d'albumine dans l'urine essayée, on fait bouillir celle-ci au préalable et l'on filtre s'il y a un dépôt.

Le dosage quantitatif peut être fait très rapidement d'après l'un ou l'autre des procédés que nous allons décrire.

#### A. — Dosage du glucose par la liqueur cuivrique.

Comme la pesée du cuivre réduit, préconisée pour le dosage du sucre inverti dans les produits de sucrerie, est une opération délicate et demande beaucoup de temps, on dose le sucre dans les urines par le procédé volumétrique qu'on exécute de la manière suivante (1) : On verse l'urine dans une burette graduée en dixièmes de centimètres cubes et l'on introduit dans un tube à essai 10 c. cubes de liqueur cuivrique de Fehling qu'on fait bouillir sur une petite flamme. On fait couler, goutte à goutte, l'urine de la burette dans le tube à essai qu'on chauffe après chaque addition d'urine, on le laisse reposer quelques instants, afin que le sous-oxyde de cuivre se dépose, et l'on observe la nuance du liquide surnageant le précipité, qui devient incolore au moment où tout le cuivre est réduit, ce qui indique la fin de la réaction. Pour faciliter l'observation, on maintient le tube dans une position légèrement inclinée, devant une fenêtre ou au-dessus d'un papier blanc; la moindre trace de couleur bleue est bien visible. On lit le nombre de dixièmes de centimètres cubes d'urine, usés pour la réduction de 10 c. cubes de liqueur Fehling (= 0 gr. 05 de glucose) et on le note soigneusement.

Cet essai n'est que préliminaire; le dosage exact exigeant une certaine dilution de l'urine primitive afin que le volume nécessaire pour la réduction de 10 c. cubes de liqueur cuivrique soit de 5 à 10 c. cubes d'urine étendue. Cette dilution permet d'effectuer le titrage dans les conditions indiquées par Soxhlet (voir chapitre VIII) et l'on a encore l'avantage d'augmenter la précision avec l'augmentation de volume à mesurer. Connaissant par l'essai préliminaire le volume approximatif d'urine à employer pour le titrage, on l'é-

1. V. *Nenbauer* et *Vogel*, *Harnanalyse*, T. I, p. 275-300.

tend de façon à ce qu'il soit de 5 à 10 c. cubes. Soit par exemple qu'on ait usé au premier essai 0.7 c. cubes d'urine normale pour réduire 10 c. cubes de liqueur cuivrique, on prendra avec une pipette 10 c. cubes d'urine normale qu'on versera dans une fiole jaugée à 100 c. cubes et l'on ajoutera de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge; on agitera par retournement afin de rendre le liquide homogène, on versera un peu de ce liquide dans une burette graduée pour la rincer, et on la remplira ensuite jusqu'au zéro. La burette doit être graduée en dixièmes de centimètres cubes et être munie d'une pince-Mohr, permettant de régler l'écoulement en appuyant plus ou moins sur la pince. On prendra un second tube à essai, on y introduira à l'aide d'une pipette, 10 c. cubes de liqueur Fehling, on y ajoutera encore 1 à 2 c. cubes de lessive de soude concentrée, et l'on fera bouillir. On fera alors écouler de la burette, en une seule fois, 6 c. cubes d'urine étendue (c'est-à-dire 1 c. cube moins que le volume calculé par l'essai préliminaire), on fera bouillir pendant quelques minutes afin de chasser l'ammoniaque qui se produit quelquefois par l'action de la soude sur les matières albumineuses, et on laissera reposer. On observera alors la nuance du liquide baignant le précipité, de la manière indiquée pour l'essai préliminaire; supposons qu'elle sera encore bleue on ajoutera alors deux gouttes d'urine étendue, l'on fera bouillir et l'on observera de nouveau. On répétera l'observation, en ajoutant l'urine étendue en petites doses, goutte à goutte vers la fin, jusqu'au moment où la couleur bleue disparaîtra complètement, et l'on notera le volume usé qui correspond à 5 centigrammes de sucre diabétique. On trouvera alors au moyen d'une simple proportion la quantité de sucre contenu dans un litre d'urine primitive. Soit par exemple que l'urine fut étendue dans la proportion de 1 pour 10 et qu'on ait usé 7.3 c. cubes pour la réduction de 10 c. cubes de liqueur cuivrique; on a donc, dans 7.3 c. cubes d'urine normale, 10 fois 0 gr. 05 = 0 gr. 50 de sucre, et par conséquent, 1 litre en contient  $\frac{1000 \times 0.50}{7.3} = 68.5$  grammes.

Si l'on désire faire le dosage avec plus de précision encore, on prendra un troisième tube à essai garni également de 10 c. cubes de liqueur cuivrique qu'on fera bouillir; on y versera, en une seule fois, 7 c. cubes d'urine étendue, on fera bouillir pendant 2 à 3 minutes, on observera la nuance du liquide éclairci par le repos, et si elle est encore légèrement bleue, on ajoutera deux gouttes d'urine et l'on fera bouillir de nouveau. De cette façon on parviendra plus facilement à saisir le point final. On exprime toujours la quantité de sucre en grammes par litre d'urine donné.

B.— Dosage de glucose par le saccharimètre.

Le dosage du sucre par la méthode optique ne présentera nulle difficulté lorsque on aura à faire à des urines peu colorées et exemptes d'albumine. On remplira simplement un tube à polarisation de 20 centimètres de longueur avec l'urine en question, filtrée préalablement si elle n'est pas assez limpide ; on placera le tube dans le saccharimètre dont on dispose et l'on observera la déviation produite. Le pouvoir rotatoire de glucose se rapporte à celui du sucre de canne comme 53.0 : 66.5 (les pouvoirs spécifiques de ces sucres), la prise d'essai par 100 c. cubes sera donc, pour les instruments français,  $\frac{16.20 \times 66.5}{53.0} = 20.32$ , et chaque division sera = 0 gr. 2032 sucre, et pour l'échelle Wenzke on aura  $\frac{26.088 \times 66.5}{53.0} = 32.68$  comme prise d'essai, d'où 1° = 0 gr. 3268 sucre. On aura par conséquent à multiplier par 2.032 les degrés observés au saccharimètre Laurent pour avoir le sucre diabétique exprimés en grammes par litre d'urine ; pour les instruments allemands on emploiera le coefficient 3.268. On a même construit des instruments spéciaux, appelés *diabomètres*, dont chaque division correspond à 1 gramme de sucre par litre d'urine ; les parties optiques de ces instruments sont généralement les mêmes que celles des saccharimètres en usage dans les sucreries.

Si l'urine en question ne contient que fort peu de sucre, on fera l'observation saccharimétrique dans un tube de 40 ou de 50 centimètres, et l'on divisera le résultat par 2 resp. 2.5.

Lorsque l'urine donnée contient de l'albumine, ce qui arrive souvent, il faut éliminer cette matière avant de faire la polarisation, l'albumine déviant à gauche le plan de la lumière polarisée. Dans ce but on verse dans une capsule de porcelaine 100 c. cubes d'urine, on y ajoute de l'acide acétique étendu et l'on porte à l'ébullition ; l'albumine se dépose aussitôt en gros flocons qui se réunissent ensuite au fond de la capsule ; on laisse refroidir, on ajoute de l'eau pour parfaire le volume primitif de 100 c. cubes, on filtre et l'on passe le liquide au saccharimètre.

Il arrive quelquefois que l'urine à analyser est trop colorée pour qu'on puisse faire avec certitude l'observation saccharimétrique. Dans ce cas, on prend 100 c. cubes d'urine, auxquels on ajoute 2 à 3 grammes de noir animal réduit en poudre très fine ; on agite vivement plusieurs fois, on laisse

reposer pendant quelques minutes, on agite de nouveau, on filtre et l'on passe au saccharimètre le liquide ainsi décoloré.

On peut aussi faire usage du sous-acétate de plomb pour décolorer l'urine. Dans ce but on prend une fiole jaugée à 2 traits marquant 100 et 110 c. cubes, qu'on remplit avec l'urine jusqu'au trait de 100, on ajoute environ 3 c. cubes de sous-acétate de plomb et l'on affleure avec de l'eau le trait de 110, on agite par retournement, on filtre et l'on polarise. Naturellement, la lecture saccharimétrique doit être multipliée par 1,1, afin de tenir compte de la dilution.

Lorsque l'urine donnée ne contient que peu de sucre, le dosage par l'observation directe au saccharimètre devient incertain. M. Landolt (1) propose d'opérer dans ce cas, de la manière suivante :

On prend un litre ou deux de l'urine en question, qu'on additionne d'abord d'un peu d'acétate neutre de plomb et qu'on filtre après agitation. Au liquide filtré on ajoute du sous-acétate de plomb et un peu d'ammoniaque ; le précipité formé contient alors tout le sucre renfermé dans l'urine. Après filtration ou décantation, suivie de lavages à l'alcool, on introduit le précipité dans un peu d'alcool et l'on y fait passer un courant d'hydrogène sulfureux gazeux, qui décompose le précipité plombique en mettant le sucre en liberté. Après filtration, on décolore le liquide avec un peu de noir animal en poudre, on l'évapore jusqu'à réduction à un petit volume déterminé et on l'observe au saccharimètre ; par un simple calcul on trouvera le sucre contenu dans un litre d'urine analysée.

### C. — Dosage du glucose par fermentation et différence des densités.

A l'aide d'un pycnomètre ou de la balance hydrostatique de Mohr on détermine la densité exacte de l'urine à analyser, en observant en même temps la température ; puis on ajoute 10 grammes de levure lavée, délayée dans un décilitre d'urine, on agite vivement et l'on abandonne le tout, pendant 24 heures, à une température de 20-24° C. Le sucre se décompose sous l'influence de la fermentation ; il se forme de l'alcool qui reste dans le liquide et de l'acide carbonique qui se volatilise. Le liquide s'éclaircit et la levure se dépose au fond du vase ; c'est l'indication que la fermentation est achevée. Alors on filtre et l'on prend la densité du liquide clair, en ayant

1. V. Landolt, *Das optische Drehungsvermoegeu*, p. 185 (Brunswick, 1879).

soin d'opérer à la même température que la veille, et l'on établit la différence des densités avant et après la fermentation.

*Robert et Manasseïn* (1) ont établi par de nombreuses expériences très soignées que la différence de 0,001 de densité correspond à 0 gr. 219 de sucre diabétique. On aura donc à multiplier la différence des densités avec le coefficient 0,219 pour avoir le sucre pour cent d'urine, ou, par 2,19 pour avoir le sucre par litre. Exemple : la densité de l'urine soumise à l'analyse étant de 1,0298, après fermentation dans les conditions indiquées, la densité est descendue à 1,0055, les deux densités étant constatées à la même température ; la différence est donc de 0,0243. On aura alors

$$\frac{0.0243 \times 2.19}{0.001} = 53 \text{ grammes de sucre par litre.}$$

*Antweiler et Breitenband* (2) ont apporté quelques modifications dans le procédé décrit, dont nous n'en citerons qu'une seule, ayant pour but de supprimer la filtration de l'urine fermentée. Ces savants déterminent les densités au moyen d'un *uromètre* très sensible (c'est-à-dire un aréomètre portant une échelle spéciale) ; le liquide fermenté est versé dans une éprouvette étroite et au bout de quelques minutes la levure se dépose au fond ; on y plonge l'instrument pour observer la densité et on établit la différence, etc.

#### D. — Dosage du glucose au moyen du Glucosomètre-Fiebig.

Le principe de ce procédé tout nouveau, imaginé par le Dr Einhorn de New-York (3) et rendu pratique par M. R. Fiebig (4), est de mesurer l'acide carbonique qui se dégage par suite de la fermentation, et d'évaluer la quantité de sucre correspondant à ce volume. L'opération est conduite dans un petit appareil en verre (fig. 90) composé d'une petite éprouvette graduée, communiquée avec une petite boule en verre et montée sur un pied également en verre.

1. V. *Neubauer* et *Vogel*, *Harnanalyse*, T. I, p. 313.
2. V. *Fresenius*, *Zeitschrift für analytische Chemie*, 1883, n° 1, p. 46.
3. V. *Einhorn*, Communication sur le dosage du sucre diabétique (*Medicini-sche Wochenschrift*), 1888, n° 30.
4. L'appareil proposé primitivement par le Dr *Einhorn* ne permet pas d'obtenir des résultats exacts, la construction étant mal comprise ; M. *Fiebig* l'a modifié entièrement.

Voici la manière d'opérer :

Dans une fiole jaugée à deux traits de 90 et 100 c. cubes (fig. 91) on verse de l'eau distillée jusqu'au trait de 90 et de l'urine jusqu'au trait de 100 et l'on agite pour rendre le liquide homogène. A l'aide d'un petit tube à essai marqué d'un trait de jauge (fig. 92), on mesure 10 c. cubes d'urine étendue

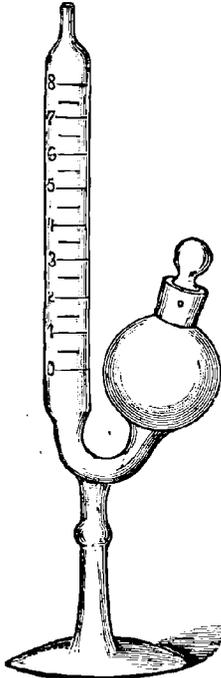


FIG. 90

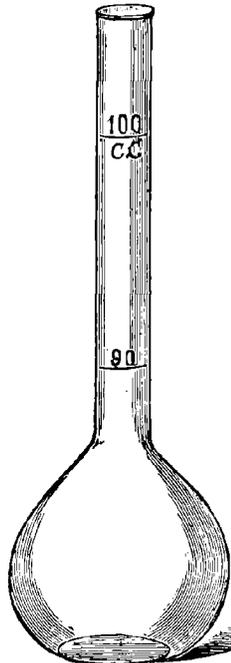


FIG. 91



FIG. 92

qu'on additionne d'un morceau de levure de la grosseur d'un haricot. On agite et l'on verse dans la boule du glucosomètre (fig. 90) qu'on ferme aussitôt avec le bouchon en verre rodé. Ce bouchon est creux et percé d'un petit trou correspondant à un trou pareil pratiqué dans le col de la boule. On a soin de mettre le bouchon dans le col de façon à coïncider les deux trous, afin de donner libre passage à l'air. On pose l'appareil sur son pied, et l'on observe si le niveau du liquide atteint le trait de zéro de l'éprouvette graduée ; si cela n'est pas, on incline légèrement l'appareil de façon à coïncider le niveau de liquide avec le trait de zéro. On ferme alors le passage d'air à travers le bouchon, en communiquant à ce dernier un léger mouvement de rotation, sans le retirer, et le niveau du liquide ne bouge plus. On abandonne alors

l'appareil à lui-même, en l'exposant à la température ambiante, ou mieux encore en le mettant dans un endroit dont la température est à 20-24° C., et la fermentation commence aussitôt. L'acide carbonique se dégage dans la bouille fermée et par sa pression il fait monter le liquide dans l'éprouvette graduée, d'où l'air s'échappe par le petit orifice. Après 5 à 6 heures la fermentation est achevée et l'on observe alors le niveau du liquide dans l'éprouvette graduée dont l'échelle indique directement les tant pour 100 de sucre d'urine dosée, non étendue. La graduation va jusqu'à 3° et elle est divisée en demi-degré.

Nous avons vérifié cette méthode par des essais comparatifs avec la méthode saccharimétrique et nous avons obtenu des résultats satisfaisants.

Remarquons enfin qu'on peut accélérer la fermentation en étendant l'urine non avec de l'eau distillée, mais avec une solution contenant par litre 2 gr. de sel de seignette et 2 grammes de phosphate de potasse en constituant ainsi une nourriture pour le ferment de la levure.

---

## SIXIÈME PARTIE

---

### XXV

#### **Essai de noir animal.**

Le pouvoir décolorant et épurant du noir animal est dû principalement au charbon finement divisé, étendu sur une grande surface qui lui offre l'extrême porosité de la matière. La valeur industrielle d'un noir dépendra principalement de sa teneur en charbon et de sa porosité.

Par l'usage en sucrerie le noir perd un peu de sa porosité, malgré une bonne revivification, et après un certain temps, le noir est hors d'usage.

L'essai de noir neuf ou en usage comprend un examen physique suivi d'une analyse chimique; nous allons en donner les détails, en suivant les procédés es mieux appropriés.

#### **A. — Essai physique de noir.**

(1) *Humidité.* — Comme le noir animal neuf peut absorber de l'humidité jusqu'à 30 % sans changer d'aspect, il importe avant tout de constater l'humidité lors de la réception du noir. A cet effet, on prélève un échantillon représentant la moyenne de la livraison, dont on pèse 10 grammes de matière en grains, qu'on dessèche pendant 2 heures, à la température de 120° C., et qu'on pèse de nouveau; la perte en poids, multiplié par 10, donnera l'humidité pour 100 du noir.

(2) *Folle-farine.* — Le noir en grains contient toujours plus ou moins de noir en poussière qui n'a qu'une valeur inférieure, surtout en sucrerie. On prend un poids déterminé de noir, 100 grammes par exemple, qu'on passe par un tamis à mailles très serrées qui ne laissent passer que le noir en poussière qu'on appelle *folle-farine*. On pèse de nouveau le contenu du tamis et la perte en poids représente le noir fin.

(3) *Examen de l'état physique* ('). — Les os calcinés doivent être d'un noir mat; une nuance rousse indique une cuisson insuffisante; une teinte grise, une cuisson où l'air est intervenu; un éclat brillant et vitreux dénote un commencement de fusion, et par suite un manque de porosité.

C'est la teinte rousse qui est la moins à craindre, car on peut remédier à la cuisson insuffisante par une revivification avant l'emploi du noir.

Le bon noir happe à la langue, et ne doit avoir aucun goût.

L'uniformité dans le grain est un bon signe; la grosseur du grain dépend de la destination du noir; il ne doit y avoir qu'une proportion insignifiante de folle-farine.

La moyenne des grains ne doit être ni trop dure ni trop friable. A poids égal, les os durs décolorent moins que les os poreux et friables; mais ces derniers ne résistent pas assez longtemps au travail, et c'est un inconvénient, surtout pour la sucrerie qui n'emploie pas de *noir fin*.

Le noir en travail doit conserver sa teinte noire, même après qu'on a, par un lavage énergique à l'eau, enlevé la folle-farine qui peut recouvrir les grains du noir.

S'il est gris, mais qu'il redevienne noir par un traitement à l'acide chlorhydrique, c'est qu'il est chargé de chaux, et il faut le laver à l'acide.

Si la teinte grise persiste, le noir a été trop chauffé; le charbon a été trop brûlé, et le mal n'est plus réparable.

(4) *Densité*. — Il importe moins de connaître la densité exacte d'un noir que de comparer les densités de noir en travail et de noir neuf, afin de voir combien le poids spécifique du noir a augmenté par suite de l'absorption de certaines matières. Il est donc nécessaire de prendre la densité toujours de la même manière, afin qu'on puisse comparer entre eux les valeurs trouvées.

A cet effet, on dessèche le noir jusqu'à constance de poids, on le passe par deux tamis, afin d'en éliminer les grains trop gros et la folle-farine, et l'on fait l'essai sur les grains de la grosseur adoptée pour l'usage dans l'usine. On en remplit un ballon jaugé à col étroit, et on tasse le noir autant que possible, en frappant à petits coups, pendant le remplissage, sur tout le pourtour du ballon; on remplit jusqu'au trait de jauge, et l'on pèse à 1 gramme près.

La densité du noir neuf étant très variable, selon qu'il provient des os

1. Selon *Commerson* et *Laugier*, voir *Guide pour l'analyse de matières sucrées*, 3<sup>e</sup> édition, p. 149.

durs, moyens ou tendres, la densité du noir en travail ne pourra être comparée qu'avec celle du noir neuf mis en œuvre. En exprimant la densité du noir neuf par le chiffre de 100, le noir en travail de raffinerie et le noir hors d'usage auront des densités de 130 et 150 (selon *Commerson* et *Laugier*); pour le noir de sucrerie, *Walkohof* a donné les chiffres de 100, 123, 147 et 152, exprimant les densités relatives de noir neuf, en travail de bonne qualité, en travail de mauvaise qualité et hors d'usage.

(5) *Pouvoir absorbant pour la chaux.* — On prend de l'eau de chaux filtrée, dont on connaît le titre d'alcalinité, et l'on en mesure 250 c. cubes qu'on verse dans une éprouvette; on y introduit 250 grammes de noir en grains et l'on agite par retournement pour bien mélanger la masse. On abandonne le lait pendant 15 minutes, on filtre jusqu'à parfaite limpidité, et l'on prend ensuite le titre alcalimétrique du liquide, qu'on retranche du titre primitif pour avoir *par différence* la quantité de chaux absorbée par le noir. En faisant le même essai avec des noirs neuf et en travail, on aura des chiffres comparables entre eux.

(6) *Pouvoir décolorant.* — On prend un échantillon de jus coloré ou une dissolution étendue de mélasse, qu'on divise en deux parties placées dans deux vases.

Une partie de ce liquide est mélangée avec son propre volume de noir à essayer, le tout versé dans un ballon ou dans une capsule, et chauffé à l'ébullition pendant 2 minutes. On laisse refroidir, on filtre sur un papier à plis de manière à obtenir un liquide bien limpide; la couleur du liquide filtré est ensuite comparée avec celle du liquide primitif.

A cet effet, on fait usage d'un chromoscope ou colorimètre, c'est-à-dire d'un instrument permettant de mesurer la couleur d'un liquide par rapport à celle d'un autre, et d'exprimer ce rapport en chiffres. Il existe un grand nombre de modèles de ces instruments (1), dont la figure 93 représente le plus perfectionné, construit par M. Laurent.

Ce colorimètre se compose des pièces suivantes :

A *Miroir réflecteur* mobile, servant à envoyer la lumière dans l'intérieur des tubes B.

B *Tubes en verre*, formant réservoirs; l'un contient le liquide type, l'autre celui à comparer.

1. Tels que les colorimètres ou chromoscopes de *Payen*, *Salleron*, *Duboscq*, *Stammer*, *Laurent* et d'autres.

Ils entrent à frottement gras dans les supports en forme de fourche. La glace du fond est appliquée sous la partie inférieure et dressée du tube; elle est serrée au moyen d'un anneau molleté et à vis.

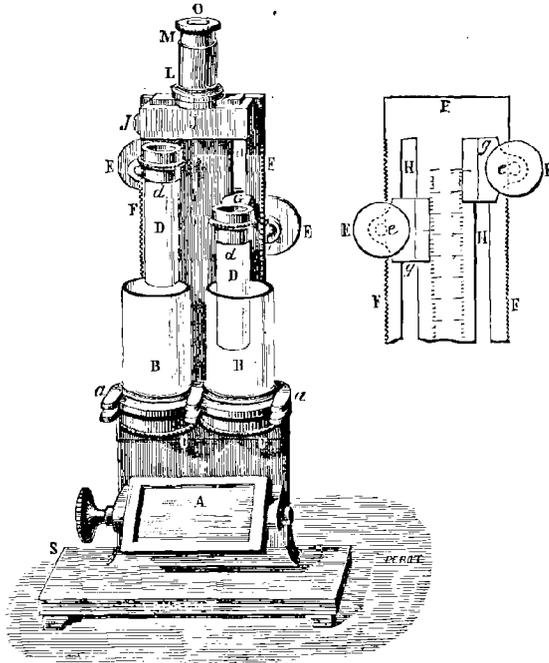


FIG. 93

D. Tubes en verre, fermés à leur partie inférieure par une glace bien parallèle au fond des tubes B, et à leur partie supérieure par une autre glace destinée à empêcher la poussière de tomber dans l'intérieur du tube. Ceci est très important pour le nettoyage. On a ainsi une sorte de piston plongeur transparent.

d Montures en cuivre se vissant dans les pièces G et portant les tubes D.

E Boutons molletés portant un pignon e et tournant dans les plaques à verniers g.

e Pignons engrenant avec les crémaillères fixes F.

F Crémaillères fixes taillées directement sur la platine P.

En tournant les boutons E, on fait engrener les pignons e avec les crémaillères fixes F, et par suite monter ou descendre les systèmes D, G, g.

G *Équerres mobiles* dans les glissières II. Elles portent en avant les pistons en verre D, et en arrière les plaques à verniers *g*.

*g* *Verniers* indiquant la hauteur des pistons D, c'est-à-dire la hauteur de la colonne liquide qui se trouve traversée par une lumière, entre le fond D et celui de B.

Quand D touche B, ils marquent zéro.

J *Boîte* renfermant le double prisme à réflexion totale K (fig. 94).

*j* *Petit verrou*.

K *Double prisme à réflexion totale* contenu dans la boîte J.

L *Tube oculaire fixe*.

M *Tube oculaire mobile* renfermant les 2 verres plans convexes, *m* et *n* formant loupe et le verre plan *o*. Il ne renverse pas les images.

Le verre *o* forme l'*ocille* oculaire et empêche la poussière de pénétrer dedans.

*p* *Diaphragme* divisé en deux parties par le prisme K.

On enfonce plus ou moins le tube M afin de voir nettement la ligne de séparation du diaphragme *p*.

P *Platine en cuivre* sur laquelle toutes les pièces sont fixées. Elle est attachée sur le socle S.

S *Socle en fonte de fer*, donnant de la stabilité de l'appareil.

*Marche de la lumière.*— La lumière diffuse, celle d'une lampe ou d'un brûleur monochromatique, après s'être réfléchi sur le miroir A, se sépare en 2 faisceaux (fig. 94) qui pénètrent séparément dans chacun des deux systèmes de tubes BB; le faisceau de droite se réfléchit deux fois dans la moitié de droite du prisme K, et pénètre dans l'oculaire *m*, *n*, suivant son axe, et n'affecte que la moitié droite du champ; le faisceau de gauche parcourt un chemin analogue et symétrique; il n'affecte que la moitié gauche du champ, de sorte que chacune des deux

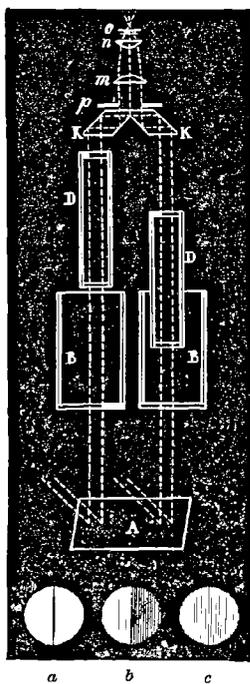


FIG. 94

moitiés du diaphragme *p* n'est éclairée que par le faisceau de lumière qui a traversé les tubes B et D correspondants.

Il ne faut pas une lumière vive; il est bon quelquefois de placer devant le miroir A un verre dépoli qui accompagne l'instrument.

*Usage de l'instrument.* — Cet instrument donne des *résultats relatifs*. On place le *liquide coloré type* dans le *tube B de gauche*, par exemple, et le *liquide à comparer* dans le *tube B de droite*, et l'on fait descendre les pistons D à la hauteur qui paraît la plus convenable pour l'appréciation, et qui dépend de la coloration des liquides, et l'on note la *division correspondant au liquide type*. On fait descendre les pistons D jusqu'à toucher les fonds de B; les verniers *g* marquent alors zéro. L'on regarde en *o*, et l'on déplace légèrement l'appareil sur lui-même, de manière à voir les deux demi-disques (fig. 94 a), *uniformément éclairés*.

On remarque la place du soie S, ou mieux on le fixe, soit par deux vis, soit dans un cadre, etc.; on *remonte le piston type gauche* à la hauteur déterminée plus haut, puis l'on tourne le bouton E de droite, de manière à obtenir l'égalité de tons, en faisant des oscillations de plus en plus petites, comme dans le saccharimètre.

Pour deux liquides, la *coloration est inversement proportionnelle à l'épaisseur* de la colonne liquide traversée par la lumière et *proportionnelle à la quantité de matière dissoute*.

Supposons que, dans notre essai, le liquide traité par le noir indique une hauteur de 14<sup>mm</sup>,8, et que celle du liquide primitif soit de 10 millimètres, on aura la proportion :

$$\frac{\text{Coloration du liquide filtré}}{\text{Coloration du liquide primitif}} = \frac{10^m}{14^m 8} = 0.676 \text{ ou } 67.6 \%,$$

c'est-à-dire que, la couleur primitive étant 100, il n'en est resté que 67,6 après le traitement par le noir dans les conditions indiquées; il y a donc  $100 - 67,6 = 32,4$  % de couleur absorbée par le noir.

Si l'on fait usage d'un colorimètre indiquant des valeurs constantes, tel que l'instrument de Stammer, à plaque de verre coloré, on fera séparément deux déterminations avec le liquide primitif et après traitement par le noir, on constatera la différence qu'on exprimera pour 100 de valeur du liquide primitif.

En faisant les mêmes essais avec des noirs différents, on obtiendra une comparaison de leurs pouvoirs décolorants; le mieux c'est de comparer le noir à essayer avec un noir neuf reconnu bon pour l'usage de l'usine.

## B. — Essai chimique de noir.

Quoique le noir animal contient toujours les mêmes éléments, sa composition chimique quantitative est très variable. Un bon noir neuf, ayant une humidité de 7 %, contient :

- De 7 à 8 %, carbone;
- De 2 à 4 %, silicates insolubles (sable, etc.);
- De 7 à 8 %, carbonate de chaux ( $\approx 3$  à 4 %  $\text{CO}_2$ ),
- De 70 à 75 %, phosphate de chaux ( $\approx 30$  à 33 %  $\text{P}_2\text{O}_5$ );
- De 0,2 à 0,3 %, Sulfate de chaux ( $\approx 0,1$  à 0,2 %  $\text{SO}_3$ );
- De 0,5 à 0,7 %, phosphate de fer et d'alumine;
- De 0,6 à 1 %, phosphate de magnésie;
- Ainsi que des traces de chlore et de fluor.

Le noir en travail contient beaucoup plus de carbonate de chaux, qu'on réduit à la quantité normale par un lavage à l'acide. Le dosage de carbonate de chaux doit, par conséquent, être effectué très fréquemment.

(a) — *Dosage du carbonate de chaux.* — Comme l'acide carbonique contenu dans le noir n'est combiné qu'avec la chaux, il suffit de doser celui-ci pour en conclure sur la quantité du carbonate de chaux. Ce dosage a été rendu très facile par une méthode volumétrique recommandée par *Scheibler*, ayant pour principe de mesurer le volume d'acide carbonique résultant de la décomposition en vases clos, par l'addition d'acide chlorhydrique, du carbonate de chaux contenu dans le noir essayé. L'acide carbonique recueilli à l'état gazeux est mesuré au moyen d'un appareil spécial appelé *Calcimètre*, dont il existe différents modèles (1), l'appareil primitif de *Scheibler* ayant subi plusieurs modifications.

(b) — *Explication théorique.* — Pour traduire le volume d'acide carbonique en poids (\*), il faut naturellement remplir toutes les conditions dont il y a lieu de tenir compte dans les essais gazométriques en général.

Le poids absolu d'un centimètre cube d'acide carbonique, à la température

1. Tels que les calcimètres de *Scheibler*, *Finckener*, de *Salleron* et *Pellet* ainsi que le nôtre.

2. Le calcimètre est employé également pour l'essai de n'importe quel carbonate industriel, comme nous le verrons dans le chapitre suivant.

de 0° C. et à la pression barométrique de 760 millimètres, est égal à 0,00198 grammes (*Berzelius* et *Dulong*), et la dilatation de ce gaz à la chaleur a pour coefficient 0,0037, par degré centigrade, du volume primitif à la température de 0° (*Régnault, Magnus*). Si l'on désigne donc :

par *G*, le poids cherché (en grammes) d'un volume déterminé d'acide carbonique ;

par *m*, le volume de l'acide carbonique indiqué par le tube gradué de l'appareil (*m* exprimera ce volume en centimètres cubes, l'appareil étant gradué de 0 à 25° = 100 c. cubes) ;

par *b*, la pression barométrique au moment de l'expérience ;

par *t*, la température en degrés centigrades ;

par *s*, la tension de la vapeur d'eau en millimètres, à cette température ; et enfin, par 0,8, le volume constant d'acide carbonique restant absorbé par la dissolution saline résultant de la décomposition,

le poids *G* du volume gazeux sera exprimé par la formule suivante :

$$G = \frac{(m + 0.8) 0.00198 (b - s)}{(1 + 0.0037 t) 760}$$

Si l'on néglige les oscillations barométriques qui n'exercent aucune influence appréciable sur les résultats, c'est-à-dire si l'on admet pour toutes les expériences une pression moyenne de 760 millimètres de mercure, la formule précédente devient susceptible d'une grande simplification qui permet de la traduire en tables supprimant tout calcul ; la nouvelle formule est

$$G = \frac{(m + 0.8) 0.000010421 (760 - s)}{1 + 0.0037 t}.$$

C'est d'après cette formule qu'a été calculée la table LI indiquant le poids du carbonate de chaux aux températures moyennes (de 14° à 28° C.).

(c) *Description du calcimètre.* — L'ancien appareil de Scheibler ayant été modifié à plusieurs reprises, nous donnerons ici la description du calcimètre préconisé par nous (\*), qui se distingue de tous les autres par sa grande simplicité. La division de l'échelle y est exactement celle de l'ancien calcimètre de Scheibler, de sorte que les tables calculées pour l'un peuvent également servir pour l'autre.

Notre calcimètre (\*), représenté par la figure 95, se compose des pièces suivantes :

1. Voir *Bulletin de l'Association des Chimistes* (du 15 novembre 1886) et *Journal des Fabricants de sucre* (du 20 avril 1887).

2. Construit par MM. Paul Rousseau et Cie, 17, rue Soufflot, Paris.

A, éprouvette en verre, à pied solide, ayant une tubulure dans sa partie inférieure ; elle est fermée dans sa partie supérieure par un bouchon en liège, percé de deux trous, dont l'un donne passage au tube mesureur B, tandis que l'autre porte un petit tube H pour en faire échapper l'air.

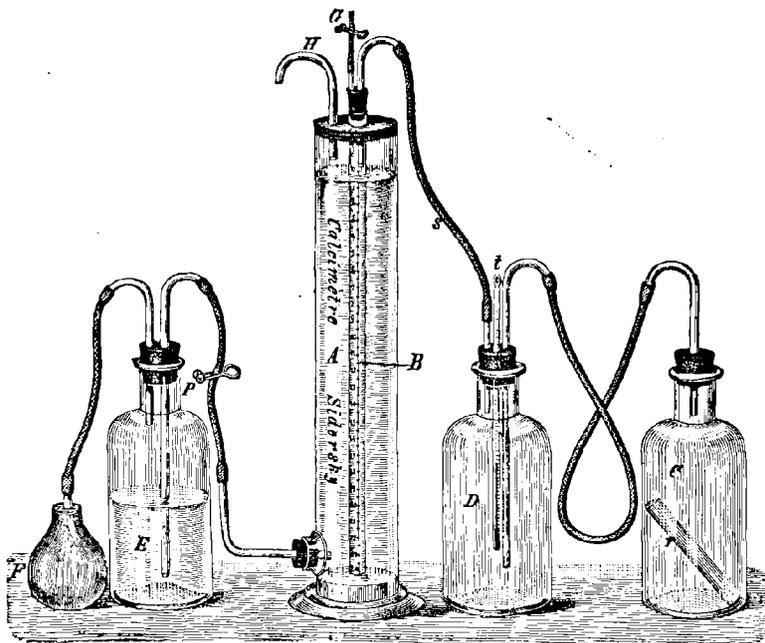


FIG. 95

B, tube mesureur divisé en  $25^{\circ}$  et dixièmes de degré, correspondant à 100 c. cubes. Soit  $1^{\circ} = 4$  c. cubes ou  $0^{\circ}1 = 0,4$  c. cubes. Ce tube mesureur est ouvert inférieurement et fermé à son extrémité supérieure par un bouchon en caoutchouc donnant passage à deux tubes : l'un, courbé, communique avec le flacon D par un tube en caoutchouc *s*, et l'autre, droit et court, est muni d'un tube en caoutchouc serré par une pince de Mohr G. Le tube mesureur B est plongé dans l'éprouvette A et fixé dans le bouchon en liège qui ferme l'éprouvette.

C, flacon-laboratoire dans lequel on introduit la matière soumise à l'analyse ; il est fermé hermétiquement par un bouchon en caoutchouc percé d'un trou donnant passage à un petit tube en verre qui communique avec le flacon D par un long tube en caoutchouc. Dans l'intérieur du flacon C se trouve un petit tube *r*, en verre ou en caoutchouc, que l'on remplit

avec de l'acide chlorhydrique nécessaire pour la décomposition de la matière analysée.

D, flacon servant d'accumulateur pour le gaz dégagé ; il est fermé d'un bouchon en caoutchouc ayant trois trous, dont l'un porte un tube en verre descendant presque au fond du flacon et dont l'extrémité supérieure communique avec le flacon C, l'autre donne passage à un petit thermomètre *t* indiquant la température du gaz dégagé et le troisième trou porte un tube en verre court, muni d'un tube en caoutchouc bien long qui communique avec le tube mesureur B.

E, flacon-réservoir rempli d'eau, dont le bouchon en caoutchouc donne passage à un tube communiquant avec la tubulure en bas de l'éprouvette A, communication qui est fermée ordinairement par la pince Mohr *p* ; dans l'autre trou passe un petit tube courbé muni d'un tube en caoutchouc portant une poire à presser F.

L'éprouvette A, ainsi que les flacons C, D et E, sont placés tout simplement sur la table du laboratoire, n'exigeant aucun support spécial ; les autres pièces se maintiennent par la combinaison de l'ensemble comme l'indique la figure 95.

(*d*) *Essai de noir*. — Le noir à essayer étant réduit en poudre impalpable, on en pèse exactement 1 gr. 70 (<sup>1</sup>), dans une petite capsule ou dans un petit creuset en porcelaine. On introduit ce poids, sans perte, dans le flacon-laboratoire C, puis on y place avec soin le petit tube *r*, rempli de 10 cubes d'acide chlorhydrique étendu, de façon à ne pas le renverser. On peut supprimer le tube *r* en versant d'abord l'acide avec une pipette et en introduisant la matière pesée dans un petit creuset de porcelaine. On ferme alors le flacon C, on ouvre les pinces Mohr G et *p* et l'on fait monter l'eau dans A et B jusqu'au zéro de la graduation du B et on lâche immédiatement les deux pinces Mohr. On prend alors le flacon C entre les doigts, on l'incline pour renverser le contenu du petit tube *r* sur la matière analysée, laquelle se dissout en dégageant l'acide carbonique. On agite le flacon pour accélérer la décomposition. Le gaz dégagé entre dans l'accumulateur D en chassant l'air de ce flacon dans le tube mesureur B. On ouvre la pince Mohr *p* pour faire descendre le niveau d'eau dans l'éprouvette A, afin de le mettre en coïncidence avec le niveau d'eau dans le tube mesureur B. Le gaz à me-

1. On a préconisé ce poids normal parce qu'alors le volume de gaz dégagé à la température normale de 15° C. exprime en même temps les tant pour 100 de carbonate de chaux.

TABLEAU LI

donnant les tant pour 100 de carbonate de chaux dans le noir animal (en opérant sur le poids normal de 1 gr. 700).  
 Pour l'essai spécial de noir animal.

Volume du gaz dégagé	Carbonate de chaux contenu dans 100 parties du noir animal soumis à l'analyse, le gaz carbonique étant mesuré à la température de :																								
	12 C.	13 C.	14 C.	15 C.	16 C.	17 C.	18 C.	19 C.	20 C.	21 C.	22 C.	23 C.	24 C.	25 C.	26 C.	27 C.	28 C.	29 C.	30 C.						
1	0.80	0.80	0.79	0.79	0.79	0.79	0.78	0.78	0.77	0.77	0.76	0.76	0.76	0.75	0.75	0.74	0.74	0.74	0.73	0.73					
2	1.88	1.87	1.86	1.86	1.85	1.84	1.83	1.82	1.81	1.80	1.79	1.79	1.79	1.78	1.77	1.76	1.75	1.74	1.73	1.72					
3	2.95	2.94	2.92	2.91	2.90	2.89	2.87	2.86	2.85	2.83	2.82	2.80	2.79	2.77	2.76	2.74	2.73	2.72	2.71	2.71					
4	4.01	4.00	3.98	3.96	3.94	3.93	3.91	3.89	3.87	3.85	3.83	3.81	3.79	3.77	3.75	3.73	3.71	3.70	3.68	3.68					
5	5.07	5.05	5.03	5.00	4.98	4.96	4.93	4.91	4.89	4.86	4.84	4.81	4.79	4.76	4.74	4.71	4.69	4.67	4.65	4.65					
6	6.11	6.09	6.06	6.03	6.01	5.98	5.95	5.92	5.89	5.86	5.83	5.81	5.78	5.75	5.71	5.68	5.65	5.63	5.61	5.61					
7	7.14	7.12	7.09	7.06	7.02	6.99	6.96	6.92	6.89	6.86	6.82	6.79	6.75	6.72	6.68	6.65	6.61	6.58	6.56	6.56					
8	8.17	8.14	8.11	8.07	8.03	8.00	7.96	7.92	7.88	7.84	7.80	7.76	7.72	7.68	7.64	7.60	7.56	7.53	7.40	7.40					
9	9.19	9.16	9.12	9.07	9.03	8.99	8.95	8.90	8.86	8.82	8.77	8.73	8.68	8.64	8.59	8.55	8.50	8.46	8.42	8.42					
10	10.20	10.16	10.12	10.07	10.02	9.98	9.93	9.88	9.83	9.79	9.73	9.68	9.63	9.58	9.53	9.48	9.43	9.39	9.34	9.34					
11	11.20	11.15	11.10	11.05	11.00	10.95	10.89	10.84	10.79	10.74	10.68	10.63	10.57	10.52	10.46	10.41	10.35	10.30	10.25	10.25					
12	12.20	12.15	12.09	12.03	11.98	11.92	11.87	11.81	11.75	11.69	11.64	11.58	11.52	11.46	11.40	11.33	11.27	11.22	11.16	11.16					
13	13.20	13.14	13.08	13.02	12.96	12.90	12.84	12.78	12.72	12.65	12.59	12.53	12.46	12.40	12.33	12.26	12.20	12.14	12.07	12.07					
14	14.20	14.14	14.07	14.01	13.94	13.88	13.81	13.75	13.68	13.61	13.54	13.48	13.41	13.34	13.26	13.19	13.12	13.05	12.99	12.99					
15	15.20	15.13	15.06	14.99	14.92	14.85	14.78	14.71	14.61	14.57	14.50	14.42	14.35	14.27	14.20	14.12	14.04	13.97	13.90	13.90					
16	16.20	16.13	16.05	15.98	15.91	15.83	15.76	15.68	15.61	15.53	15.45	15.37	15.29	15.21	15.13	15.05	14.97	14.89	14.81	14.81					
17	17.20	17.12	17.04	16.97	16.89	16.81	16.73	16.65	16.57	16.49	16.41	16.32	16.24	16.15	16.07	15.98	15.89	15.81	15.72	15.72					
18	18.20	18.12	18.03	17.95	17.87	17.79	17.70	17.62	17.53	17.45	17.36	17.27	17.18	17.09	17.00	16.91	16.82	16.73	16.63	16.63					
19	19.20	19.11	19.03	18.94	18.85	18.76	18.67	18.59	18.50	18.40	18.31	18.22	18.13	18.03	17.94	17.84	17.74	17.61	17.55	17.55					
20	20.20	20.11	20.02	19.93	19.83	19.74	19.65	19.55	19.46	19.36	19.27	19.17	19.07	18.97	18.87	18.77	18.66	18.56	18.46	18.46					
21	21.20	21.10	21.01	20.91	20.81	20.72	20.62	20.52	20.42	20.32	20.22	20.12	20.01	19.91	19.80	19.70	19.59	19.48	19.37	19.37					
22	22.20	22.10	22.00	21.90	21.80	21.70	21.59	21.49	21.39	21.28	21.17	21.07	20.96	20.85	20.74	20.63	20.51	20.40	20.28	20.28					
23	23.20	23.09	22.99	22.88	22.78	22.67	22.56	22.46	22.35	22.24	22.13	22.02	21.90	21.79	21.67	21.55	21.44	21.31	21.21	21.21					
24	24.20	24.09	23.98	23.87	23.76	23.65	23.54	23.43	23.31	23.20	23.08	22.97	22.85	22.73	22.61	22.48	22.36	22.23	22.12	22.12					
25	25.20	25.08	24.97	24.86	24.74	24.63	24.51	24.39	24.28	24.16	24.04	23.91	23.79	23.67	23.54	23.41	23.28	23.15	23.02	23.02					

surer se trouve alors sous la pression atmosphérique et son volume est donné par le tube mesureur B. On observe alors la température sur le petit thermomètre *t* plongé dans le flacon accumulateur D et l'on cherche dans la table LI le poids correspondant de carbonate de chaux pour cent de noir essayé.

Au lieu de peser 1 gr. 70 et de se servir de la table LI, on peut peser n'importe quel poids de noir (mais pas au-dessus de 4 gr. 50), décomposer par l'acide, observer le volume de gaz dégagé qu'on additionnera de 0,8, pour tenir compte de l'acide chlorhydrique restant en dissolution dans le liquide salin (dans C), et calculer le poids de carbonate de chaux au moyen de la table LIII, dans le chapitre suivant (p. 387).

(e) *Observations.* — L'acide chlorhydrique employé pour la décomposition n'a pas besoin d'être chimiquement pur. On peut prendre de l'acide chlorhydrique de commerce, que l'on étend avec la moitié de son volume d'eau distillée ; on a alors un acide d'environ 1,120 de densité, ce qui convient le mieux pour faire la décomposition. On fera bien d'y dissoudre quelques cristaux de sulfate de cuivre, afin d'éviter un dégagement d'hydrogène sulfuré par suite de la décomposition du sulfure de calcium contenu dans le noir et qui aurait été compté comme étant de l'acide carbonique.

L'eau contenue dans l'éprouvette A et le flacon-réservoir E doit être bien claire et l'on fera bien de la renouveler souvent. De cette façon, le tube mesureur qui est entouré d'eau n'est guère influencé par quelque changement dans la température ambiante durant l'essai, et le volume du gaz dégagé est alors observé avec plus de précision. C'est là un des nombreux avantages qu'offre spécialement notre calcimètre.

### C. — Analyse complète du noir.

(1) L'eau et le *carbonate de chaux* sont dosés comme il a été indiqué plus haut.

(2) *Carbone, sable, etc.* — 10 grammes de noir réduit en poudre impalpable sont introduits, avec un peu d'eau, dans un verre de Bohême, on ajoute de l'acide chlorhydrique en excès et l'on chauffe pendant 30 minutes, en plaçant le verre dans un bain-marie. De cette manière on dissout complètement tous les éléments contenus dans le noir, sauf le charbon et les silicates insolubles. On verse le tout sur un petit filtre taré, on lave le résidu

avec de l'eau chaude jusqu'à la disparition de toute réaction acide, on introduit le filtre humide dans un petit dessiccateur (fig. 96) qu'on place dans une étuve, on dessèche à la température de 120° C., et l'on pèse avec le dessiccateur. En retranchant du poids total la tare du dessiccateur avec le filtre, on aura le poids de *carbone et sable* en bloc. On introduit ensuite le filtre dans un creuset en platine, on calcine le contenu, on laisse refroidir et l'on pèse de nouveau ; en retranchant la tare du creuset, on a le poids de *silicates insoluble ou sable*, que l'on retranche du chiffre trouvé précédemment pour avoir le poids de *carbone*.



Le liquide filtré de l'opération précédente, additionné des eaux de lavage du filtre, est ramené à un volume de 500 c. cubes et employé aux dosages suivants.

(3) *Sulfate de chaux*. — 50 c. cubes de liquide résultant de l'opération précédente, correspondant à 1 gramme de noir, est porté à l'ébullition, additionné d'un peu de chlorure de baryum, filtré à chaud et le précipité de sulfate de baryte est recueilli sur un petit filtre, lavé à l'eau légèrement acidulée, séché, calciné et pesé ; on multiplie par 0,5862 pour avoir le poids (ou par 58,62 pour avoir les tant pour cent) de sulfate de chaux.

(4) *Sulfure de calcium*. — Il arrive souvent que le noir contient des sulfures qui, au contact avec un acide, donnent de l'hydrogène sulfuré. Le dosage quantitatif se fait de la manière suivante :

Un poids déterminé de noir en poudre est introduit dans un vase de Bohême, on y ajoute de l'eau et un peu de *chlorure de cuivre* et l'on mélange avec une baguette pour rendre la masse homogène ; on ajoute alors de l'acide chlorhydrique pour dissoudre le noir, on chauffe, on filtre le résidu et on lave, tout à fait comme dans le dosage de carbone et de sable. Ce résidu contient du *sulfure de cuivre (CuS)* insoluble, résultant de la décomposition du sulfure de chaux en présence de cuivre. On introduit ensuite le filtre et le résidu dans un verre de Bohême, on y ajoute un peu de chlorate de potasse et l'on chauffe jusqu'à l'ébullition, afin de transformer le sulfure insoluble en *sulfate de cuivre soluble* ; on filtre de nouveau, on lave, on ajoute au liquide filtré du chlorure de baryum, afin de précipiter l'acide sulfurique

formé, on calcine le sulfate de baryte qu'on pèse et l'on multiplie avec 0,3089 pour avoir le poids du sulfure de calcium (CaS).

(5) *Sesquioxydes de fer et d'alumine.* — 50 c. cubes du liquide filtré résultant du dosage de carbone (2), correspondant à 1 gramme de noir, sont additionnés d'ammoniaque en excès, afin de précipiter les *sesquioxydes de fer et d'alumine*. On réunit le précipité sur un filtre, on lave à l'eau chaude, on dessèche, on calcine et l'on pèse.

(6) *Chaux.* — Dans le liquide filtré résultant de l'opération précédente, on ajoute de l'acide acétique et l'on précipite la chaux par l'exalate d'ammoniaque, on filtre, on lave à l'eau chaude, on calcine dans la flamme d'un chalumeau et l'on pèse la *chaux vive* qui en résulte.

(7) *Magnésie.* — Le liquide filtré résultant de l'opération précédente contient tout l'acide phosphorique et un peu de magnésie ; on le rend alcalin par l'ammoniaque et la magnésie est précipitée à l'état de phosphate ; on filtre, on lave le précipité à l'eau ammoniacale, on calcine, on pèse et l'on multiplie le poids trouvé par 0,36 pour avoir le poids de la magnésie (MgO). Il est cependant plus pratique de porter dans l'analyse la magnésie comme phosphate.

(8) *Acide phosphorique.* — On peut doser l'acide phosphorique dans le liquide filtré de l'opération précédente, en y ajoutant de la liqueur magnésienne, filtrer, calciner, peser le pyrophosphate de magnésie et multiplier le résultat par 0,64. Cependant ce dosage n'est effectué que dans l'essai de noir hors d'usage, afin d'en constater sa valeur comme engrais ; on emploie dans ce cas la méthode au molybdate d'ammoniaque, dont on trouvera la description dans les ouvrages consacrés aux analyses d'engrais chimiques.

---

## XXVI

### **Essai de calcaires, de chaux vive et de lait de chaux**

La chaux est employée en sucrerie pour la défécation des jus et dans la sucraterie pour former du sucrate de chaux. Ordinairement, la production de la chaux a lieu dans les usines mêmes, où l'on calcine des pierres calcaires dans un four spécial permettant d'en recueillir l'acide carbonique à l'état de gaz utilisé pour la carbonatation des jus ; on a ainsi de la chaux

frûchement calcinée qui se prôte trôs bien à l'hydratisation et à la préparation du lait de chaux.

Pour avoir de la chaux vive ou du lait de chaux d'une pureté suffisante, il est nécessaire de choisir des pierres calcaires trôs riches en carbonate de chaux et ne renfermant, par conséquent, que peu d'impuretés ; par une calcination bien conduite, on obtient de la chaux vive qui ne contient presque rien d'acide carbonique. Pour se rendre compte de la pureté des pierres calcaires, on en fait l'analyse au fur et à mesure de leur arrivée à l'usine, avant la fabrication, la chaux vive ou le lait de chaux est examiné durant la marche du four, c'est-à-dire pendant la fabrication même, en répétant l'analyse aussi souvent que possible. En sucrerie on emploie du lait de chaux d'une certaine densité ; en sucraterie, notamment pour le procédé Steffen, on fait usage de la chaux vive réduite en poudre trôs fine. L'analyse se portera donc sur l'un ou l'autre de ces produits selon leur usage, et comprendra principalement le dosage de la chaux caustique et de la chaux à l'état de carbonate.

#### A. — Pierres calcaires

(1) *Prise d'échantillon.* — On prend un grand nombre de pierres calcaires, au déchargement d'un wagon, on les concasse en petits morceaux qu'on mélange aussi bien que possible et l'on en prend une poignée qu'on réduit ensuite, dans un mortier, en poudre impalpable.

(2) *Humidité.* — 5 grammes de matière réduite en poudre fine, pesés dans une petite capsule, sont desséchés, durant 2 heures dans une étuve chauffée à 120° C. ; on pèse de nouveau et la perte en poids représente l'eau contenue dans la matière primitive.

(3) *Carbonate de chaux.* — Ce dosage peut être effectué de trois manières différentes, sans compter la méthode générale basée sur la précipitation de la chaux à l'état d'exalate, suivie généralement dans les analyses minérales et qui exige beaucoup de temps ; les trois méthodes que nous allons décrire sont toutes basées sur le dosage de l'acide carbonique.

##### (a) *Dosage pondéral.*

On emploie pour ce dosage un petit appareil représenté par la figure 97 (dont il existe un grand nombre de modèles différents), composé d'un

petit ballon qui reçoit la matière par une tubulure latérale bouchée à l'émeri, d'une pipette contenant de l'acide chlorhydrique étendue, communiquant avec l'intérieur du ballon par un petit robinet et d'une autre pipette remplie d'acide sulfurique concentré, pour donner passage à l'acide carbonique mis en liberté par la décomposition du carbonate. On pèse d'abord l'appareil vide, puis on ouvre le bouchon du ballon et l'on introduit, au moyen d'un petit entonnoir, un peu de matière en poudre, on ferme le bouchon et l'on pèse de nouveau, afin d'avoir par différence le poids de la matière. On ouvre ensuite le petit robinet, d'abord très peu, afin de faire descendre un peu d'acide chlorhydrique sur la matière ; aussitôt commence la décomposition de la matière et l'acide carbonique qui se dégage traverse une couche d'acide sulfurique concentré, afin d'y abandonner les vapeurs d'eau qu'il aurait entraîné avec lui. Lorsqu'une partie de matière est déjà décomposée et le dégagement de l'acide carbonique a ralenti, on ouvre davantage le petit robinet pour faire descendre dans le ballon une nouvelle quantité d'acide chlorhydrique, jusqu'à décomposition complète de la matière. Alors on chauffe légèrement, sur un bain de sable, le petit ballon, afin d'en expulser l'acide carbonique qui reste en dissolution dans le liquide. On laisse refroidir, on pèse de nouveau, on en retranche le poids de l'appareil vide, et l'on a le poids de la matière décomposée. La perte en poids, c'est-à-dire la différence de poids de la matière avant et après la décomposition, indique la quantité d'acide carbonique qu'on établit % de matière.

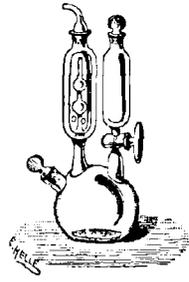


FIG. 97.

Celui-ci, multiplié par 2,27, donne le carbonate de chaux contenu dans la matière.

*Exemple :*

Poids de l'appareil avec matière . . . . .	86 <sup>gr</sup> ,728
— — vide . . . . .	85 <sup>gr</sup> ,096
— de la matière. . . . .	<u>1<sup>gr</sup>,632</u>
Poids de l'appareil avant la décomposition . . . . .	86 <sup>gr</sup> ,728
— — après — . . . . .	86 <sup>gr</sup> ,057
Poids de l'acide carbonique dégagé. . . . .	<u>0<sup>gr</sup>,671</u>

= 41.16 % de matière.

$$41,16 \times 2,27 = 93,43 \text{ \% carbonate de chaux (').}$$

(b) *Dosage volumétrique.*

On fait usage du *calcimètre* décrit dans le chapitre précédent, en opérant sur 0 gr. 25 à 0 gr. 50 de matière réduite en poudre fine. On décompose la matière par l'acide chlorhydrique, on observe le volume du gaz dégagé, qu'on additionne de 0,8 pour tenir compte du volume de gaz restant dissout dans le liquide salin, et l'on recherche dans la table LII le poids correspondant d'acide carbonique, ou, dans la table LIII, celui de carbonate de chaux.

*Exemple.* — 0 gr. 500 de calcaire en poudre ont donné un volume de gaz de 24°6 à la température de 16° C.  $24,6 + 0,8 = 25,4$ , correspondant (à 16° c.) à 0 gr. 423956 de carbonate de chaux, d'après la table LIII, soit 84,79 \% de calcaire ; ou à 0 gr. 187542 d'acide carbonique, d'après la table LII, soit 37,51 \% de matière.

Les tables LII et LIII peuvent être employés aussi bien pour le *calcimètre* primitif de Scheibler que pour le nôtre, la division de l'échelle étant la même dans les deux appareils.

(c) *Dosage alcalimétrique.*

On pèse sur un verre de montre taré environ 0 gr. 50 de calcaire réduit en poudre très fine qu'on introduit sans perte dans un matras. On ajoute 20 c. cubes d'acide chlorhydrique normal (à l'équivalent), on place un petit entonnoir dans l'orifice du matras et l'on agite celui-ci pour bien dissoudre la matière. Il se dégage du gaz carbonique et toute la chaux se combine avec l'acide pour former du chlorure de calcium. Vers la fin on chauffe le matras pour en chasser l'acide carbonique retenu dans le liquide ; les vapeurs d'eau sont condensées en grande partie sur les parois de l'entonnoir qu'on lave ensuite avec un jet d'eau, de façon à éviter la moindre perte en acide. On

1. De la même manière on dosera n'importe quel carbonate ; connaissant le poids de l'acide carbonique, on le multipliera par un des coefficients suivants pour avoir le poids de carbonate, sachant que :

1 gr. acide carbonique (CO <sub>2</sub> )	=	3,14	carbonate de potasse (K <sup>2</sup> CO <sub>3</sub> ).
—	—	— = 2,41	— soude (Na <sup>2</sup> CO <sub>3</sub> ).
—	—	— = 2,27	— chaux (CaCO <sub>3</sub> ).
—	—	— = 4,48	— baryte (BaCO <sub>3</sub> ).
—	—	— = 3,35	— strontiane (SrCO <sub>3</sub> ).
—	—	— = 1,91	— magnésie (MgCO <sub>3</sub> ).

TABLE LII  
*donnant le poids de l'acide carbonique*  
 Pour essais de toutes sortes de carbonates.

Volume du gaz additionné de 0,8	Poids de l'acide carbonique (exprimé en grammes) correspondant à son volume observé, qu'il faut augmenter de 0,8, volume constant du gaz en solution (à la pression de 760 mm et différentes températures)																			
	14° C. Gr.	15° C. Gr.	16° C. Gr.	17° C. Gr.	18° C. Gr.	19° C. Gr.	20° C. Gr.	21° C. Gr.	22° C. Gr.	23° C. Gr.	24° C. Gr.	25° C. Gr.	26° C. Gr.	27° C. Gr.	28° C. Gr.					
1	0.007412	0.007378	0.007344	0.007310	0.007275	0.007241	0.007206	0.007170	0.007134	0.007098	0.007062	0.007025	0.006987	0.006950	0.006911					
2	0.014824	0.014756	0.014688	0.014620	0.014551	0.014481	0.014411	0.014340	0.014269	0.014196	0.014123	0.014050	0.013975	0.013899	0.013822					
3	0.022236	0.022134	0.022072	0.021930	0.021826	0.021722	0.021617	0.021510	0.021403	0.021295	0.021185	0.021074	0.020962	0.020849	0.020733					
4	0.029648	0.029513	0.029377	0.029240	0.029102	0.028963	0.028822	0.028680	0.028537	0.028393	0.028247	0.028099	0.027950	0.027798	0.027645					
5	0.037060	0.036891	0.036721	0.036549	0.036377	0.036203	0.036028	0.035851	0.035672	0.035491	0.035309	0.035124	0.034937	0.034748	0.034556					
6	0.044472	0.044269	0.044065	0.043859	0.043652	0.043444	0.043233	0.043021	0.042806	0.042589	0.042370	0.042149	0.041914	0.041697	0.041487					
7	0.051884	0.051647	0.051407	0.051169	0.050928	0.050684	0.050439	0.050191	0.049941	0.049688	0.049432	0.049173	0.048912	0.048647	0.048378					
8	0.059295	0.059025	0.058753	0.058479	0.058203	0.057925	0.057644	0.057361	0.057075	0.056786	0.056494	0.056198	0.055899	0.055596	0.055289					
9	0.066707	0.066403	0.066097	0.065789	0.065478	0.065165	0.064850	0.064531	0.064209	0.063884	0.063555	0.063223	0.062886	0.062546	0.062200					
10	0.074119	0.073781	0.073441	0.073099	0.072754	0.072406	0.072055	0.071701	0.071344	0.070982	0.070617	0.070248	0.069874	0.069495	0.069111					
20	0.178239	0.177563	0.176883	0.176198	0.175508	0.174812	0.174110	0.173402	0.172687	0.171965	0.171234	0.170495	0.169748	0.168990	0.168223					

TABLE LIII

donnant le poids du carbonate de chaux

Pour essais de calcaires et de toute autre matière contenant du carbonate de chaux.

Poids du carbonate de chaux (en grammes), correspondant au volume du gaz dégagé, qu'il faut augmenter de 0,8, volume constant du gaz carbonique restant en solution (à la pression de 760  $m^m$  et différentes températures)

Volume du gaz additionné de 0,8	14° C.		15° C.		16° C.		17° C.		18° C.		19° C.		20° C.		21° C.		22° C.		23° C.		24° C.		25° C.		26° C.		27° C.		28° C.				
	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.	Gr.																		
1	0.016845	0.016769	0.016691	0.016613	0.016535	0.016456	0.016376	0.016296	0.016214	0.016132	0.016049	0.015965	0.015880	0.015794	0.015707																		
2	0.033691	0.033537	0.033382	0.033227	0.033070	0.032912	0.032752	0.032591	0.032429	0.032265	0.032099	0.031931	0.031761	0.031589	0.031414																		
3	0.050536	0.050306	0.050074	0.049840	0.049605	0.049368	0.049129	0.048887	0.048643	0.048397	0.048148	0.047896	0.047641	0.047383	0.047121																		
4	0.067381	0.067074	0.066765	0.066453	0.066140	0.065824	0.065505	0.065183	0.064858	0.064529	0.064197	0.063862	0.063522	0.063177	0.062828																		
5	0.084227	0.083843	0.083456	0.083067	0.082675	0.082280	0.081881	0.081479	0.081072	0.080662	0.080247	0.079827	0.079402	0.078972	0.078536																		
6	0.101072	0.100611	0.100147	0.099680	0.099210	0.098735	0.098257	0.097774	0.097286	0.096794	0.096296	0.095792	0.095282	0.094766	0.094243																		
7	0.117917	0.117380	0.116838	0.116293	0.115743	0.115191	0.114633	0.114070	0.113501	0.112926	0.112346	0.111758	0.111163	0.110560	0.109950																		
8	0.134762	0.134148	0.133530	0.132906	0.132280	0.131637	0.131010	0.130366	0.129715	0.129058	0.128394	0.127723	0.127043	0.126354	0.125657																		
9	0.151608	0.150919	0.150221	0.149520	0.148815	0.148103	0.147386	0.146661	0.145930	0.145191	0.144444	0.143689	0.142924	0.142149	0.141364																		
10	0.168453	0.167685	0.166912	0.166133	0.165350	0.164559	0.163762	0.162957	0.162144	0.161323	0.160493	0.159654	0.158804	0.157943	0.157071																		
20	0.336906	0.335570	0.334226	0.332868	0.331490	0.329118	0.327524	0.325914	0.324288	0.322616	0.320986	0.319308	0.317608	0.315886	0.314142																		

ajoute ensuite un peu de lacmoïde ou tout autre pigment servant comme témoin alcalimétrique, et l'on titre le reste de l'acide avec une liqueur alcaline équivalente à l'acide employé. La différence entre les volumes des deux liqueurs titrées, exprimée en centimètres cubes et multipliée par 0,05 donnera le carbonate de chaux contenu dans la matière.

*Exemple.* — On a pesé 0 gr. 500 de matière, ajouté 20 c. cubes d'acide chlorhydrique normal et titré avec 11,3 c. cubes de liqueur sodique normale ;  $20 - 11,3 = 8,7$  ;  $8,7 \times 0,05 = 0$  gr. 435  $\text{CaCO}_3$ , soit 87,00 % de carbonate de chaux.

En sucrerie on se sert souvent d'un acide titré de la sorte que 1 c. cube = 0 gr. 01 d'azote (à l'état d'ammoniaque). Cet acide a l'avantage de servir également pour les dosages de la chaux (C a O), car 1 c. cube d'acide azotométrique = 0 gr. 02 (C a O). Pour avoir le carbonate de chaux ( $\text{CaCO}_3$ ), il faut multiplier par 0,0357 le nombre de centimètres cubes d'acide usé pour la décomposition du carbonate.

Pour la plupart des cas, les dosages d'humidité et de carbonate de chaux suffisent parfaitement pour juger de la valeur industrielle des pierres calcaires ; pour faire une analyse complète l'on dosera encore le sable, l'acide silicique soluble, sesquioxydes de fer et d'alumine, sulfate de chaux, magnésie et alcalins.

(4) *Sable, acide silicique soluble et sesquioxydes de fer et d'alumine.* On traite avec de l'acide chlorhydrique étendu 1 gramme de matière réduite en poudre, on chauffe pour chasser complètement l'acide carbonique, on verse le liquide acide sur un petit filtre, on lave le résidu à l'eau chaude, qu'on dessèche, calcine et pèse ; on a ainsi les *silicates insolubles* (sable).

Le liquide filtré, recueilli dans une capsule en porcelaine, est évaporé à sec et chauffé légèrement, afin d'en chasser l'excès d'acide chlorhydrique ; l'acide silicique devient alors insoluble, on le reprend avec de l'eau chaude, on filtre, on calcine le résidu que l'on pèse ; on a ainsi le poids de *l'acide silicique soluble*.

Le liquide filtré est additionné d'ammoniaque en excès, qui précipite les *sesquioxydes de fer et d'alumine*, qu'on recueille sur un filtre ; on lave le précipité qu'on dessèche, qu'on calcine et qu'on pèse.

(5) *Sulfate de chaux.* Le liquide filtré, provenant des opérations précédentes, est divisé en deux parties égales, dont l'une est employée au dosage du sulfate de chaux. Dans ce but, on ajoute de l'acide chlorhydrique jusqu'à

réaction acide, on porte le liquide à l'ébullition, on ajoute du chlorure de baryum en excès, afin de précipiter l'acide sulfurique, on chauffe de nouveau, on filtre, on lave le précipité à l'eau chaude, on calcine, on pèse le sulfate de baryte qu'on multiplie par 0,5832 pour avoir le *sulfate de chaux*.

(6) L'autre moitié de liquide filtré est additionnée d'oxalate d'ammoniaque en excès qui précipite toute la chaux, on filtre et on lave. On peut calciner le précipité pour doser la chaux, si l'on y tient ; mais cela est inutile, la chaux étant déjà dosée par les méthodes indiquées plus haut. Le liquide filtré est additionné de phosphate de soude qui précipite la magnésie, on lave le précipité à l'eau ammoniacale, on calcine, on pèse le pyrophosphate de magnésie qu'on multiplie par 0,3602 pour avoir le poids de la *magnésie* (MgO).

(7) *Dosage des alcalins*. 2 grammes de calcaire en poudre sont décomposés par l'acide chlorhydrique et le liquide est aussitôt additionné de carbonate d'ammoniaque en excès, jusqu'à la précipitation complète de chaux et de magnésie ; on filtre et on lave à l'eau chaude. Le liquide filtré est évaporé à sec ; on reprend le résidu avec un peu d'eau, on filtre de nouveau, on évapore le liquide dans une petite capsule de platine, on pèse le résidu composé de chlorures alcalins ; on reprend le résidu avec de l'eau chaude, on ajoute un peu de chromate neutre de potasse, on titre le chlore avec une solution titrée de nitrate d'argent, on retranche le poids du chlore du poids total du résidu, et la différence est alors additionnée d'un poids d'oxygène équivalant au chlore (en multipliant celui-ci par 0,225). On a ainsi le poids des alcalins exprimés en oxydes.

## B. — Chaux vive.

(1) *Essai physique*. Un morceau de chaux vive est trempé dans de l'eau froide, retiré aussitôt et posé sur une planche. Si la chaux est bien et fraîchement calcinée, l'hydratation se produit aussitôt ; la masse s'échauffe, dégage des vapeurs et retombe d'elle-même en poudre. Si la chaux n'est pas fraîchement calcinée, l'hydratation ne commence que quelque temps après ; lorsqu'il y a des morceaux durs mêlés à la poudre de l'hydratation, c'est signe que la chaux n'est pas complètement calcinée.

(2) *Dosage de chaux totale et de chaux hydratée*. — Un poids connu

de chaux vive est traité avec un peu d'eau dans une capsule de porcelaine et, l'hydratisation terminée, on ajoute de l'eau pour former une sorte de bouillie qu'on rend homogène par l'agitation à l'aide d'une baguette, et l'on pèse le tout, afin de constater le rapport de la bouillie à la matière primitive.

On prend ensuite un poids déterminé de cette bouillie qu'on traite avec de l'acide chlorhydrique normale en excès, en suivant la méthode (c), recommandée plus haut pour le dosage du carbonate de chaux dans les calcaires. On titre l'excès d'acide avec une liqueur alcaline et la différence, exprimée en centimètres cubes d'acide normal, est multipliée par 0,028, pour avoir la *chaux totale*.

Une deuxième quantité déterminée de bouillie est additionnée d'environ 60 c. cubes d'une solution saturée de sucre raffiné, et l'on triture le tout dans un mortier ; toute la chaux vive se dissout sans difficulté. On verse le tout dans un matras jaugé de 200 c. cubes qu'on remplit avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, l'on agite et l'on filtre ; 100 c. cubes de liquide, correspondant à la moitié du poids de bouillie, est titré directement avec de l'acide chlorhydrique normal, en employant le lacmoïde ou le tournesol comme indicateur ; on multiplie les centimètres cubes d'acide normal par 0,056 ( $2 \times 0.028$ ) et on a la *chaux vive* contenue dans un poids déterminé de bouillie.

Connaissant le rapport entre la bouillie et la matière primitive, il est aisé de trouver par calcul les tant pour 100 de chaux vive.

On peut faire les deux dosages ensemble, en employant comme indicateur alcalimétrique le *phénacétoline*, recommandé par Dégéné (\*) , qui donne une coloration jaune avec les alcalis caustiques, passant au rouge avec les carbonates et en jaune d'or avec les acides.

On pèse un peu de chaux hydratée dans une capsule de porcelaine, on l'additionne de quelques gouttes d'une solution alcoolique de 1 % de phénacétoline et l'on ajoute l'acide titré jusqu'au moment où la couleur jaune passe au rose ; on a alors la saturation complète de la *chaux vive*. On continue alors l'addition de l'acide et la masse se colore en rouge de plus en plus intensif ; vers la fin, la couleur change et le rouge se transforme en un jaune d'or très caractéristique. On saisit ce moment qui indique la décomposition

1. V. Degener, Zeitschrift des Vereins für Rübenzuckerindustrie, 1881, p. 357.

complète du *carbonate de chaux* et on lit sur la burette le volume d'acide usé, qu'on multiplie par 0,028 pour avoir le poids d'oxyde de calcium (CaO), et qu'on traduit par calcul en tant pour 100 de matière essayée.

C. — Lait de chaux.

Les méthodes décrites dans B pour les dosages de chaux vive et de carbonate de chaux s'appliquent également à l'analyse du lait de chaux ; mais il importe de faire ces dosages sur un volume connu de lait qu'on mesure avec un petit vase cylindrique ou avec une mesure en étain telle qu'on emploie dans le commerce de boissons.

Dans la pratique industrielle on se contente généralement de prendre la densité du lait de chaux avec un aréomètre Baumé, et de calculer la teneur en chaux à l'aide de la table LIV, calculée par Blattner (1) :

TABLE LIV.

Degrés Baumé	Poids de 1 litre de lait de chaux	CaO dans 1 litre	CaO pour 100 de poids	Degrés Baumé	Poids de 1 litre de lait de chaux gr.	CaO dans 1 litre gr.	CaO pour 100 de poids
1	1007	7.5	0.745	16	1125	159	14.13
2	1014	16.5	1.64	17	1134	170	15.00
3	1022	26	2.54	18	1143	181	15.85
4	1029	36	3.50	19	1152	193	16.75
5	1037	46	4.43	20	1162	206	17.72
6	1045	56	5.36	21	1171	218	18.61
7	1052	65	6.18	22	1180	229	19.40
8	1060	75	7.08	23	1190	242	20.34
9	1067	84	7.87	24	1200	255	21.25
10	1075	94	8.74	25	1210	268	22.15
11	1083	104	9.60	26	1220	281	23.03
12	1091	115	10.54	27	1231	295	23.96
13	1100	126	11.45	28	1241	309	24.90
14	1108	137	12.35	29	1252	324	25.87
15	1115	148	13.26	30	1263	339	26.84

1. *Dinglers polytechnische Journal*, 250, p. 464.

La prise de densité d'un lait de chaux exige certaines précautions dont il faut tenir compte pour avoir des indications exactes. Voici la manière d'opérer :

Le lait de chaux étant versé dans une large éprouvette, on pose celle-ci sur une table bien horizontale ; on y plonge doucement l'aréomètre et l'on imprime à l'éprouvette un léger mouvement de rotation autour de son axe ; l'instrument descend lentement et s'arrête ensuite. On observe alors la division qui effleure la surface du liquide, ce point correspondant exactement à la densité du lait de chaux.

Si l'on se contente de plonger l'instrument dans une éprouvette restée fixe, le flotteur s'arrêtera là où on le poussera ; il faut du temps pour que sa position devienne invariable ; mais pendant ce temps le lait de chaux dépose et change sa concentration.

---

## XXVII

### Essai de matières contenant de la strontiane.

#### A. — Introduction.

L'emploi de la strontiane dans l'industrie sucrière est exclusif en sucraterie, où il sert pour l'extraction du sucre contenu dans les mélasses.

Comme point de départ on se sert d'un minerai connu sous le nom de *strontianite* composé du carbonate de strontiane ( $\text{SrCO}_3$ ) plus ou moins pur. Celui-ci est réduit, par une forte calcination, à l'état d'oxyde ( $\text{SrO}$ ) qui, traité avec de l'eau, s'hydrate, se dissout à haute température et abandonne par refroidissement des cristaux blancs d'hydrate de strontiane, répondant à la formule  $\text{Sr}(\text{OH})^2 + 8 \text{H}_2\text{O}$  (ou  $\text{SrO} + 9 \text{H}_2\text{O}$ ), qu'on appelle vulgairement *sel blanc*, pour distinguer des cristaux colorés obtenus au cours du travail de sucraterie. Ces cristaux sont très peu solubles dans l'eau froide, mais se dissolvent facilement dans l'eau bouillante. La table I.V, déduite des essais faits en 1881 par M. Scheibler avec notre collaboration (1), indique la solubilité de cet hydrate suivant les températures.

1. V. C. Scheibler et D. Sidersky. Sur la solubilité de l'hydrate de strontiane à différentes températures. (Neue Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie 1881, p. 257-259.)

A l'extinction de l'oxyde de strontium, on porte le tout à l'ébullition, afin de faire des solutions de strontiane très concentrées. Ces solutions, décantées des résidus, contiennent environ 30 % d'hydrate ( $\text{SrO} + 9 \text{H}^2\text{O}$ ) ; mais après refroidissement à la température ambiante, elles n'en contiennent plus que deux pour 100 environ.

Ce refroidissement demande cependant du temps et de la place, et l'on est quelquefois obligé d'enlever au-dessus des cristaux une lessive beaucoup plus riche en strontiane, à cause de la température.

Pour le contrôle fréquent, il suffit d'observer la température de la lessive, et l'on trouvera dans la table LV, la quantité de strontiane qu'elle renferme.

Dans les sucrateries françaises on fait venir de l'Angleterre les cristaux l'hydrate de strontiane, résultant de la réduction du sulfate de strontiane ( $\text{SrSO}^4$ ), un minéral cristallisé appelé *célestine*.

Ces cristaux d'hydrate de strontiane sont presque chimiquement purs quoique la strontianite contient pas mal d'impuretés et des quantités notables de carbonate de chaux. En effet, dans le fond du bac servant à l'extinction de l'oxyde, il se dépose un résidu insoluble qui, après avoir été épuisé par l'eau bouillante, contient des silicates et des carbonates, ainsi que de l'hydrate de chaux qui ne se dissout que très peu dans l'eau chaude. Quelques impuretés solubles dans la solution strontianée, sont retenues ensuite dans les eaux mères qui surnagent les cristaux d'hydrate de strontiane formés par le refroidissement, de sorte que ceux-ci en sont exempts.

Une dissolution très concentrée de ces cristaux est mélangée avec de la mélasse étendue et le mélange est porté à l'ébullition ; il se forme du *sucrate bibasique de strontiane* ( $\text{C}^{12}\text{H}^{22}\text{O}^{11} + 2 \text{SrO}$ ), insoluble dans les eaux-mères saturées de strontiane, on le lave à l'eau strontannée et on le sépare par filtration des eaux-mères. Ces dernières abandonnent par refroidissement des cristaux colorés d'hydrate de strontiane, qu'on appelle vulgairement *sel brun*, et qu'on emploie comme le sel blanc, pour la formation de sucrate. Les eaux-mères refroidies, surnageant les cristaux, renferment un peu de strontiane qu'on précipite, au moyen de gaz carbonique, à l'état de *carbonate de strontiane* ( $\text{SrCO}^3$ ) ; on filtre, on le transforme en briquettes, que l'on dessèche pour les traiter ensuite comme la strontianite.

Le sucrate lavé est d'abord exposé à une température très basse ; il se décompose en une solution sucrée contenant plus ou moins de strontiane, et en cristaux d'hydrate de strontiane ( $\text{SrO} + 9 \text{H}^2\text{O}$ ), qu'on sépare par turbinage.

TABLE LV

*Solubilité de l'hydrate de strontium*

Températ. centig.	Dans 100 grammes de solution		Dans 1 litre de solution		Températ. centig.	Dans 100 grammes de solution		Dans 1 litre de solution	
	SrO	SrO+9H <sub>2</sub> O	SrO	SrO+9H <sub>2</sub> O		SrO	SrO+9H <sub>2</sub> O	SrO	SrO+9H <sub>2</sub> O
	gr.	gr.	gr.	gr.		gr.	gr.	gr.	gr.
0	0.35	0.90	3.5	9.0	56	2.64	6.77	27.1	69.5
5	0.41	1.05	4.1	10.5	57	2.74	7.03	28.2	72.3
10	0.48	1.23	4.8	12.3	58	2.83	7.26	29.1	74.6
11	0.50	1.28	5.0	12.8	59	2.93	7.52	30.2	77.4
12	0.52	1.32	5.2	13.3	60	3.04	7.77	31.2	80.0
13	0.53	1.36	5.3	13.6	61	3.15	8.04	32.5	83.4
14	0.55	1.41	5.5	14.1	62	3.27	8.39	33.8	86.7
15	0.57	1.46	5.7	14.6	63	3.38	8.67	35.0	89.8
16	0.59	1.51	5.9	15.1	64	3.50	8.98	36.3	93.1
17	0.61	1.56	6.1	15.6	65	3.62	9.39	37.5	96.2
18	0.64	1.64	6.4	16.4	66	3.74	9.59	38.9	99.8
19	0.66	1.69	6.6	16.9	67	3.87	9.93	40.3	103.4
20	0.68	1.74	6.8	17.4	68	4.01	10.29	41.8	107.2
21	0.71	1.82	7.2	18.3	69	4.17	10.70	43.5	111.6
22	0.74	1.90	7.5	19.0	70	4.35	11.16	45.5	116.7
23	0.76	1.96	7.7	19.8	71	4.53	11.62	47.4	121.6
24	0.79	2.03	8.0	20.5	72	4.71	12.08	49.4	126.7
25	0.82	2.10	8.3	21.3	73	4.90	12.57	51.5	132.1
26	0.86	2.21	8.7	22.3	74	5.10	13.08	53.7	137.8
27	0.89	2.29	9.0	23.1	75	5.30	13.60	56.0	143.7
28	0.93	2.39	9.4	24.1	76	5.51	14.13	58.3	149.6
29	0.96	2.48	9.7	24.9	77	5.74	14.72	60.9	156.2
30	1.00	2.57	10.1	25.9	78	5.99	15.37	63.8	163.6
31	1.04	2.67	10.5	26.9	79	6.26	16.06	66.8	171.4
32	1.09	2.80	11.0	28.2	80	6.56	16.83	70.2	180.1
33	1.13	2.90	11.4	29.2	81	6.90	17.70	74.1	190.2
34	1.18	3.03	11.9	30.5	82	7.32	18.78	79.0	202.7
35	1.22	3.13	12.4	31.8	83	7.82	20.06	84.8	217.5
36	1.27	3.26	12.9	33.1	84	8.41	21.57	91.8	235.5
37	1.32	3.39	13.4	34.4	85	9.00	23.06	98.9	253.7
38	1.38	3.53	14.0	35.9	86	9.60	24.63	106.2	272.4
39	1.43	3.67	14.5	37.2	87	10.20	26.17	113.6	291.4
40	1.48	3.80	15.1	38.7	88	10.80	27.70	121.1	310.6
41	1.54	3.95	15.7	40.3	89	11.40	29.24	128.7	330.1
42	1.60	4.10	16.3	41.8	90	12.00	30.78	136.4	349.9
43	1.66	4.26	16.9	43.4	91	12.61	32.35	144.3	370.2
44	1.72	4.41	17.5	44.9	92	13.23	33.94	152.5	391.2
45	1.78	4.57	18.1	46.4	93	13.86	35.55	160.9	412.7
46	1.85	4.75	18.8	48.2	94	14.50	37.20	169.6	435.1
47	1.92	4.93	19.6	50.3	95	15.15	38.86	178.6	458.1
48	1.99	5.10	20.3	52.1	96	15.81	40.56	187.8	481.8
49	2.06	5.28	21.0	53.9	97	16.49	42.30	197.5	506.0
50	2.13	5.46	21.8	55.9	98	17.18	44.07	207.4	532.0
51	2.21	5.67	22.6	58.0	99	17.88	45.87	217.7	558.4
52	2.29	5.88	23.4	60.0	100	18.60	47.71	228.5	586.1
53	2.38	6.11	24.4	62.6	101.2	19.40	49.75	240.7	617.4
54	2.46	6.31	25.2	64.6					
55	2.54	6.52	26.1	67.0					

point  
d'ébull.

Ces cristaux, appelés *sel de turbine*, sont également employés à la formation de sucrate, tandis que la strontiane contenue dans le jus sucré est précipitée par un courant de gaz carbonique, séparée du liquide par filtration, transformée en briquettes qu'on traite ensuite comme la strontianite, la matière première.

Les différentes analyses auxquelles donnent lieu ces matières et produits se rapportent principalement au dosage de *strontiane*, qu'on exprime, selon son état, en *hydrate*, en *oxyde*, ou en *carbonate*.

#### B. — Essai de cristaux de strontiane hydratée.

20 grammes de cristaux sont dissous dans 500 c. cubes d'eau distillée. Après l'agitation et filtration, on en prélève 25 c. cubes (= 1 gramme de cristaux) qu'on colore avec du phénol phtaléique. On y fait couler de l'acide titré aux  $\frac{3}{4}$  du normal jusqu'à la décoloration complète. Chaque dixième de centimètre cube d'acide usé, correspond à 1 % d'hydrate de strontiane ( $\text{SrO} + 9 \text{HO}$ ).

Cet acide est préparé de la manière indiquée dans le chapitre XIII (p. 251).

Le *sel de turbine*, cristaux d'hydrate de strontiane résultant de la décomposition par le refroidissement du sucrate, renferme un peu de sucre à l'état de sucrate monobasique qu'on tient à évaluer parce qu'il exerce une certaine influence sur la précipitation du sucrate. Dans ce cas, on pèse le poids normal du saccharimètre qu'on introduit dans un vase de bohème, l'on ajoute un peu d'acide acétique étendu, de façon à laver les cristaux, et l'on décante le liquide. On répète deux ou trois fois ce lavage et l'on réunit les liquides dans un flacon jaugé à 100 c. cubes. On neutralise le liquide, s'il est un peu acide, avec deux cristaux de strontiane, etc., on ajoute deux gouttes de sous-acétate de plomb et de l'eau jusqu'au trait de jauge, on filtre et l'on observe au saccharimètre.

#### C. — Essai de strontianite et d'écumes de carbonatation (Briquettes).

Dans ces matières, et notamment dans la strontianite, le dosage de la strontiane est compliqué par suite de la présence d'un peu de carbonate de chaux, d'acide silicique et d'autres impuretés. On opère de la manière suivante ;

(a) On pèse environ 2 grammes de la matière réduite en poudre très fine, qu'on introduit dans un matras conique. On ajoute goutte à goutte de l'acide nitrique et l'on chauffe doucement; la chaux et la strontiane entrent en solution, il se dégage de l'acide carbonique et l'acide silicique reste insoluble. On ajoute ensuite de l'ammoniaque en excès et l'on chauffe jusqu'à l'ébullition afin de précipiter le fer et l'alumine. On filtre et on lave le précipité à l'eau chaude. Le liquide filtré qu'il est bon de laisser couler dans un ballon est évaporé à sec sur un bain-marie et après cela séché pendant une demi-heure à 110° C. dans une étuve. Puis on le laisse pendant 12 heures en contact avec un mélange de parties égales d'alcool et d'éther.

On a soin de fermer hermétiquement le ballon au moyen d'un bouchon pour éviter que l'éther ne s'évapore et n'attire l'humidité. Le nitrate de calcium se dissout facilement dans l'alcool éthéré, tandis que le nitrate de strontium reste insoluble. Il est bon de mettre le ballon, après avoir versé l'alcool éthéré sur la masse, pendant quelques minutes dans un bain-marie. De cette façon, la masse cristallisée, qui s'est formée pendant l'évaporation et qui adhère souvent fortement aux parois du vase, se délaie facilement, surtout si on a encore soin d'agiter de temps en temps le tout. Après 12 heures on filtre le nitrate de strontium et on lave les cristaux avec de l'alcool éthéré, jusqu'à ce que le liquide qui découle ne soit plus troublé par l'oxalate d'ammoniaque. On dissout le nitrate de strontium sur le filtre avec de l'eau chaude et l'on précipite le strontium avec de l'acide sulfurique étendu, après avoir ajouté à la solution du nitrate un volume égal d'alcool ; on laisse déposer et l'on filtre. Le sulfate de strontium n'étant pas tout à fait insoluble dans l'eau, on emploie de l'alcool pour le lavage. Le poids du précipité calciné, multiplié par 0.8035 donne le carbonate de strontiane ( $\text{SrCO}_3$ ), ou, multiplié par 0.5633, le poids d'oxyde ( $\text{SrO}$ ).

On procède d'une façon tout à fait analogue avec la solution éther-alcoolique du nitrate de calcium. On ajoute de l'eau chaude et l'on chauffe pendant quelque temps pour chasser l'éther, on ajoute 2 à 3 fois autant d'alcool et l'on précipite la chaux avec de l'acide sulfurique, on filtre, on sèche et l'on calcine le précipité de  $\text{CaSO}_4$ . Le poids de ce précipité multiplié par 0.7353 donne le carbonate de chaux ( $\text{CaCO}_3$ ) ou, multiplié par 0.4118 le poids d'oxyde de chaux ( $\text{CaO}$ ).

Cette méthode, proposée par *Srohmayer et Rose*, est excellente, surtout pour doser la strontiane à côté de quantités très faibles de chaux, qui est le

cas de la strontianite et des briquettes faites avec les écumes de carbonatation.

(b) Pour l'essai des briquettes faites avec les résidus de l'extinction, contenant beaucoup de chaux, on peut faire usage d'une méthode indirecte indiquée par *Fresenius*, que nous avons développée et publiée en son temps (1) et dont voici le résumé :

Un mélange de carbonates purs de strontium et de calcium, soit  $M (\text{SrCO}_3) + N (\text{CaCO}_3) = 100$ , contient une quantité déterminée  $Q$  d'acide carbonique ( $\text{CO}_2$ ), laquelle dépendra de la proportion de  $M$  et  $N$ .

Le carbonate de strontiane pur,  $\text{SrCO}_3$ , contient 29,89 %  $\text{CO}_2$ , celui de chaux,  $\text{CaCO}_3$ , contient 44 %  $\text{CO}_2$ , chiffres résultant de la proportion des poids atomiques. L'acide carbonique  $Q$  d'un mélange de  $M\%$  ( $\text{SrCO}_3$ ) +  $N\%$  ( $\text{CaCO}_3$ ) sera donc

$$Q = 0.2989 M + 0.44 N$$

ou, si nous remplaçons  $N$  par  $100 - M$ ,

$$Q = 44 + 0.1411 M$$

On peut éliminer  $M$  qui représente la valeur pour  $\text{SrCO}_3$ ,

$$M = \frac{44 - Q}{0.1411} = 311.84 - \frac{Q}{0.1411}$$

Pour calculer le  $\text{SrCO}_3$  il suffit donc de diviser la quantité d'acide carbonique trouvée par 0.1411 et de soustraire le quotient de 311,84.

Le carbonate de chaux est :

$$\text{CaCO}_3 = 100 - \text{SrCO}_3$$

Si l'on a donc à analyser de la strontiane contenant de la chaux et outre cela d'autres substances, on dissout le tout dans l'acide nitrique ou chlorhydrique et l'on ajoute de l'ammoniaque pour précipiter l'acide silicique, le fer et l'alumine, etc. Dans le liquide filtré on précipite les deux bases par du carbonate d'ammoniaque. On filtre, on lave à l'eau chaude, on pèse et l'on calcule pour 100 de la matière employée.

De ces carbonates on emploie une petite partie pour le dosage de  $\text{CO}_2$ , ce qui se fait le plus simplement en dissolvant une quantité déterminée dans de l'acide

1. Voir notre mémoire : *Analyses des résidus de strontiane* (Bulletin de l'Association des Chimistes, 1884, p. 358 et 386-388).

normal en excès et en titrant l'excès de l'acide au moyen de l'alcali normal. Chaque centimètre cube de l'acide normal correspond à 0.022 CO<sup>2</sup>. On remplace Q dans l'équation  $M = 311.84 - \frac{Q}{0.1411}$  par la valeur trouvée et l'on obtient de cette façon la valeur de SrCO<sup>3</sup> du précipité. Du moment que nous connaissons la quantité de carbonate de la matière employée, il suffit de multiplier le nombre trouvé pour SrCO<sup>3</sup> par ce chiffre et diviser par 100 pour trouver la teneur en SrCO<sup>3</sup> de la substance employée.

Si nous avons, par exemple, obtenu 93 % de carbonate précipité et si nous avons trouvé dans ce dernier 31 parties de CO<sup>2</sup>, ce qui, d'après la formule mentionnée, correspond à 92.13 SrCO<sup>3</sup>, la quantité de SrCO<sup>3</sup> dans la substance à analyser doit être de :

$$\frac{92.13 \times 93}{100} = 85.68 \%$$

De la même façon on calculera le CaCO<sup>3</sup>.

Si, on multiplie M par 0.7011 on obtient SrO au lieu de SrCO<sup>3</sup>, etc  
CaO = 100 — CO<sup>2</sup> — SrO.

Pour éviter les calculs qui exigent beaucoup de temps, nous ferons suivre une table pour calculer le strontium et le calcium au moyen de l'acide carbonique trouvé. Cette table I.VI est partagé en 5 colonnes dont la première indique l'acide carbonique à partir de 29.89 (= 100 SrCO<sup>3</sup>) jusqu'à 44 (= 100 CaCO<sup>3</sup>) et les autres colonnes pour les chiffres correspondants de SrCO<sup>3</sup>, CaCO<sup>3</sup>, SrO et CaO.

Dans la partie inférieure sont indiquées les décimales de CO<sup>2</sup> avec les chiffres correspondants qu'on n'a qu'à additionner avec les chiffres principaux.

Les dosages d'acide *silicique*, d'*oxyde de fer et d'alumine*, sont effectués de la manière indiquée à l'essai de calcaires.

Le dosage de l'*humidité* se fait sur 20 grammes de matière réduite en poudre grossière, qu'on dessèche pendant 2 heures à la température de 110° C.

#### D. — Résidus de l'extinction.

Dans le fond du bac qui sert à l'extinction, il se dépose un résidu écumant d'une composition très compliquée, lequel ne doit contenir que très peu de *strontiane soluble*, si l'extraction méthodique de celle-ci a été bien menée.

TABLE LVI

*Pour chercher les quantités de strontiane et de chaux  
au moyen de l'acide carbonique trouvé.*

TROUVÉ	CALCULÉ		CALCULÉ	
	CO <sup>2</sup>	SrCO <sup>3</sup>	CaCO <sup>3</sup>	SrO
29.89	100.00	00.00	70.11	0.00
30	99.22	0.78	69.56	0.44
31	92.13	7.87	64.59	4.41
32	85.04	14.96	59.61	8.39
33	77.96	22.04	54.66	12.25
34	70.87	29.13	49.69	16.31
35	63.78	36.22	44.72	20.28
36	56.70	43.30	39.75	24.25
37	49.61	50.39	34.78	28.22
38	42.52	57.48	29.81	32.19
39	35.44	64.56	24.85	36.15
40	28.35	71.65	19.88	40.12
41	21.26	78.74	14.91	44.09
42	14.17	85.83	9.93	48.07
43	7.09	92.91	4.97	52.03
44	0.00	100.00	0.00	56.00

ADDITIONNER			ADDITIONNER	
CO <sup>2</sup>	SrCO <sup>3</sup>	CaCO <sup>3</sup> CO	SrO	CaO
0.1	— 0.71	+ 0.71	— 0.50	+ 0.40
0.2	— 1.42	+ 1.42	— 0.99	+ 0.79
0.3	— 2.13	+ 2.13	— 1.49	+ 1.19
0.4	— 2.83	+ 2.83	— 1.99	+ 1.58
0.5	— 3.54	+ 3.54	— 2.49	+ 1.88
0.6	— 4.25	+ 4.25	— 2.98	+ 2.39
0.7	— 4.96	+ 4.96	— 3.48	+ 2.79
0.8	— 5.67	+ 5.67	— 3.97	+ 3.18
0.9	— 6.38	+ 6.38	— 4.47	+ 3.57
0.01	— 0.07	+ 0.07	— 0.05	+ 0.04
0.02	— 0.14	+ 0.14	— 0.10	+ 0.08
0.03	— 0.21	+ 0.21	— 0.15	+ 0.12
0.04	— 0.28	+ 0.28	— 0.20	+ 0.16
0.05	— 0.35	+ 0.35	— 0.25	+ 0.20
0.06	— 0.43	+ 0.43	— 0.30	+ 0.24
0.07	— 0.50	+ 0.50	— 0.35	+ 0.28
0.08	— 0.57	+ 0.57	— 0.40	+ 0.32
0.09	— 0.64	+ 0.64	— 0.45	+ 0.36

(1) Pour contrôler le travail de l'extinction, il suffit de faire souvent une détermination approximative, mais rapide, de la quantité de strontiane soluble contenue dans ledit résidu.

Ceci se fait de la manière suivante :

On en fait bouillir dans une casserole une quantité suffisante (le mieux 25 grammes) avec à peu près 500 c. cubes d'eau distillée en ayant soin d'agiter très souvent. De cette façon tout l'hydrate de strontiane entre en solution ; il ne reste qu'un petit dépôt qui renferme la chaux, les carbonates et les silicates. On verse le tout dans un matras jaugé d'un demi litre et l'on remplit (après avoir laissé refroidir) jusqu'au trait de jauge avec de l'eau, 200 c. cubes de ce liquide qui équivalent à 10 grammes de résidu sont introduits dans un verre ; on ajoute un peu de teinture de tournesol et l'on sature avec de l'acide normal. Chaque centimètre cube de l'acide normal correspond à 0,516 SrO ou 0,1326 (SrO + 9 H<sup>2</sup>O). Si l'on multiplie le résultat par 10, on obtient la quantité pour cent de SrO ou (SrO + 9 H<sup>2</sup>O). Il est évident que ce chiffre ainsi obtenu n'indique que la quantité approximative de Sr O, et non la quantité réelle, car le Ca (OH)<sup>2</sup> n'est pas tout à fait insoluble dans l'eau bouillante.

Néanmoins cette méthode présente un bon point d'appui au fabricant et l'on ne peut qu'en recommander l'usage fréquent.

(2) Le résidu qui provient de la strontiane calcinée et qui porte le nom de *premier résidu*, peut encore être employé avantageusement pour en retirer la strontiane. Dans ce but, on soumet ce résidu, transformé en petites briquettes, à une seconde calcination. A l'extinction de cette masse calcinée on obtient un *second résidu* qu'on ne peut plus soumettre à aucun traitement, à cause de sa pauvreté en strontiane soluble et sa richesse en silicates, etc. La strontiane contenue dans ce résidu doit être considérée comme une perte industrielle.

Les impuretés de ces résidus proviennent en partie de la matière première, c'est-à-dire du minerai ou de l'hydrate introduits dans la fabrication. La strontiane qui s'y trouve, est seulement en faible dose à l'état d'oxyde, alors que la majeure partie est à l'état de carbonates et silicates insolubles. C'est l'acide silicique contenu dans la matière première et entré ensuite dans les écumes blanches de la carbonatation, qui se combine, à la haute température du four, avec la strontiane et forme des silicates insolubles. De plus, il reste une partie de minerai non décomposé, ce qui a surtout lieu quand la calci-

nation a été interrompue trop tôt ou quand la flamme du foyer n'avait pas de passage libre à travers toute la masse.

Ces silicates et carbonates insolubles ainsi que la chaux toujours présente empêchent plus ou moins la cristallisation de l'hydrate de strontiane en formant beaucoup d'écumes. Ces écumes entraînent beaucoup de strontiane qui, il est vrai, pourrait être récupérée par un lavage, mais ce dernier n'est guère recommandable; il ne donne que des eaux très pauvres, de sorte que l'extraction de la strontiane n'est guère notable. La chaux se trouve également sous trois formes différentes dans ces résidus.

Le dosage de la strontiane totale contenue dans les résidus ne présentera aucune difficulté, étant donnée la méthode que nous avons décrite à l'analyse de carbonates (voir C). Mais ce dosage ne suffira pas, étant nécessaire pour contrôler la marche de la fabrication, de doser à part les différentes combinaisons de la strontiane, car si l'on connaît les quantités de l'hydrate, du carbonate et du silicate de strontiane qui se trouvent dans les écumes, il sera possible de se faire une idée sur la nature de la matière première et sur la marche de la calcination.

Voici la marche d'opérer (\*) :

(a) En premier lieu il faut séparer l'hydrate des carbonates et silicates. Dans ce but, on traite le résidu avec une solution sucrée (d'environ 25 %), à une température qui ne doit pas dépasser 70° C. L'hydrate de strontiane, ainsi que celui de chaux, se dissolvent facilement, alors que les carbonates et silicates restent intacts. On filtre et on lave le résidu à l'eau chaude. On ajoute au liquide filtré du carbonate d'ammoniaque pour précipiter SrO et CaO à l'état de carbonates, qu'on filtre et qu'on lave à l'eau chaude. On y sépare SrO et CaO par la méthode décrite plus haut.

(b) Le résidu provenant du traitement à l'eau sucrée contient les carbonates et les silicates. On le traite avec de l'acide acétique qui dissout les carbonates, en laissant intacts les silicates. On les sépare par filtration et lavage à l'eau chaude et l'on dose SrO et CaO, après les avoir précipités à l'état de carbonates comme dans (a).

(c) Ce qui reste alors sur le filtre ne contient que les silicates. On le décompose avec de l'acide nitrique, en ayant soin de chauffer pendant une demi-heure. L'acide silicique se sépare à l'état de flocons. On ajoute de l'ammoniaque, afin de précipiter encore les oxydes de fer et d'alumine, on filtre, on évapore et l'on traite le résidu avec de l'alcool étheré, comme dans C.

1. Résumé de la méthode que nous avons décrite dans notre mémoire cité plus haut.

## XXVIII

### Essai de matières contenant de la baryte

#### A. — Introduction.

L'extraction de sucre de mélasse au moyen de la baryte a quelque analogie avec le procédé à la strontiane. La mélasse étendue et chaude est additionnée d'une solution concentrée d'hydrate de baryte,  $Ba(OH)^2 + 8 H_2O$  (ou  $BaO + 9 H_2O$ ) ; il se forme un sucrate de baryte monobasique,  $(C^{12}H^{22}O^{11} + BaO)$ , peu soluble dans l'eau chaude, qui ne se décompose pas par le froid, comme le fait le sucrate bibasique de strontiane. On est donc obligé de carbonater le sucrate délayé dans l'eau, afin de former du carbonate de baryte insoluble et mettre le sucre en liberté. De la même façon on régénère la baryte contenant dans les eaux-mères séparées du sucrate par filtration. Ces carbonates sont réduits, par une calcination très énergique, en oxyde qu'on traite avec de l'eau chaude pour dissoudre l'hydrate qui se sépare en beaux cristaux, après refroidissement. Toutefois, la baryte étant plus soluble dans l'eau que la strontiane, les eaux-mères qui surnagent les cristaux renferment encore pas mal de baryte.

Comme matière première pour produire l'hydrate on emploie soit la *withérite*, carbonate de baryte, soit le *spate pèsant*, sulfate de baryte, tous deux des minerais cristallins. La décomposition du carbonate est effectuée comme celle des écumes carbonatées, tandis que le sulfate est réduit, au moyen de charbon, en sulfure de baryum, qui donne avec de l'eau de l'hydrate et du sulphydrate de baryum.

Pour connaître la concentration des solutions barytiques, on les pèse à 70° C., avec un aréomètre Baumé, dont les degrés correspondent aux quantités indiquées dans la table LVII calculée par *E. Boyer* (1).

Les minerais barytiques contiennent souvent de la chaux et d'autres impuretés, qui n'entrent cependant pas dans les cristaux d'hydrate de baryte et restent dans les résidus de l'extinction de l'oxyde. L'analyse de ces différentes matières est analogue à celle de matières strontianées.

1. V. *E. Boyer*. Le contrôle de la fabrication de la baryte (Bulletin de l'Association des Chimistes, 1887, p. 477).

TABLE LVII

*donnant la baryte hydratée ( $\text{BaO}^2\text{H}^2 + 8\text{H}^2\text{O}$ ) contenue dans des solutions de différentes densités, à 70° C. (d'après E. Boyer).*

Degrés Baumé	$\text{BaO}^2\text{H}^2 + 8\text{H}^2\text{O}$ pour 100 cm. cub.	$\text{BaO}^2\text{H}^2 + 8\text{H}^2\text{O}$ % gr.
	gram.	gram.
10	12.18	11.76
15	20.34	18.93
20	29.00	25.99
25	38.48	33.15
30	48.65	40.22
35	59.84	47.40
40	72.02	54.56
45	85.28	61.65
50	99.91	68.76
55	116.11	75.88
60	134.18	83.04
65	154.36	90.18
68	177.05	97.30

B. — Essais de cristaux, lessives, etc.

20 grammes de cristaux sont dissouts dans 500 c. cubes d'eau. Après filtration on mesure 25 c. cubes (= 1 gramme de matière) qu'on colore avec de la teinture de tournesol ou avec celle de lacmoïde et l'on titre avec l'acide normal chlorhydrique (contenant 36 gr. 5 HCl par litre), dont 1 c. cube sature exactement 0 gr. 1575 d'hydrate de baryum, ( $\text{BaO} + 9 \text{H}^2\text{O}$ ), ou avec un acide spécial titré de façon à ce qu'un centimètre cube égal 0 gr. 100

d'hydrate de baryte. On prépare cet acide en mélangeant 1 litre d'acide normal avec 575 c. cubes d'eau distillée.

Pour titrer les lessives ou les eaux-mères colorées, on prend 10 c. cubes de lessive qu'on étend avec beaucoup d'eau, on colore avec le pigment et l'on titre avec l'acide indiqué. Si les eaux-mères essayées sont trop colorées pour qu'on puisse observer nettement le point de saturation, on fera usage du papier de tournesol sensible, préparé selon les indications de Pellet (voir chapitre X, p. 210). De la même manière on titre le sulfure de baryum, qui se décompose par l'acide normal avec dégagement d'hydrogène sulfuré.

### C. — Essai de minerai.

(1) On réduit l'échantillon en poudre fine, dont on pèse 5 grammes pour le dosage de l'humidité, l'on calcine ensuite et l'on pèse de nouveau, afin de connaître le rapport de la matière calcinée pour 100 de matière primitive.

Pour l'analyse de Withérite, la prise d'essai calcinée est *traitée par l'acide chlorhydrique étendu*. On opère dans une capsule de porcelaine d'environ 300 c. cubes. On chauffe au bain de sable, à une température modérée, de manière à évaporer la plus grande partie de l'acide ajouté. Lorsque le liquide est parvenu à la consistance sirupeuse, on ajoute quelques grains de chlorate de potasse pour peroxyder le fer qui pourrait se trouver à l'état de protoxyde de fer, l'évaporation est ensuite continuée jusqu'à dessiccation complète. A ce moment, on élève légèrement la température pour calciner la silice afin de la rendre insoluble, puis on reprend la matière sèche par l'eau acidulée d'acide chlorhydrique à chaud. Par filtration, l'insoluble comprenant la silice, le silicate et le sulfate de baryte est séparé. Pour en obtenir le poids, il suffit de le peser après lavage, dessiccation et calcination du filtre. Le liquide séparé par filtration, réuni aux eaux de lavage, est ramené au volume de 500 c. cubes.

Dans 100 c. cubes correspondant à 1 gramme de matière, le fer et l'alumine sont précipités par l'ammoniaque, ajoutée jusqu'à réaction alcaline. Le précipité déposé est filtré, lavé, calciné, et son poids donne les sesquioxides de fer et d'alumine. Les eaux de lavage sont recueillies pour servir au dosage de la baryte.

Le liquide séparé par filtration du précipité de sesquioxyde de fer et d'alumine, réuni aux eaux de lavage de ce précipité, est additionné d'acide sulfu-

rique qui précipite le baryte à l'état de sulfate de baryte. Le précipité, après repos de 12 heures, est filtré, lavé, séché, calciné et pesé. Son poids multiplié par 0,6568 donne la quantité de BaO, ou par 0,8455 — la quantité de BaCO<sup>3</sup>.

La baryte doit être précipitée dans une solution étendue., 300 c. cubes environ, lorsqu'on opère comme ici, sur une quantité correspondant à 1 gr. de matière, afin d'éviter la précipitation de la chaux à l'état de sulfate de chaux.

Le liquide dont on a séparé le sulfate de baryte est concentré jusqu'à 100 c. cubes, rendu alcalin par l'ammoniaque et débarrassé de la chaux par l'oxalate d'ammoniaque. Le précipité d'oxalate de chaux, lavé, séché, calciné au rouge vif et pesé donne la chaux sans aucun calcul.

Si le minerai contient de la strontiane, l'emploi de l'acide sulfurique conduirait à des résultats erronés. Dans ce cas on évapore à sec le liquide contenant les chlorures (BaCl<sup>2</sup>) et (SrCl<sup>2</sup>) ; on les digère pendant 12 heures avec de l'alcool éthéré, on filtre le chlorure de baryum insoluble, on lave également avec de l'alcool éthéré, on le dissout ensuite à l'eau chaude, d'où l'on précipite la baryte par l'acide sulfurique et le dosage se termine de la manière indiquée.

Le chlorure de strontium reste en dissolution dans l'alcool éthéré ; s'il n'y a pas de chaux, on chasse l'éther par l'ébullition, on ajoute de l'acide sulfurique étendu et de l'alcool, on filtre le sulfate de strontiane on, calcine et l'on pèse ; on multiplie par 0,8035, pour avoir le poids de SrCO<sup>3</sup>, ou par 0,5633, pour avoir le poids de SrO.

En présence de la chaux, on chasse l'alcool éthéré et l'on ajoute du carbonate d'ammoniaque ; on filtre les carbonates formés, dans lesquels on dose SrO et CaO de la manière indiquée à l'analyse de strontanite (p. 395).

(2) Pour l'analyse de *sphate* ou *barytine*, il faut d'abord transformer en carbonate le sulfate de baryte, ce qu'on obtient facilement de la manière suivante :

On mêle intimement 1 gramme de sulfate pulvérisé avec 6 grammes de carbonate de potasse et de soude. Ce mélange est versé dans un creuset de platine que l'on recouvre et chauffe au rouge vif dans un four d'essayeur.

Au bout de 2 heures si la masse est vitrifiée, on retire le creuset et on le met dans une capsule de porcelaine avec 300 c. cubes d'eau bouillante. Par la calcination, il s'est formé du carbonate de baryte, de chaux et de magnésie, insolubles dans l'eau, et des silicates et sulfates alcalins solubles. Après traite-

ment par l'eau bouillante, on filtre, le filtre retiendra la baryte à l'état de carbonate de baryte, les carbonates de chaux et de magnésie. On lave le précipité et on le traite ensuite par l'acide chlorhydrique étendu.

La dissolution terminée, on précipite la baryte avec de l'acide sulfurique étendu, on filtre, on lave, on calcine et l'on pèse le précipité qui représente le sulfate de baryte contenu dans le minerai ; multiplié par 0,6568, il donne le poids de BaO.

Dans le cas que l'acide chlorhydrique ait laissé un résidu insoluble, on le recueillera sur un filtre, on le desséchera et on le traitera de nouveau avec le carbonate de potasse et de soude, en suivant les indications données ci-dessus.

---

## XXIX

### **Essai de gaz carbonique.**

Par la calcination de pierres calcaires, suivie de la combustion de coke, on obtient de l'acide carbonique sous forme de gaz, qu'une pompe aspire du four à chaux pour le refouler dans les bacs à carbonatation, où ce gaz est utilisé pour la précipitation de la chaux contenue dans les jus déféqués, ou pour décomposer du sucrate délayé dans l'eau.

Il importe, pour la bonne marche de la carbonatation, que le gaz extrait du four à chaux renferme le plus possible d'acide carbonique. On en fait le dosage quantitatif au moyen des divers appareils que nous allons décrire, et qui ont tous pour principe de faire absorber l'acide carbonique par de la soude caustique et d'indiquer les tant pour 100 en CO<sup>2</sup> par la diminution du volume primitif.

(1) *Éprouvette Stammer.* — L'appareil le plus simple, préconisé par le Dr Stammer, est l'*éprouvette graduée*, représentée par la figure 98. Elle est munie à son sommet d'un petit robinet en verre, et la graduation commence au cône même du robinet fermé, où le point 50 est sensé de se trouver ; de là les nombres 49, 48, etc., avec les divisions, indiquant les cinquièmes de centimètres cubes, descendent jusqu'au zéro qui se trouve à quelques centimètres au-dessus de l'orifice inférieur.

On plonge cette éprouvette dans un cylindre contenant de l'eau, et, au moyen d'un tube en caoutchouc, on met en communication l'intérieur de l'éprouvette avec le *robinet à gaz*. En ouvrant ce robinet, le courant tra-

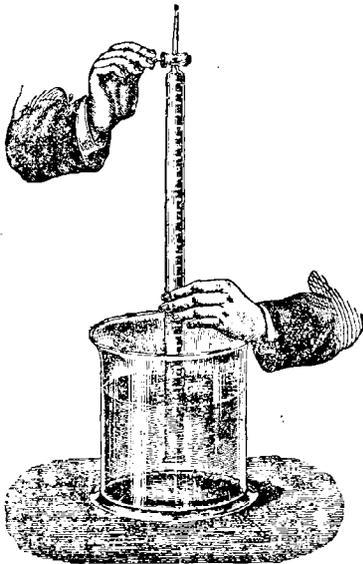


FIG. 98

versera avec énergie l'éprouvette et en chassera l'air en quelques secondes; en même temps, l'eau est saturée suffisamment d'acide carbonique. Après quelque temps, on ferme le robinet, puis on intercepte la communication avec le conduit du gaz, et l'on donne à l'éprouvette la position indiquée dans la figure 98, de sorte que le niveau de l'eau extérieure corresponde au zéro de la graduation, et l'on ouvre un moment le robinet pour faire monter l'eau à l'intérieur exactement au même point.

Alors l'éprouvette contient 50 c. cubes de gaz. Le robinet fermé, on ferme l'orifice inférieur avec le doigt, on soulève l'éprouvette et on la place dans une capsule avec de l'eau, on retire le

doigt et l'on introduit dans l'éprouvette un morceau de potasse caustique sèche, on ferme l'ouverture avec le pouce et l'on retourne plusieurs fois l'éprouvette retirée de l'eau afin de faire dissoudre la potasse et absorber l'acide carbonique. De temps en temps, on ouvre l'éprouvette sous l'eau, qu'on voit s'élaner dans l'intérieur. Quand le niveau intérieur ne monte plus, on transpose l'éprouvette dans un cylindre à eau, assez haut pour pouvoir l'enfoncer à une telle profondeur que les niveaux extérieurs et inférieurs soient les mêmes. On observe alors le volume de gaz non absorbé, sans pression ni dépression, et l'on obtient la richesse du gaz, en centièmes, en doublant le nombre de centimètres cubes absorbés.

Cette éprouvette est principalement employée en Allemagne et en Autriche.

(2) En France, on fait souvent usage du *carbonimètre Raffy* (fig. 99), qui est un peu plus compliqué que l'appareil précédent, mais dont les manipulations sont aussi faciles et peuvent être confiées à un simple ouvrier.

Il se compose d'une éprouvette en verre portant une graduation de 0 à 100.

Ce point 100 arrive jusqu'au sommet de l'éprouvette. On a mastiqué, à la partie supérieure de celle-ci, une garniture de cuivre portant un robinet à deux voies, s'ouvrant et se fermant en même temps. Une des deux voies se prolonge par un tube allant jusqu'au fond de l'éprouvette.

Pour se servir de l'instrument, on fait arriver le gaz, dont on veut doser l'acide carbonique, par le tube; ce gaz remplit l'éprouvette et s'échappe par la seconde voie. Au bout de quelques instants, l'appareil étant rempli de gaz à analyser, on ferme le robinet, on retire le caoutchouc qui amenait le gaz et l'on met à sa place un entonnoir. On remplit cet entonnoir d'une dissolution de soude, et l'on ouvre le robinet. Lorsque la dissolution arrive au trait O, on ferme le robinet et l'on a dans l'éprouvette un volume de 100 de gaz. On agite, l'acide carbonique est absorbé, un vide se produit, on retourne alors l'instrument dans un seau plein d'eau, et l'on ouvre dans l'eau le robinet; l'eau monte de manière à remplacer l'acide carbonique disparu. On a soin que le niveau du liquide à l'intérieur soit le même qu'à l'extérieur, on ferme alors le robinet, on remet l'appareil sur son pied, et on lit à quelle division de l'éprouvette s'arrête le liquide. C'est la quantité pour 100 d'acide carbonique contenu dans le gaz qui remplissait l'appareil.

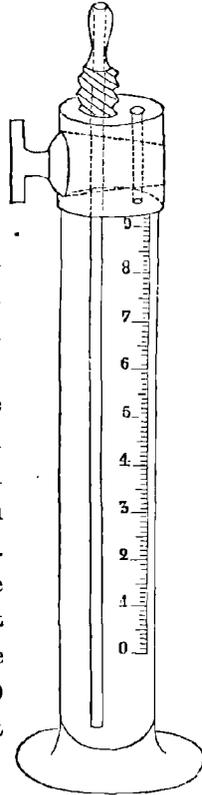


FIG. 99

(3) Outre ces deux appareils, on fait usage de toute une série de *carbonimètres* (<sup>(1)</sup>) permettant de doser l'acide carbonique rapidement et avec précision. Nous décrirons seulement l'appareil proposé par nous-même (<sup>(2)</sup>), qui est en quelque sorte le carbonimètre le plus simple. Cet appareil est représenté par la figure 100.

Le gaz à essayer arrive par le tuyau en caoutchouc *g* dans le cylindre en verre *A*, qui comprend un volume de 100 c. cubes entre les deux traits marqués par 0 et 100. Ce cylindre a été préalablement rempli d'eau qui, par suite de l'arrivée du gaz, s'écoule dans la bouteille à trois tubulures *E*. Quand le niveau de l'eau s'est abaissé dans le cylindre *A*, jusqu'au trait *O*, on ferme le robinet *p* et l'on ouvre les robinets *r* et *s* de manière à ramener le

1. Tels que les appareils de *Possoz*, *Scheibler*, *Winckler*, *Wachenroder*, etc.  
2. Voir description et dessin dans la *Sucrierie Belge* du 15 juillet 1885.

gaz à la pression ordinaire. Puis, l'on ferme le robinet s et l'on fait rentrer l'eau dans le cylindre A en pressant la poire en caoutchouc F. Le gaz traverse alors les deux éprouvettes D et D', remplies en parties d'une solution de potasse caustique, et passe dans le cylindre en verre B. Ce cylindre est gradué en 100 c. cubes, de sorte que chaque division correspond au volume d'un centimètre cube; il communique avec un autre cylindre en verre C, non gradué. A mesure que le gaz privé d'acide carbonique entre dans le cylindre B, on fait descendre l'eau dans la bouteille E, de manière à coïncider les niveaux d'eau dans B et C. Quand l'eau est remontée en A jusqu'au trait marquant 100 on lit sur l'échelle B le volume d'eau qui y est resté, correspondant au volume égal d'acide carbonique absorbé dans les éprouvettes D et D'. Ces éprouvettes sont des simples tubes à essais, qu'on enlève facilement de temps à autre, afin de les vider et remplir de nouveau.

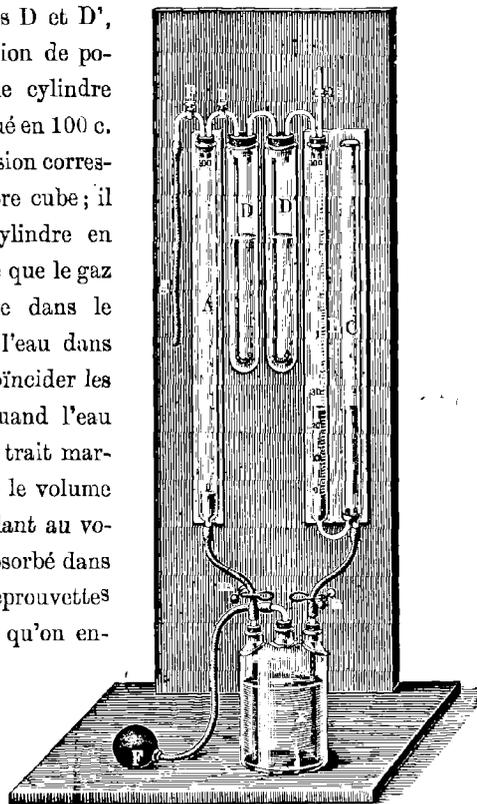


FIG. 100

(4) *Dosage de l'oxyde de carbone.* — Il arrive quelquefois que le gaz carbonique contient de l'oxyde de carbone (CO), un gaz vénéneux et nuisible à la marche régulière de la carbonatation. La présence de ce gaz indique toujours une mauvaise marche du four à chaux, combustion incomplète ou manque de circulation de la flamme.

Le dosage quantitatif de l'oxyde de carbone repose sur l'absorption de ce gaz par une dissolution acide de protochlorure de cuivre, qu'on prépare en dissolvant, dans son propre volume d'acide chlorhydrique, le sous-oxyde de cuivre résultant des essais de glucoses. On peut employer, pour ces dosages, les appareils indiqués plus haut pour le dosage d'acide carbonique, en remplaçant le solution alcaline par le protochlorure de cuivre. En faisant usage

de l'éprouvette Stammer, on préparera une boulette de papier à filtrer, mâchée et pressée, qu'on imprégnera avec le papier réactif indiqué.

(5) La présence d'*hydrogène sulfureux* peut être reconnue en faisant passer le gaz par une éprouvette contenant du sous-acétate de plomb; il se forme un précipité noir très caractéristique.

(6) La présence d'*acide sulfureux* peut être constatée en faisant entrer le gaz dans un tube à essai contenant un peu d'iode coloré en bleu par de l'amidon; la moindre trace d'*acide sulfureux* provoquera une décoloration du liquide.

Les constatations qualitatives suffisent parfaitement pour l'essai industriel du gaz du four à chaux.

---

### XXX

#### **Essai de Vinasse et de potasse brute.**

Dans les sucrateries et dans les distilleries de mélasse, les eaux-mères, privées de sucre, sont concentrées pour obtenir de la *vinasse*; celle-ci est calcinée dans un four spécial et livrée au commerce sous le nom de *potasse brute*. C'est une masse grise, contenant beaucoup de potasse à l'état de carbonate, de sulfate, chlorure, silicate et phosphate, un peu de sels de soude et un peu de charbon; la valeur industrielle de cette matière est établie par sa teneur en carbonate de potasse.

S'il s'agit d'essayer une vinasse plus ou moins liquide, on en prend un poids déterminé qu'on évapore et qu'on calcine; on pèse de nouveau et l'on a le rendement en potasse brute. Le résidu de la calcination est analysé comme la potasse brute industrielle.

(1) *Humidité*. — La potasse brute séjournée à l'air absorbe facilement l'humidité. On dose celle-ci par dessiccation, à 120° C., de 5 grammes de matière, jusqu'à constance du poids; la durée de la dessiccation est d'environ deux heures.

(2) Pour tous les autres dosages, on pèse 10 grammes de matière réduite en poudre fine, qu'on digère avec de l'eau chaude en grande quantité. On verse le tout sur un petit filtre taré, on lave bien le *résidu insoluble* qu'on

dessèche à 110° C. et qu'on pèse. Ensuite on le calcine à l'air et l'on pèse de nouveau; on a ainsi le *résidu minéral* (silicate et carbonate de chaux) et, par différence avec la pesée précédente, le *charbon et les matières organiques*.

(3) Le liquide filtré, additionné des eaux de lavage du filtre, est ramené au volume d'un litre; on agite par retournement, et l'on opère les autres dosages sur des parties aliquotes de ce liquide, dont 100 c. cubes = 1 gramme de matière.

100 c. cubes de liquide sont titrés avec de l'acide normal jusqu'à parfaite saturation; on a soin de porter le liquide à l'ébullition pour en chasser tout l'acide carbonique; on colore avec du tournesol ou du lacmoïde, et l'on voit s'il y a un excès d'acide; on titre celui-ci avec une solution titrée de soude caustique. Le nombre de centimètres cubes d'acide normal usé pour la saturation, multiplié par 0.022, donne l'*acide carbonique* contenu dans 1 gramme de matière.

(4) 200 c. cubes de liquide (= 2 grammes de matière) sont sursaturés avec de l'acide chlorhydrique, chauffés et additionnés du chlorure de baryum; le sulfate de baryte est filtré, lavé, calciné, pesé et multiplié par 0.3432; on a ainsi l'*acide sulfurique* qu'on calcule pour 100 de matière.

(5) 100 c. cubes de liquide sont neutralisés exactement avec de l'acide nitrique; on ajoute quelques gouttes de chromate de potasse, et l'on titre avec une solution normale-décime de nitrate d'argent contenant par litre 17 gr. AgAzO<sup>3</sup>; on multiplie par 0,355 les c. cubes du liquide titré et l'on a le *chlore* pour 100 de matière.

(6) 200 c. cubes de liquide sont neutralisés par l'acide chlorhydrique, puis rendus alcalins par l'ammoniaque et additionnés de liqueur magnésienne; le précipité lavé, séché, calciné et pesé est multiplié par 0.64 et l'on a l'*acide phosphorique*.

(7) 200 c. cubes de liquide sont additionnés d'acide chlorhydrique en excès évaporés à sec, le résidu est chauffé pendant quelques minutes afin d'en chasser l'excès d'acide, ce qui rend insoluble l'acide silicique; on verse le tout sur un petit filtre, on lave à l'eau chaude, on sèche, on calcine et l'on pèse la *silice* ainsi obtenue.

(8) Le liquide filtré de l'opération précédente est additionné d'une solution de baryte caustique, qui produit un précipité plus ou moins voluminé; on verse le tout dans un matras jaugé de 200 c. cubes, on remplit avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, l'on agite et l'on filtre sur un

filtre à plis. 100 c. cubes de liquide filtré (= 1 gramme de matière) sont additionnés d'un peu de carbonate d'ammoniaque qui précipite l'excès de baryte, portés à l'ébullition, filtrés et le précipité est bien lavé. Le liquide filtré, additionné des eaux de lavage, est évaporé à sec dans une petite capsule de platine et calciné ensuite sur une petite flamme, afin de chasser toute trace d'ammoniaque; on reprend par un peu d'eau le résidu d'évaporation qui contient souvent un peu d'insoluble, on filtre, on lave le contenu du filtre, on ajoute quelques gouttes d'acide chlorhydrique et l'on évapore de nouveau à sec, on calcine légèrement et l'on pèse les *chlorures de potasse et de soude* ainsi obtenus. Ensuite on redissout les chlorures dans un peu d'eau distillée, on ajoute du bichlorure de platine en excès, on évapore à sec, on reprend le résidu par l'alcool éthéré, on recueille sur un filtre taré le chloroplatinate de potasse insoluble, qu'on lave à l'alcool éthéré, on dessèche à 130° C., on pèse, on multiplie le poids par 0,1940 et l'on a la *potasse* (K<sup>2</sup>O) contenue dans 1 gramme de matière.

On multiplie la potasse obtenue par 1,583 (KCl), on retranche ce chiffre du poids des chlorures de potasse et de soude, et l'on a par différence le chlorure de sodium qu'on multiplie par 0,53 pour avoir le poids de la *soude* (Na<sup>2</sup>O) dans un gramme de matière.

*Représentation des résultats.* — L'humidité, les résidus minéral et organique sont indiqués tels quels. Le chlore, les acides sulfurique, phosphorique et silicique sont combinés à la potasse, le restant de la potasse à l'acide carbonique, le restant d'acide carbonique à la soude.

Si l'analyse a été bien effectuée, le restant d'acide carbonique doit être équivalent ou légèrement supérieur à la soude constatée; cela provient de ce que l'acide carbonique dosé par l'alcalimétrie est légèrement trop élevé, le phosphate tribasique de potasse (\*) ayant une réaction alcaline, est compté comme de l'acide carbonique.

---

### XXXI

#### Préparation des liqueurs titrées et de divers réactifs

L'usage des liqueurs titrées a contribué notablement au développement de la chimie industrielle et notamment à l'application de l'analyse chimique

1. C'est 1/3 de potasse en combinaison qui donne l'alcalinité.

dans le commerce et l'industrie. La *méthode volumétrique* présente en effet des nombreux avantages sur la *méthode gravimétrique*, tant sous le rapport de la *rapidité* que sous celui de la *certitude* des résultats obtenus. Dans la chimie sucrière comme aux essais de matières agricoles l'emploi de la méthode volumétrique est très fréquent et sa place est marquée par les grands services qu'elle rend aux chimistes. Il ne serait donc point superflu de dire quelques mots sur la manière la plus rationnelle et la plus expéditive pour préparer les liqueurs titrées diverses et d'indiquer les moyens pratiques pour les vérifier. Nous compléterons cette étude par une note sur la préparation de quelques réactifs spéciaux en usage dans les laboratoires industriels.

#### A. — Liqueurs titrées

Selon leurs principes absolument différents on divise les liqueurs titrées en trois groupes distincts :

GRUPE I. — Liqueurs basées sur la *saturation mutuelle* d'acide et d'alcali. Telles sont les liqueurs alcalimétriques et acidimétriques.

GRUPE II. — Liqueurs basées sur l'*oxydation ou la réduction* de certains corps. Telles sont les liqueurs cuivriques pour le dosage des sucres réducteurs, les liqueurs iodométriques et celles au permanganate de potasse.

GRUPE III. — Liqueurs basées sur la *formation de précipités insolubles*, telles que la liqueur d'argent pour le dosage du chlore, la liqueur de savon pour le dosage hydrotimétrique de la chaux, la liqueur d'urine pour le dosage de l'acide phosphorique, etc.

Presque toujours, le terme final d'un titrage volumétrique est indiqué par un changement de couleur ; quelques liqueurs du groupe III ne présentent cependant pas cet avantage et l'on est obligé de recourir à des moyens moins expéditifs pour reconnaître la fin du titrage.

Nous n'avons pas à revenir sur la préparation des liqueurs cuivriques, que nous avons décrite dans tous ses détails dans le chapitre VIII. Nous ne nous occuperons pas plus des autres liqueurs appartenant aux groupes II et III

dont l'usage en sucrerie est rare ; nous nous bornerons seulement aux liqueurs du groupe I, c'est-à-dire à l'*alcalimétrie* proprement dite qui joue un rôle des plus importants dans la chimie sucrière. D'ailleurs, l'alcalimétrie est en quelque sorte la base de l'*analyse volumétrique*, et lorsqu'on dispose d'une liqueur alcalimétrique bien titrée on est aisé de préparer et de vérifier les liqueurs appartenant aux autres groupes.

Les liqueurs titrées en général sont de deux sortes :

a) On désigne sous le nom de *liqueurs normales* celles qui renferment par litre l'*équivalent* du corps exprimé en grammes, en donnant au mot d'*équivalent* sa définition la plus large, c'est-à-dire le poids de la molécule du corps actif considéré comme monatomique: ainsi l'acide sulfurique ( $H^2SO^4$ ), dont le poids moléculaire est de 98, aura pour nous un équivalent de 49, pour correspondre à la potasse caustique hydratée (KOH), dont le poids moléculaire est de 56 ; 49 grammes d'acide sulfurique monohydraté saturant en effet 56 grammes de potasse caustique hydratée.

b) Les autres liqueurs titrées, dites *arbitraires*, sont préparées de telle sorte qu'un centimètre cube correspond à 1 centigramme de l'élément dosé. Telle est par exemple la *liqueur azotométrique*, employée de préférence dans les laboratoires de chimie agricole ; un centimètre cube de cette liqueur correspond à *un centigramme d'azote à l'état d'ammoniaque* (résultant de la combustion de la matière azotée avec de la chaux sodée, suivant la méthode Warrentrapp-Will-Péligot), ou à *deux centigrammes de choux vive*, une circonstance qui rend très pratique l'usage de cette liqueur dans les laboratoires de sucrerie, où l'on a souvent à faire des dosages de chaux dans les différents produits sucrés.

L'équivalent de l'azote étant 14, un centimètre cube d'une *liqueur alcalimétrique normale* correspondra à 0 gr. 014 d'azote à l'état d'ammoniaque. Il s'en suit que le rapport de la *liqueur normale à la liqueur azotométrique* est comme 10 à 14 ; en mélangeant 1 litre d'*acide normal* avec 400 c. cubes d'eau distillée, on aura 1400 c. cubes de *liqueur acide azotométrique*.

Quelle que soit la *liqueur acide* employée, il faut préparer une liqueur alcaline équivalente à la liqueur acide, de sorte que le moindre excès de l'une ou de l'autre, soit une goutte d'acide ou d'alcali, puisse être constaté par sa réaction. Les liqueurs normales bien préparées se saturant mutuellement à volumes égaux, et le titrage se fait aisément à un dixième de centimètre cube de près. Les liqueurs acides sont généralement préparées à l'acide sulfurique ou chlorhydrique, qui se conservent très bien ; les liqueurs alcalines

sont préparées avec de la potasse caustique ou avec de l'ammoniaque, qu'on conserve dans des bouteilles bien bouchées (1).

### *Préparation des Liqueurs normales.*

1) La liqueur acide normale doit contenir 49 grammes d'acide sulfurique monohydraté ( $H^2SO^4$ ) ou 36 gr. 5 d'acide chlorhydrique (HCl) par litre. Comme il est toujours nécessaire d'ajouter ensuite un peu d'eau pour amener la liqueur au titre exact, il est bon de la préparer un peu plus forte, afin qu'elle contienne par exemple 50 grammes ( $H^2SO^4$ ) ou 37 grammes (HCl) par litre. Pour cela, on prépare d'abord un mélange d'acide concentré et d'eau distillée, on agite l'acide étendu pour le rendre homogène, on verse dans une éprouvette et l'on détermine la densité avec un densimètre ou un aéromètre Baumé; on recherche ensuite dans les *Tables de Kolb* (2) la teneur correspondant à  $H^2SO^4$  ou HCl. Connaissant le titre de l'acide étendu, on en mesure une quantité déterminée renfermant 50 grammes  $H^2SO^4$  ou HCl, et l'on ajoute de l'eau de manière à parfaire le volume d'un litre.

Soit par exemple que la densité de l'acide sulfurique étendu est de 1,241 (28° Bè), ce qui correspond à la teneur de 400 grammes  $H^2SO^4$  par litre, on en prendra  $\frac{50 \times 1000}{400} = 125$  c. cubes qu'on mélangera avec de l'eau de manière à faire un litre de liquide. Après mélange parfait, l'acide ainsi préparé aura la densité de 1,032 (4°4 Bè) environ. L'acide chlorhydrique préparé dans les mêmes conditions aura une densité de 1,018 (2°6 Bè) environ.

2) La liqueur potassique normale contient par litre 56 grammes KOH, et la liqueur sodique normale — 40 grammes NaOH par litre. On prépare une liqueur un peu plus forte, en dissolvant par exemple 60 grammes de potasse caustique dans de l'eau, de manière à former un litre de liquide.

3) Ces deux liqueurs étant faites, on verse la liqueur alcaline dans une burette graduée en centimètres cubes et fraction de centimètre cube. On me-

1. Il est pratique, pour la liqueur potassique, de la conserver dans une bouteille-siphon, fermée d'un bouchon percé donnant passage à un tube recourbé à l'angle droit, rempli de chaux sodée, afin de priver de son acide carbonique l'air pénétrant dans la bouteille. C'est exactement la disposition que nous avons recommandée pour la conservation du sous-acétate de plomb (voir page 157, figure 32, *bouteille-siphon L*).

2. Ces tables se trouvent dans tous les manuels de chimie, etc., et dans tous les traités de chimie analytique (voir *Agenda du Chimiste*, 1890, pages 58-59).

sure ensuite, avec une pipette, 20 c. cubes de la liqueur acide que l'on verse dans une capsule de porcelaine, on y ajoute deux ou trois gouttes de teinture de tournesol (préparée selon la description donnée chapitre X, page 210) qui colore le liquide dans la capsule. Chaque addition d'acide provoque une coloration bleue qui disparaît aussitôt qu'on agite le liquide. Vers la fin, l'intensité de la couleur bleue augmente sensiblement, et ne disparaît que lentement. On y ajoute la couleur alcaline goutte à goutte, et l'on s'arrête aussitôt que le liquide aura pris un ton bleu violacé, sans changer sa couleur après l'agitation. Le changement de couleur est très sensible : une goutte en moins laissera encore la couleur rouge, une goutte en plus amènera la couleur bleu-ciel (1).

On observe le volume usé pour la saturation, soit par exemple 19,5 c. cubes de liqueur alcaline pour 20 c. cubes de liqueur acide. Pour le moment, il importe peu que les deux liqueurs seaturent mutuellement à volumes égaux ; on en établit seulement la proportion que l'on note.

4) Il s'agit maintenant de fixer le titre exact de chacune de ces liqueurs. Pour cela on se sert de *carbonate de soude chimiquement pur*, qu'on obtient en chauffant dans une capsule de platine un peu de *bicarbonate de soude* (1) de pharmacie, qu'on place dans un fourneau à moufle porté au rouge sombre ; l'acide carbonique se dégage et il reste *du carbonate de soude pur et fondu*. 20 centimètres cubes d'acide normalaturent exactement 1 gr. 06 de ce sel, en formant un sel de soude neutre avec dégagement d'acide carbonique.

Il est pratique de chauffer sur un bec de gaz la capsule contenant le carbonate de soude et de la placer ensuite sous la cloche d'un dessiccateur. Après refroidissement on brisera le sel fondu, on en prendra un ou deux grains qu'on pèsera rapidement sur un verre de montre et l'on dissoudra ensuite dans de l'eau distillée chaude. On introduira la solution dans un matras conique et l'on y ajoutera 20 c. cubes de la liqueur acide, en agitant doucement le matras. Le sel carbonique se décompose avec dégagement de gaz ; on chauffera le liquide afin d'en chasser l'acide carbonique, on y ajoutera alors quelques gouttes de teinture de tournesol qui colorera en rouge s'il y a un excès d'acide (il y en a toujours si l'on a pesé moins de 1 gramme de sel), et l'on y

1. Le tournesol en grains contient encore une autre couleur moins sensible qu'il faut éliminer par une macération préalable à l'alcool.

2. Le bicarbonate de soude de commerce peut être purifié par un lavage à l'eau froide qui enlèvera les chlorures et les sulfates, en laissant presque intact le bicarbonate.

versera goutte à goutte la liqueur alcaline contenue dans une burette graduée, en agitant le liquide, jusqu'à la parfaite saturation de l'excès d'acide, qu'on reconnaît par le changement de couleur. On observera le volume de liqueur alcaline, et l'on établira d'abord le volume de liqueur acide équivalent, les deux liqueurs étant dans une proportion connue. Soit par exemple qu'on a pesé 0 gr. 60 de carbonate de soude, ajouté 20 c. cubes d'acide et titré avec 8.8 c. cubes de liqueur alcaline. La proportion  $8.8 : x = 19,5 : 20$  donne  $x = 9$ , c'est-à-dire que 8.8 c. cubes de liqueur alcaline équivalent à 9 c. cubes de liqueur acide, d'où  $20 - 9 = 11$  c. cubes de liqueur acide usés par la saturation de 0 gr. 60 carbonate de soude. L'équivalent du carbonate de soude étant de 53, on établira la quantité d'acide nécessaire pour saturer 53 grammes ce sel. On aura par exemple :

$$11 : 0.60 = x : 53, \text{ d'où } x = 971.7.$$

La liqueur acide est donc un peu trop forte, puisqu'elle contient dans 971.7 c. cubes l'acidité de 1 litre d'acide normale, et il faudrait l'étendre avec de l'eau dans une proportion convenable. Mais avant de procéder à cette dernière opération, il est bon de peser encore une fois quelques grains de carbonate de soude fondu et de répéter l'essai comme il vient d'être expliqué. Supposons que le second essai, calculé pour 53 grammes de carbonate de soude, ait donné 972.6 c. cubes; on en prendra la moyenne, qui sera de 972 c. cubes.

5) Pour ramener maintenant la liqueur acide au titre exact, il suffirait d'en mesurer 972 c. cubes et d'y ajouter 28 c. cubes d'eau afin de parfaire le volume de 1 litre et de mélanger la liqueur par retournement, pour la rendre homogène, et l'on aura une liqueur acide *normale* au titre exact. Toutefois, si l'on a fait trois essais à 20 c. cubes, on a usé 60 c. cubes de liqueur, il n'en reste que 940 c. cubes en tout. La proportion  $x : 940 = 28 : 972$  donne  $x = 27.1$ ; on ajoutera donc 27.1 c. cubes d'eau distillée, qu'on mélangera intimement avec les 940 c. cubes de liqueur restée, et l'on aura *l'acide normal*.

Bien que la liqueur normale ainsi obtenue doit être exacte, il est prudent de la vérifier. Pour cela, on pèse de nouveau un peu de carbonate de soude qu'on dissout dans de l'eau distillée et l'on y ajoute 20 c. c. de liqueur acide normale; on fait bouillir, on colore avec du tournesol et l'on sature avec de la liqueur alcaline l'excès d'acide. Ensuite on prend 20 c. c. de liqueur acide qu'on colore avec du tournesol et l'on titre avec la liqueur alcaline afin d'en

établir la proportion ; soit par exemple qu'on emploie 19 c. c., de liqueur alcaline pour 20 c. c. de liqueur acide. Connaissant cette proportion, on établira le volume d'acide correspondant au volume de liqueur alcaline usé pour la saturation de l'acide libre resté de l'essai avec le carbonate de soude, et l'on aura par différence le volume d'acide usé pour la saturation du carbonate.

On calcule ensuite le volume d'acide nécessaire pour la saturation de 53 grammes  $\text{Na}^2 \text{CO}^3$ . Si la liqueur est bien titrée, on doit arriver au chiffre de 1000 c. cubes.

Si cet essai aurait donné un chiffre inférieur à 1000, soit par ex. 994, on établirait la proportion d'eau à ajouter, soit dans ce cas

$$x : 1000 = 6 : 994, \text{ d'où } x = 6.04.$$

6) Une fois la liqueur acide ramenée au titre exact, il faut procéder au titrage de la liqueur alcaline. Cette opération ne présente plus de difficulté. Connaissant la proportion entre les deux liqueurs, soit 19 : 20, on trouvera que 950 c. c. de liqueur alcaline équivalent à 1 litre d'acide et que, par conséquent, il faudrait étendre la liqueur alcaline avec de l'eau dans la proportion de 950 et 50. Comme on a usé à diverses reprises de la liqueur alcaline, il serait impratique d'en établir le volume par calcul ; il faut transvaser la liqueur dans une éprouvette graduée en c. c., en constater le volume et d'ajouter la quantité d'eau calculée pour obtenir la liqueur normale. Le plus simple est d'en mesurer un volume rond, soit 900 c. c. et d'y ajouter 47.4 d'eau distillée ; on mélange ensuite la liqueur afin de la rendre homogène.

Les deux liqueurs normales doivent être bien équivalentes ; elles se satureront mutuellement volume à volume à une goutte près.

7) La préparation de la liqueur azotométrique se fait exactement de la même manière que celle des liqueurs normales. La liqueur acide doit contenir par litre 35 grammes  $\text{H}^2\text{SO}^4$  ou 26 grammes  $\text{HCl}$  et doit saturer 38 grammes de carbonate de soude ; la liqueur alcaline doit contenir par litre 34 grammes  $\text{KOH}$  ou 22 grammes  $\text{NaOH}$  (1).

La table LVIII indique le poids de diverses matières dosées, saturé par un centimètre cube de liqueur normale ou de liqueur azotométrique.

1. Dans quelques laboratoires on prépare une liqueur acide contenant 100 gr.  $\text{H}^2\text{SO}^4$  par litre. Un cm. cube de cette liqueur = 2.041 liqueur normale = 2.857 liqueur azotométrique.

TABLE LVIII

DÉSIGNATION DE CORPS SATURÉS	Un cm. cube de liqueur normale correspond à	Un cm. cube de liqueur azotométrique correspond à
<i>a) Corps saturés par l'acide.</i>		
	gr.	gr.
Soude caustique anhydride (Na <sup>2</sup> O) . . . . .	0 031	0.022
Soude hydratée (NaOH) . . . . .	0 040	0.029
Carbonate de soude (Na <sup>2</sup> CO <sup>3</sup> ) . . . . .	0 053	0.038
Bicarbonate de soude (NaHCO <sup>3</sup> ) . . . . .	0 084	0.060
Potasse caustique anhydride (K <sup>2</sup> O). . . . .	0 047	0.034
Potasse hydratée (KOH). . . . .	0 056	0.040
Carbonate de potasse (K <sup>2</sup> CO <sup>3</sup> ) . . . . .	0 069	0.050
Bicarbonate de potasse (KHCO <sup>3</sup> ) . . . . .	0 100	0.071
Ammoniaque (AzH <sup>3</sup> ). . . . .	0 017	0.012
Chaux vive (CaO). . . . .	0 028	0.020
Carbonate de chaux (CaCO <sup>3</sup> ) . . . . .	0 050	0.0306
Baryte caustique (BaO) . . . . .	0 0765	0.055
Baryte cristallisée (BaO <sup>2</sup> H <sup>2</sup> + 8 H <sup>2</sup> O). . . . .	0 1575	0.112
Carbonate de baryte (BaCO <sup>3</sup> ) . . . . .	0 0985	0.070
Strontiane caustique (SrO) . . . . .	0 0516	0.037
Strontiane cristallisée (SrO <sup>2</sup> H <sup>2</sup> + 8 H <sup>2</sup> O). . . . .	0 1326	0.0947
Carbonate de strontiane (SrCO <sup>3</sup> ) . . . . .	0 0736	0.0526
Magnésie caustique (MgO) . . . . .	0 020	0.0143
Carbonate de magnésie (MgCO <sup>3</sup> ) . . . . .	0 042	0.030
<i>b) Corps saturés par l'alcali.</i>		
Acide sulfurique anhydride (SO <sup>3</sup> ) . . . . .	0 040	0.0286
» » monohydraté (H <sup>2</sup> SO <sup>4</sup> ) . . . . .	0 049	0.035
Bisulfate de soude (NaHSO <sup>4</sup> ) . . . . .	0 120	0.086
» potasse (KHSO <sup>4</sup> ) . . . . .	0 136	0.097
Acide chlorhydrique (HCl) . . . . .	0 0365	0.026
» nitrique (Az <sup>2</sup> O <sup>5</sup> ). . . . .	0 054	0.039
» carbonique (CO <sup>2</sup> ) . . . . .	0 022	0.0157
» oxalique anhydride (C <sup>2</sup> O <sup>3</sup> ) . . . . .	0 036	0.0257
» » cristallisé (C <sup>2</sup> H <sup>2</sup> O <sup>4</sup> + 2 H <sup>2</sup> O). . . . .	0 063	0.045
» acétique (C <sup>2</sup> H <sup>4</sup> O <sup>2</sup> ) . . . . .	0 060	0.043
» tartrique (C <sup>4</sup> H <sup>6</sup> O <sup>6</sup> ) . . . . .	0 075	0.051
Bitartrate de potasse (C <sup>4</sup> H <sup>3</sup> O <sup>6</sup> K) (tartre)	0 188	0.134

*Remarques* : 1. Lorsqu'on titre un carbonate, il faut toujours prendre de l'acide en excès, faire bouillir, ajouter ensuite le pigment employé et titrer ensuite avec de la liqueur alcaline. Le titrage direct à l'acide n'est pas com-

mode, l'acide carbonique libre agissant sur le pigment, masquera le terme final de l'opération.

2) Outre le tournesol, il y a encore toute une série de teintures qui sont employées comme témoins alcalimétrique. Tels sont : *lacmoïde*, *acide rosolique*, *extrait de campêche*, *extrait de curcuma*, *violet de méthylaniline*, *orange de Poirier*, *phénol phtaléique*, *teinture de cochenille* et d'autres. Chacun de ces pigments a ses propriétés particulières qui le rend préférable dans un cas spécial. Le témoin le plus sensible est le *phénol phtaléique* qui colore en beau rouge les alcalins et se décolore par la saturation à l'acide. La *teinture de cochenille* est la seule couleur qui n'est pas influencée par l'acide carbonique.

### B. — Liqueur hydrotimétrique.

MM. Boutron et Boudet ont désigné sous le nom d'*hydrotimétrie* une méthode d'essai destinée à reconnaître la bonne qualité des eaux, en déterminant surtout la quantité de *chaux* et de *magnésie* qu'elles contiennent.

Leur méthode repose sur la propriété que possède le savon de ne rendre l'eau mousseuse que lorsque les sels de chaux et de magnésie qu'elle contient ont été décomposés par le savon.

Ils emploient le savon à l'état de dissolution alcoolique ; cette liqueur d'épreuve se titre avec une dissolution de chlorure de calcium fondu.

On entend par *degré hydrotimétrique* des eaux la quantité de savon qu'elles neutralisent par litre.

Les solutions nécessaires sont :

a). Solution de 0 gr. 25 chlorure de calcium pur et fondu dans 1 litre d'eau distillée, ou de 0 gr. 55 chlorure de baryum cristallisé ( $\text{BaCl}^2 + 2 \text{H}^2\text{O}$ ).

b). Solution de 50 grammes de savon blanc de Marseille dans 800 grammes d'alcool à 90° G. L.. On filtre et l'on ajoute 500 c. cubes d'eau distillée.

c). Solution d'oxalate d'ammoniaque à 1/60.

La burette est graduée de telle façon que 2 c. c. 4 = 23 divisions. Le zéro de la graduation est placé à la seconde division, le volume ainsi réservé contient la quantité de liqueur nécessaire pour faire mousser 40 c. cubes d'eau distillée ; les 22 divisions suivantes correspondent par conséquent à 0,01 de chlorure de calcium dissous dans l'eau distillée. Ce qui fait que 1 degré de savon = 0,00045 de chlorure dans 40 c. c. d'eau ou 0 gr. 0114 par litre.

Le flacon spécial pour cet essai présente des divisions correspondant à 10, 20, 30 et 40 c. cubes.

MODE OPÉRATOIRE. — On ajoute peu à peu la solution *b*, au moyen de la burette hydrotimétrique, à 40 c. cubes de la solution *a*, jusqu'à ce qu'il se forme par l'agitation une mousse de 5 millimètres de hauteur durant au moins 10 minutes. On doit avoir employé 23 divisions de la burette, c'est-à-dire que la solution calcique doit marquer 22 degrés hydrotimétriques. S'il n'en est pas ainsi, on modifiera la composition de la liqueur de savon en y ajoutant de l'eau dans une proportion déterminée.

Pour essayer l'eau, on en prend 40 c. cubes on y verse goutte à goutte, à l'aide de la burette, la liqueur de savon titrée, et l'on agite de temps en temps pour s'assurer si elle produit une mousse qui se maintient au moins pendant dix minutes. On lit sur la burette le nombre de divisions employées : il exprime le degré hydrotimétrique de l'eau, qui correspond très approximativement au poids en centigrammes des sels de chaux et de magnésie contenus dans 1 litre d'eau.

MM. Boutron et Boudet ont employé la méthode hydrotimétrique pour déterminer l'acide carbonique et les divers sels de chaux et magnésie contenus dans les eaux. Pour cela, il faut :

1° Déterminer le degré hydrotimétrique de l'eau, comme il vient d'être dit. — Il donne la quantité des sels terreux contenus dans l'eau.

2° Précipiter la chaux par l'oxalate d'ammoniaque, filtrer, mesurer 40 c. cubes de la liqueur filtrée et prendre le degré. Il donne des sels de magnésie qui restaient dans l'eau après la séparation de la chaux.

3° Faire bouillir pendant une demi-heure une certaine quantité d'eau, afin de décomposer le bicarbonate de chaux ; après le refroidissement, rétablir le volume primitif avec de l'eau distillée, filtrer et prendre le degré hydrotimétrique. Il donne des sels de magnésie et de chaux autres que les carbonates. Le degré doit être diminué de 3 en raison de la solubilité connue du carbonate de chaux dans l'eau.

4° Eliminer par l'oxalate d'ammoniaque les sels de chaux qui n'ont pas été précipités par l'ébullition ; filtrer et prendre le degré hydrotimétrique. Il donne des sels de magnésie qui n'ont été précipités ni par l'ébullition ni par l'oxalate d'ammoniaque. Connaissant le chiffre qui représente les sels de chaux et de magnésie, il suffira de le retrancher du degré hydrotimétrique de l'eau à l'état naturel pour avoir la proportion d'acide carbonique.

Le petit tableau suivant indique le poids de matières diverses par litre, correspondant à 1° hydrotimétrique, l'essai étant fait sur 40 cent. cubes de liquide.

Chaux. . . . .	1° = 0.0057	Sulfate de magnésie. . . . .	1° = 0.0125
Chlorure de calcium. . . . .	1° = 0.0114	Chlorure de sodium. . . . .	1° = 0.0120
Carbonate de chaux. . . . .	1° = 0.0103	Sulfate de soude. . . . .	1° = 0.0146
Sulfate de chaux. . . . .	1° = 0.0140	Acide sulfurique. . . . .	1° = 0.0082
Magnésie. . . . .	1° = 0.0042	Chlore. . . . .	1° = 0.0075
Chlorure de magnésium. . . . .	1° = 0.0090	Savon à 50 % d'eau. . . . .	1° = 0.1061
Carbonate de magnésie. . . . .	1° = 0.0088	Acide carbonique . . . . .	1° = 5°
1° Hydrotimétrique français = 0°56 allemand 0°70 anglais.			

En sucrerie on fait souvent usage de la liqueur hydrotimétrique pour doser la chaux totale dans les produits sucrés (voir chapitre XI page 235).

### C. — Réactifs divers.

Nous n'avons pas l'intention de donner ici la description des réactifs chimiques en général, on la trouvera dans tous les traités de chimie analytique.

Nous allons seulement indiquer quelques réactifs spéciaux dont on fait usage aux analyses de matières sucrées.

1) *Sous-acétate de plomb* (voir chapitre IX p. 160).

2) *Hydrate d'alumine*. On dissout de l'*alun* potassique dans l'eau, on y ajoute de l'ammoniaque en quantité suffisante pour précipiter l'alumine à l'état d'hydrate, on laisse reposer pendant 12 heures, on décante le liquide salin ammoniacal qu'on remplace par de l'eau distillée, on laisse reposer de nouveau, on décante et on lave à l'eau froide jusqu'à disparition de réaction alcaline. Le précipité gélatineux est conservé tel quel, et l'on agite la bouteille avant d'en faire usage, afin de bien délayer l'alumine qu'on emploie comme un clarifiant aux essais saccharimétriques.

3) *Liqueur de tannin*. On dissout environ 160 grammes d'acide tannique dans une quantité suffisante d'alcool chaud et, après refroidissement, on ajoute encore de l'alcool pour parfaire le volume de 1 litre; on filtre si la dissolution n'a pas été complète. On l'emploie avec avantage aux essais saccharimétriques de liquides colorés.

TABLE LIX  
Poids atomiques et équivalents des corps simples

CORPS SIMPLES	SYMBOLE	POIDS ATOMIQUES		GROUPES	ÉQUI-VALENTS
		Clarke	Meyer et Seubert		
Aluminium. . . . .	Al	27.01	27.04	III	13.52
Antimoine. . . . .	Sb	119.96	119.6	V	119.60
Argent . . . . .	Ag	107.67	107.66	I	107.66
Arsenic . . . . .	As	74.92	74.9	III	74.90
Azote . . . . .	Az (ou N)	14.02	14.01	I	14.01
Baryum. . . . .	Ba	136.76	136.86	III	68.45
Bismuth . . . . .	Bi	207.52	207.3	V	207.30
Bore . . . . .	Bo	10.94	10.9	II	10.90
Brome . . . . .	Br	79.77	79.76	I	79.78
Cadmium . . . . .	Cd	111.84	111.7	III	55.85
Calcium. . . . .	Ca	39.99	39.91	II	19.95
Carbone. . . . .	C	11.97	11.97	I	5.99
Cérium . . . . .	Ce	140.42	141.2	V	70.60
Césium . . . . .	Cs	132.58	132.7	III	133.00
Chlore . . . . .	Cl	35.37	35.37	I	35.37
Chrome. . . . .	Cr	52.01	52.45	IV	26.23
Cobalt . . . . .	Co	58.89	58.6	IV	29.30
Cuivre . . . . .	Cu	63.17	63.18	III	31.59
Décipium . . . . .	De	—	171	V	85.50
Didyme . . . . .	Di	144.57	142.1	V	71.05
Erbium . . . . .	Er	165.89	166.0	V	83.00
Etain. . . . .	Sn	117.70	117.35	V	58.70
Fer . . . . .	Fe	55.91	55.88	II	27.94
Fluor. . . . .	Fl	18.98	19.06	I	19.06
Gallium. . . . .	Ga	68.85	69.9	III	34.93
Glucinium . . . . .	Gl	9.08	9.08	III	4.54
Hydrogène. . . . .	H	1	1	I	1
Indium . . . . .	In	113.40	113.4	III	56.70
Iode . . . . .	I	126.56	126.54	I	126.54
Iridium . . . . .	Ir	192.65	192.5	III	96.25
Lanthane . . . . .	La	138.53	138	V	64.00
Lithium. . . . .	Li	7.01	7.01	I	7.01
Magnésium . . . . .	Mg	23.96	23.94	IV	11.97
Manganèse. . . . .	Mn	53.91	54.8	IV	27.40
Mercure. . . . .	Hg	199.71	199.8	III	99.90

TABLE LIX (suite)  
*Poids atomiques et équivalents des corps simples.*

CORPS SIMPLES	SYMBOLE	POIDS ATOMIQUES		GROUPES	ÉQUI-VALENTS
		Clarke	Meyer et Seubert		
Molybdène . . . . .	Mo	95.53	95.9	III	47.95
Nickel . . . . .	Ni	57.93	58.6	IV	29.30
Niobium . . . . .	Nb	93.81	93.7	V	46.85
Or. . . . .	Au	196.16	196.2	IV	196.20
Osmium . . . . .	Os	198.49	195	V	97.50
Oxygène . . . . .	O	15.96	15.96	II	7.98
Palladium . . . . .	Pd	105.74	106.2	IV	53.10
Phosphore . . . . .	P	30.96	30.96	III	30.96
Platine . . . . .	Pt	194.41	194.3	III	97.15
Plomb . . . . .	Pb	206.47	206.39	II	103.20
Potassium . . . . .	K	39.02	39.03	I	39.03
Rhodium . . . . .	Rh	104.05	104.1	IV	52.05
Rubidium . . . . .	Rb	85.25	85.2	II	85.20
Ruthénium . . . . .	Ru	104.22	103.5	IV	51.75
Samarium . . . . .	Sa	—	150.02	V	75.01
Scandium . . . . .	Sc	43.98	43.97	III	21.98
Sélénium . . . . .	Se	78.80	78.87	III	39.44
Silicium . . . . .	Si	28.19	28.0	IV	14.00
Sodium . . . . .	Na	23.00	22.99	I	23.00
Soufre . . . . .	S	31.98	31.98	I	15.99
Strontium . . . . .	Sr	87.37	87.3	III	43.65
Tantale . . . . .	Ta	182.14	182.0	V	182.00
Tellure . . . . .	Te	127.96	127.7	IV	62.50
Thallium . . . . .	Tl	203.71	203.7	V	203.70
Thorium . . . . .	Th	233.41	231.96	V	116.00
Thulium . . . . .	Thu	—	170.7	V	170.70
Titane . . . . .	Ti	49.85	50.25	V	25.00
Tungstène . . . . .	Tu (ou w)	183.61	183.6	III	91.80
Uranium . . . . .	U	238.48	239.8	V	119.90
Vanadium . . . . .	V	51.26	51.1	II	51.10
Ytterbium . . . . .	Yb	172.76	172.6	V	86.30
Yttrium . . . . .	Y	89.82	89.6	V	44.45
Zinc . . . . .	Zn	64.90	64.88	IV	32.44
Zirconium . . . . .	Zr	89.37	90.4	V	45.20



# TABLE DES MATIÈRES

## A

Acide acétique titré (pour l'essai de sucrares).	24
— aspartique.	46
— phosphorique, dosage.	381-410
— rosolique (pour alcalimétrie).	232-418
— titré au trois quarts du normal.	251-394
Acides normal et azotométrique.	413
— organiques contenus dans le jus de betteraves.	44
Action des acides sur le sucre de canne.	15-16
Alcalinité, dosage de l' — dans les jus sucrés.	231-240
— — — masses-cuites.	242
— — — mélasses.	209
Alcalins. dosages des — dans les calcaires.	388
Alcali-terreux combiné avec les acides organiques.	249
— libre (dans les sucrares).	246
Altération du sucre par la chaleur.	14-15
Appareil-analyseur Olivier Lecq (pour l'essai de betteraves-mères).	324
— pour le dosage pondéral de l'acide carbonique.	383
— Scheibler pour l'extraction alcoolique (ancien).	296
— — — (nouvel).	302-303
— Sickel-Soxhlet	299,304
Appareils Pellet pour la digestion aqueuse.	312-315
Apoglucique (acide).	16
Arabinose (propriétés de l').	39-48
Aéromètre ou densimètre	72-199
Asparagine.	46

## B

Bain de sable tournant d'Olivier Lecq.	324
— marie avec thermosiphon.	323
Balance hydrostatique de Mohr-Westphal.	69-71-230
Ballon diffuseur de Pellet.	313
Barème des cendres.	173
Baryte (essai de matières contenant de la — ).	401-405
Bétaïne, présence de la — dans le jus de betteraves.	45
Betteraves (dosage direct du sucre dans les).	293-319
— essai de —	267-293
— mères (sélection chimique de — ).	319-330
MATIÈRES SUCRÉES	28

Bière (essai de — ).	360
Brûleur Laurent.	103-104

**C**

Calcaires (essai de — ).	382-384
Calcimètre Sidersky.	375-376
Cannes, analyse directe de — par extraction alcoolique.	334
— — — lessivage à l'eau.	333
— — — indirecte.	331
— prise d'échantillon.	330
Capsule à fond plat (pour incinération).	165
Caractères et phases de la réduction cuivrique.	126
Carbonate de baryte (V. Withérite).	126
— chaux, dosage calcimétrique.	374-384
— — — pondéral.	383
— — — alcalimétrique	384
— soude chimiquement pur (préparation de — ).	415
— strontiane (V. Strontianite).	
Carbone, dosage de — dans le noir animal.	379
Carbonimètre Raffy.	407
— Sidersky.	407-408
Causes d'erreurs dans l'analyse de sucres bruts.	198
Célestine (sulfate de strontiane).	392
Cendres, dosage dans les jus sucrés.	229
Cendres, dosage dans les masses-cuites.	241
— — — mélasses.	209
— — — sucres bruts, méthode commerciale.	170
— — — — de la Régie.	184
Chaleur, altération du sucre par la —.	14-15
Chaux totale, dosage dans les jus sucrés.	234-235
— — — masses-cuites.	242
— vive, essai de —	388-390
Cholestérine, présence de la — dans les mélasses.	49
Classification des sucres.	1-3
Coefficient glucosique (V. quotient glucosique).	
Coefficient salin	230-241-249
Colorimètre Laurent.	371-373
Combinaisons du glucose.	26-27
Combinaisons du sucre.	17-22
Composition des cendres normales de sucres de betteraves.	187
» et constitution du sucre de canne.	4
Comptabilité chimique de sucrerie.	335-350
Coniférine, présence dans le jus de betteraves.	49
Contrôleur-mesureur automatique de jus.	341-343
Correction des degrés Balling.	76

— densités	74-75
— — de mélasses	200-203
Cossettes épuisées de la diffusion.	259
Cristallisation et solubilité du sucre de canne.	4
Cristaux de baryte, essai de —.	402
— strontiane, essai de —.	394
Cyanure de mercure — préparation de la solution de —.	353
Cyclamose, propriétés du —.	32

## D

Dambose, propriétés.	34
Densité de jus de betteraves.	278-279
— masses-cuites.	238-242
— mélasses (méthode aréométrique).	200
— — méthode de précision.	201-202
— détermination de la —.	66-77
— du sucre de canne.	5
Densités de l'eau aux différentes températures.	67
— des solutions sucrées (tables).	53-54-57-68
— et matières dissoutes des jus sucrés.	230
Dessiccateur à cloche.	167
— de Scheibler.	167
Destruction du sucre de canne.	16
Dextrane.	39-49
Dextrine, dosage de la — dans les glucoses	352
Dextrose (V. Glucose).	
Diffusion aqueuse de betteraves-mères.	326
Digestion alcoolique de Rapp-Degener.	305-307
— — de Stammer.	307-310
— aqueuse à chaud de Pellet.	311
— — — Vivien.	318
— — froid et instantanée.	317

## E

Eau, (dosage de l') — v. humidité.	
Eaux de dégraissage des filtres.	265
— des presses à pulpe.	262
— de vidange des diffuseurs.	262
— d'exosmose.	252
— (Essai des —).	120
— mères de sucraterie.	250
Ébullition, (points d' — ) des solutions sucrées.	6-7
Échantillonneur automatique de jus (Horsin-Déon).	344

Échelle saccharimétrique et vernier.	86
Écumes de carbonatation, dosage du sucre soluble.	263
— — — — total.	263
— non carbonatées, (analyse des —).	264
Emploi général du saccharimètre.	112-116
Éolypile de Laurent.	105
Éprouvette de Stammer.	405-406
Erreurs qui se glissent dans le dosage du sucre.	116-119
État physique du noir animal.	369
Étuve fonctionnant avec le vide.	168
— Wiesnegg.	165-166
Eucalyne, (propriétés, etc., de l' —).	33
Explication théorique de la méthode calcimétrique.	374-375
xtracteurs (v. appareils pour l'extraction alcoolique).	
xtraction alcoolique, ancien procédé Scheibler.	295
— — nouveau — —	301
— — procédé Sichel-Soxhlet.	297

## F

Fermentation de l'urine et différence des densités.	365
— (essai de — ).	354
— lactique.	48
— rotation, réduction etc.	13-14
Flacon à densité (pycnomètre)	66
Flacons-burettes, système Gallois et Dupont.	233
Folle-farine, détermination dans le noir.	368
Foret-râpe Keil pour l'essai de betteraves-mères.	327-322
Fourneau à incinération de Coton et Adnet.	176
— — de Courtonne.	177
— — de Scheibler (en platine).	178
— — de Wiesnegg.	175
Frais de grénouilles (v. gomme de betteraves).	
Franges, (saccharimètre à — ).	110-118

## G

Galactose (glucose lactique).	32-33
Gaz carbonique (essai de — ).	405-409
Glucique, formation d'acide —.	16
Glucose, constitution, solubilité, pouvoir rotatoire.	24
— fermentation.	26
— réduction.	25
— dosage dans les produits sucrés (voir inverti)	
— — — urines diabétiques.	360-367
Glucoses de commerce (essai de — ).	351-355

Glucosomètre Fiebig.	365-367
Glutamine et acide glutamique.	46-47
Gomme de betteraves (frais de grénouilles)	48-49

## H

Hâche-viende, système Gallois et Dupont.	271-273
Humidité (dosage de l' — ) dans les masses cuites.	240
— — — mélasses.	207
— — — le noir animal.	368
— — — les pierres calcaires.	382
— — — potasses brutes.	409
— — — sucres bruts.	164-169
Hydrate d'alumine pour clarifier les solutions sucrées.	158
— — (préparation de l' — ).	421

## I

Influence de la température sur la lecture saccharimétrique.	117
Incinération, mode opératoire.	171
— — — précautions à prendre.	172
Inosite (propriétés et formule de l' — ).	33-34
Inversion cuivrique (analyse de mélasses).	206
— du sucre.	15-16
— optique de Clerget.	190
— — pour l'essai de mélasses.	205
— (perte de sucre par l' — ).	349
Inverti, (dosage du sucre — ) au moyen de la liqueur de Soldaïni.	147
— — — dans les jus sucrés.	223-228
— — — dans les masses cuites.	239
— — — mélasses.	207
Inverti, dosage du sucre — dans les sucres bruts.	161
— — — — par la méthode Herzfeld.	162
— — — — par la méthode de la Régie.	182
Inverti, sucre, composition.	27
— — propriétés.	28
— — solubilité.	29
Iodure mercurique (solution de — ).	356
Isodulcite, propriétés.	36

## J

Jus de betteraves, analyse.	278
— — — préparation.	269
Jus sucrés (v. liquides sucrés).	

**L**

Lactose (essai de — ).	355-357
— (propriétés du — ).	30-31
Lait de chaux (essai de — ).	390
— (richesses et densités de — ).	390
Lame de quartz de l'épaisseur demi-onde.	95-96
Lampe pour le saccharimètre à compensateur.	109
Lévulose, pouvoir rotatoire, formule de structure.	27
— (préparation du — ).	26
Liqueur d'épreuve de Vivien.	233
— de tannin	421
— hydrotimétrique (liqueur de savon).	235 et 419
— Fehling (préparation de la — ).	122
— Knapp.	152
— Sacchse.	152
— Soldaini (dosage au moyen de la — ).	147
— — méthode gravimétrique.	148
— — nouvelle méthode volumétrique.	149
— — (préparation de la — ).	147
Liqueurs azotométriques.	413
— cuivriques, diverses formules.	121
— mercuriques.	152
— normales.	413
— titrées (division des — en trois groupes).	412
— — (préparation des — ).	411
Liquides sucrés (analyse de — ).	212-237
Lumière polarisée (définition et théorie de la — ).	77-80

**M**

Magnésie (dosage de la — ).	381 et 420
Maltose (essai de — ).	360
— (propriétés des — ).	30
Manipulations du saccharimètre Laurent.	98-102
Mannite (propriétés de la — ).	34-35
Masses-cuites (essais de — ).	238-242
— (nouvelle méthode d'analyse).	242-245
— (prise d'échantillon).	238
Matières dissoutes apparentes.	213
— (détermination des — dans les jus de betteraves).	279
— — — — — sucrés.	230
— réelles.	235 et 240
Matières insolubles (marc) de la betterave.	41-42
— intercellulaires	41

— minérales —	44
— organiques azotées —	45-46
— — dosage dans les masses-cuites.	242
— — — mélasses.	209
— — — sucres bruts.	178
— pectiques de la betterave.	47-48
Mélasse (essai de —).	199-211
Mélasse unitaire.	255
Mélassigènes (propriétés — de certains sels).	11-13
Mélitose.	38-39
Mélizitose.	32
Mesurage du sirop pour l'essai saccharimétrique (Méthode Spencer).	221
Méthode commerciale d'analyse de sucres bruts.	156-178
— de la régie — — —	179-189
— Fehling perfectionné par Violette.	122-130
— gravimétrique Allihn et Maerker.	133
— rapide de Barbet.	236
— volumétrique de Soxhlet.	
Moulin à cossettes, système Soukow et C <sup>e</sup> .	309
— épreuves pour l'essai de cannes.	333

## N

Noir animal (analyse complète du —).	379-381
— (dosage du sucre dans le —).	265
— (essai chimique du —).	374-379
— (essai physique du —).	368-373
Non-sucre, définition.	44
— dosage dans les jus sucrés.	222
— réel.	236-237

## O

Observations de Soxhlet sur la réduction du cuivre.	113
Osmose, essais comparatifs.	254
— — de produits (d' —).	251-258

## P

Parasaccharose.	23
Parenchyme (de la betterave).	40
Pectiques (V. matières pectiques).	
Pectine, parapectine, etc.	47-48

Pertes connues (calcul des — ).	347
— inconnues	349
— par inversion.	349
Phenacétoline.	234-389-418
Phénol phtaléique.	232-418
Pinite, (propriétés du — ).	36
Polarimètres et saccharimètres à couleurs.	84-89
Polarisation directe (dosage du sucre dans les mélasses).	204
— par double réfraction.	79
— par réflexion.	78
— par rotation.	79-80
— par simple réfraction.	78
Polariseur Laurent (détails du — ).	95-96
Polaristrobomètre Wild.	112
Potasse brute (essai de — ).	409-411
Pouvoir absorbant pour la chaux (d'un noir).	370
— décolorant (d'un noir).	370
rotatoire spécifique (définition et théorie du — ).	80-82
— — — des différents sucres.	32-84
Préparation du jus de betteraves.	269-278
— de la liqueur hydrotimétrique.	419
— de la pulpe — crème (Stammer).	308
— des liqueurs normales.	414
— — — titrées.	411
Presse à levier.	274
— à manomètre de Vlasto et Jean.	275
— à vis.	274
— spéciale pour l'essai de betteraves-mères.	325-326
— stérhydraulique.	276-277
Prise d'échantillon de betteraves.	267-269
— — de masses-cuites.	238
— — pierres calcaires.	382
Prisme biréfringent.	92
— de Nicol.	79
— Jellet-Cornu.	90-92
Procédé gravimétrique pour le dosage de glucose.	133-141
— Mohr préconisé par Mategczek.	142
— saccharimétrique.	325
— Violette pour l'essai des betteraves-mères.	320
Procédés volumétriques.	121-142
Procédé Weil préconisé par Pellet.	143
Propriétés des sucres.	2-3
Protoplasma.	41
Pulpe-crème pour la digestion alcoolique.	307-309
Pulpe de presses hydrauliques.	258
Pycnomètre de Sprengel.	68
— ou flacon à densité.	66

**Q**

Quantité de jus contenue dans les betteraves.	41
— — — — (Détermination de la—).	289-290
— de sucre en suspension dans l'usine.	338
— — entré dans l'usine.	339
— — sorti de l'usine.	345
Quercite (propriétés du —).	36
Quotient cendres.	230
— glucosique.	229-330
— de pureté.	222-231-248

**R**

Raffinosates, formation et formules.	38
Raffinose, dosage du — dans les sucres bruts.	191
— — Méthode Creydt.	191
— — — Lindet.	196
— présence du — dans les betteraves.	43
— (propriétés du—).	37
Râpe centrifuge Le Docte.	272-273
— conique de Pellet et Lomont.	270-271
— à tambour.	270
— — et à pousseur articulé.	271
Réactifs divers.	421
Réduction de la liqueur cuivrique, observations de Soxhlet.	113
— par l'hydrogène du sous-oxyde de cuivre.	135
Rendement en raffiné (calcul du —).	179-256
Représentation des résultats de l'analyse de potasse brute.	411
Reproducteur de la teinte sensible.	87
Résidus de la défécation (essai de —).	263
— de la fabrication.	258-266
— de la filtration.	265
— de l'extinction de strontiane.	397-400
— de l'extraction du jus.	258
Rotation, réduction et fermentation du sucre de canne.	13-14

**S**

Sable, acide silicique etc., dosage dans les calcaires.	387
Saccharimètre à couleurs.	84-89
— à franges.	110-112
— à pénombre de Jules Duboscq.	90-93
— de Laurant à lumière jaune.	97-98
— — — ordinaire.	103-107
— de Schmidt et Hensch.	107-108

—	Soleil.	85
—	Soleil-Wenzke-Scheibler.	88
Saccharine de Fahlberg.		
		39
Saccharine (de Péligot) et acide saccharinique.		
		39
Saccharomètres de Balling, Dupont et Vivien.		
		72
Saccharose ou sucre de canne, définition.		
		3
—	— propriétés du —	4
Saccharosides.		
		22
Sélection chimique de betteraves-mères.		
		319-330
Sirop, dosage du sucre dans le.		
		220
—	— mesurage du — pour le dosage du sucre.	221
—	— osmosé.	252
Sirops de glucoses, analyse de —.		
		352-353
Solubilité de la baryte dans les solutions sucrées.		
—	— chaux — —	9
—	— strontiane — —	10
—	— dans l'eau.	393
—	— des matières étrangères dans les solutions sucrées.	8
—	— du sucre de canne dans l'eau.	6
—	— — les mélanges d'eau et d'alcool.	7
Sonde demi-cylindrique pour l'essai de betteraves-mères.		
		322
—	— à levier système Olivier-Lecq.	323
Sorbitose.		
		33
Sous-acétate de plomb, préparation du —.		
		160
Spate pesant (sulfate de baryte) essai de.		
		404
Strontiane, dosage de —.		
		394-400
Suerates alcalins.		
—	— de baryte.	17
—	— chaux.	18
—	— plomb.	20-21
—	— strontiane.	21
—	— essai de —.	18
		245-251
Sucre cristallisable, dosage dans le jus de betteraves.		
		286
—	— — — les liquides sucrés.	214-231
—	— — — — masses-cuites.	239
—	— — — — mélasses.	204
—	— — — — sucres bruts.	156-180
Sucre, dosage direct du — dans les betteraves —.		
		293-318
—	— dans le lait.	355-357
—	— % de betteraves.	288
—	— inverti (V. inverti).	
Sucres bruts, essai de —		
		155-199
—	— — méthode commerciale.	156-178
—	— — — de la Régie.	179-189
Sucrocarbonates, formation de —		
		22
Sulfate de baryte (V. spate pesant).		
—	— chaux, dosage de —.	380-387
—	— strontiane (V. célestine).	
Sulfure de calcium, dosage dans le noir.		
		380

**T**

Table I	Densités et degrés Baumé des solutions sucrées à différentes températures (Flourens).	6
II	Solubilité du sucre dans les mélanges d'eau et d'alcool (Scheibler).	7
III	Solubilité de la chaux dans les solutions sucrées (Berthelot et Peligot).	9
IV	Solubilité de la baryte (Pellet).	9
V	— strontiane (Sidersky).	10
VI	— du monosucrate de strontiane (Scheibler).	19
VII	Densités des solutions de dextrose (Salomon).	24
VIII	— — sucre inverti (Herzfeld).	29
IX	Densités correspondant aux degrés Balling (Balling).	53
X	Degrés Balling correspondant aux degrés Baumé (Balling).	54
XI	Densités des solutions sucrées (Barbet).	57
XII	Densités, degrés Vivien et degrés Dupont (Gallois et Dupont).	58
XIII	Comparaison entre les degrés saccharométriques (Brix-Dupont et Vivien), les densités et les degrés Baumé de solutions sucrées. (Gallois et Dupont).	59-66
XIV	Densités de l'eau aux températures ordinaires (Rossetti).	67
XV	Correction des densités suivant les températures (Dupont).	74-75
XVI	Correction des degrés Balling (E. Sacchs).	76
XVII	Sucre correspondant aux degrés saccharimétriques (Sidersky et Schmitz).	115
XVIII	Coefficients pour les degrés saccharimétriques suivant les températures (Mategczeck).	117
XIX	Formules de quelques liqueurs cuivriques (divers).	121
XX	Diverses phases de la réduction de la liqueur cuivrique (Violette).	127
XXI	Dosage du dextrose (Allihn).	137-138
XXII	— sucre inverti (Meissl).	
XXIII	— — en présence du saccharose (Meissl).	140
XXIV	Dosage de sucre de lait (lactose) (Soxhlet).	141
XXV	— sucre inverti en quantités minimales (Herzfeld).	163
XXVI	Barème des cendres pour incinérations sulfuriques (Gallois et Dupont).	173-175
XXVII	Titrage de sucre inverti au moyen de la liqueur Fehling (Bardy).	183
XXVIII	Calcul des cendres sulfuriques (Bardy).	185
XXIX	Composition des cendres de sucres bruts (Bardy).	187-189
XXX	Table pour l'inversion optique (J. T. Bird).	192-195

Table XXXI	Correction des degrés Baumé des mélasses (Collardeau-Vacher)	200
XXXII	Correction des densités des mélasses (Pellet et Biard).	203
XXXIII	Tables de polarisation pour les saccharimètres français, sans sous-acétate de plomb (Sidersky et Dupont).	216
XXXIV	Tables de polarisation avec sous-acétate de plomb (Sidersky et Dupont).	217
XXXV	Tables pour saccharimètres allemands, sans sous-acétate de plomb (Schmitz).	218
XXXVI	Tables pour saccharimètres allemands, avec sous-acétate de plomb (Schmitz).	219
XXXVII	Mesurage du jus pour l'essai saccharimétrique (Spencer).	221
XXXVIII	Détermination du quotient de pureté (Kotmann).	224-227
XXXIX	Relation entre pureté réelle et pureté apparente (Barbet).	237
XL	Densités et matières sèches des solutions de masses-cuites à 20 % (Sidersky).	244
XLI	Préparation de l'acide acétique titré pour analyse de sucrares (Sidersky).	248
XLII	Analyse de pulpes épuisées, saccharimètres français (Stammer).	260
XLIII	Analyse de pulpes épuisées, saccharimètres allemands (Stammer).	260
XLIV	Analyse de cossettes épuisées, saccharimètres français (Stammer).	261
XLV	Analyse de cossettes épuisées, saccharimètres allemands (Stammer).	261
XLVI	Analyse de petites eaux (Gallois et Dupont).	266
XLVII	Analyse de betteraves de 5 à 7° densité. (Sidersky).	280-281
XLVII	— de 6 à 8° densité. »	282-283
XLIX	— de 7 à 9° densité. »	204-285
L	Relation entre la richesse saccharine du vesou et sa densité (Biard).	332
LI	Essai calcimétrique de noir animal (Scheibler).	378
LII	Dosage d'acide carbonique (Scheibler).	385
LIII	Dosage de carbonate de chaux (Scheibler).	386
LIV	Densité et teneur en chaux vive du lait de chaux (Blattner).	390
LV	Solubilité de la strontiane à différentes températures (Scheibler et Sidersky).	393
LVI	Strontiane et chaux déduites de l'acide carbonique (Sidersky).	398
LVII	Densités de solutions de baryte (Boyer).	402
LVIII	Corps saturés par un centimètre cube de liqueurs normale et azotométrique (Sidersky).	418
LIX	Poids atomiques des corps simples et leurs équivalents.	422-423

Tables de concordance, explication.	51-52
Tannin, liqueur de —.	421
Teintures diverses employées aux titrages alcalimétriques.	419
Théorie de la méthode calcimétrique.	374-375
Thermorégulateur de Chancel.	166
Thermosiphon.	323
Tissus saccharifère, cellulaire etc., de la betterave.	40
Titration de la liqueur cupro-potassique.	124-145-181
— de protochlorure d'étain.	144
Tournesol, emploi du —.	209-232-419
— papier sensible de —.	210
Tréhalose ou mycose.	32
Tube de contrôle de Schmidt et Hensch.	119
Tube-filtre de Soxlet.	134
Tubes saccharimétriques de Laurent.	102-103
Tube Vivien pour déterminer l'alcalinité du jus.	234

## U

Urines diabétiques, dosage du sucre dans les —.	360-367
— — par fermentation.	364
— — la liqueur cuivrique.	361
— — le glucosomètre de Fiebig.	365
— — le saccharimètre.	363

## V-W

Vanilline, présence de la —, dans les mélasses.	49
Valeur industrielle de betteraves.	290-293
— détermination, méthode Gallois et Dupont.	291
— — nouvelle méthode.	292
Valeur proportionnelle de betteraves.	290
Vérification de ballons jaugés.	158-198
— des saccharimètres.	113-119
Vernier (de l'échelle saccharimétrique).	86
Veson, essai de —.	331
Vinasse, essai de —.	409
Vin, essai de —.	357-360
Vins naturels, essai de —.	357-358
Vins suspects, essai de —.	358-360
Withérite (carbonate de strontiane).	403



AUTEUR  
ANCIEN PROFESSEUR.

CHAIR DE L'ACTION CHIMIQUE D'  
ACADÉMIE (LIBRE) DES SCIENCES DE LYON  
DE L'INSTITUT  
DOCTEUR ÈS-SCIENCES, MEMBRE DE PLUSIEURS SOCIÉTÉS SAVANTES. ETC.

---

3<sup>e</sup> ÉDITION, REVUE ET AUGMENTÉE

---

L'Ensemble de l'ouvrage comprend deux volumes grand in-8 de 500 pages environ,  
avec 235 figures intercalées dans le texte.

Prix de l'ouvrage complet : 30 francs.

---

TRAITÉ THÉORIQUE & PRATIQUE  
**D'ÉLECTROCHIMIE**

PAR

**Donato TOMMASI**

DOCTEUR ÈS-SCIENCES, MEMBRE DE DIVERSES SOCIÉTÉS SCIENTIFIQUES

---

**ELECTROLYSE — GALVANOPLASTIE — DORURE  
ARGENTURE — NICKELAGE — CUIVRAGE, ETC.  
ÉLECTROMÉTALLURGIE  
AFFINAGE ÉLECTRIQUE DES MÉTAUX  
APPLICATION DE L'ÉLECTROLYSE AU BLANCHIMENT  
DES MATIÈRES TEXTILES  
A LA RECTIFICATION DES ALCOOLS, ETC.  
ANALYSE ÉLECTROLYTIQUE**

---

L'ensemble comprend un volume grand in-8 de plus de 1200 pages, avec  
table des matières et table des noms d'auteurs très détaillées.

Prix de l'ouvrage complet : 40 francs.

# L'EXPOSITION UNIVERSELLE

DE 1889

PAR UN COMITÉ D'INGÉNIEURS, DE PROFESSEURS  
D'ARCHITECTES ET DE CONSTRUCTEURS

**Ch. VIGREUX Fils**

Ingénieur des Arts et Manufactures

Inspécteur du service mécanique et électrique à l'Exposition universelle de 1889

Secrétaire de la Rédaction

## ORGANE OFFICIEL

DU CONGRÈS INTERNATIONAL DE MÉCANIQUE APPLIQUÉE

Tenu à Paris du 16 au 21 septembre 1889

SOUS LA PRÉSIDENCE DE M. PHILLIPS, MEMBRE DE L'INSTITUT

### Division de l'Ouvrage

- |   |  |
|---|--|
| 1 <sup>o</sup> PARTIE : Architecture.                         | 8 <sup>o</sup> PARTIE : Electricité et appli-<br>cations.          |
| 2 <sup>o</sup> — La construction.                             | 9 <sup>o</sup> — Marine et arts mili-<br>taires.                   |
| 3 <sup>o</sup> — Les travaux publics.                         | 10 <sup>o</sup> — Arts industriels.                                |
| 4 <sup>o</sup> — Mines et métallurgie.                        | 11 <sup>o</sup> — Industries chimiques.                            |
| 5 <sup>o</sup> — Les chemins de fer.                          | 12 <sup>o</sup> — Génie rural et Divers.                           |
| 6 <sup>o</sup> — Chaudières à vapeur.<br>Machines thermiques. | 13 <sup>o</sup> — Congrès international<br>de mécanique appliquée. |
| 7 <sup>o</sup> — Machines - Outils et<br>hydraulique.         |  |

Cette publication comprendra 12 à 15 volumes, format grand in-8 jésus imprimés avec des caractères neufs; de nombreuses figures seront intercalées dans le texte et plusieurs atlas contiendront environ 250 ou 300 pl. grand in-4, qui paraîtront par fascicules indépendants.

*Prix de souscription à l'ouvrage complet 200 fr.  
Aussitôt terminé le prix sera porté à 300 fr.*

Un prospectus spécial à cette publication est envoyé franco sur demande.