

CHAPITRE XVIII

CONTROLE DE LA FABRICATION

Pratiquement, le contrôle en rhumerie est presque toujours très rudimentaire. On se contente généralement de déterminer la quantité des matières premières mises en œuvre et le volume de rhum obtenu, pour calculer un rendement empirique, que l'on rapporte à la tonne de canne ou à l'hectolitre de mélasse. Par ailleurs, les opérations de contrôle au cours de la fabrication se limitent le plus souvent à relever la densité des moûts avant et après fermentation. Ce n'est que si le rendement est par trop inférieur à la norme que l'on se décide à effectuer le dosage des matières sucrées existant dans le moût, des sucres et de l'alcool restant dans les vinasses.

Avec cette façon de faire, des pertes considérables peuvent passer inaperçues, qu'il serait aisé d'éviter moyennant un contrôle plus poussé de la fabrication.

Celui-ci doit comporter l'analyse des matières premières utilisées, le contrôle de la fermentation et celui de la distillation. De plus, si la distillerie emploie le jus de canne, directement ou après transformation en sirop, il y a lieu d'effectuer le contrôle des moulins.

Contrôle des moulins

Diverses formules ont été préconisées pour permettre de se rendre compte de l'efficacité du travail des moulins. Les plus couramment utilisés sont les suivantes : *extraction aux moulins*, *coefficient d'extraction*, *coefficient saccharose-ligneux* (« milling loss » des Auteurs anglais) et *jus non dilué perdu dans la bagasse pour cent de ligneux* ou, plus brièvement, *jus perdu* (« lost juice », « verloren sap » des Auteurs anglais et hollandais) :

$$\text{Extraction} = \frac{\text{Pol. dans le jus mélangé} \times 100}{\text{Pol. dans la canne}}$$

$$\text{Coefficient d'extraction} = \frac{(100 - \text{Extraction}) \times 100}{\text{Ligneux \% canne}}$$

$$\text{Coefficient saccharose-ligneux} = \frac{\text{Pol. \% Bagasse} \times 100}{\text{Ligneux \% Bagasse}}$$

$$\text{Jus perdu} = \frac{\text{Brix bagasse} \times 10.000}{\text{Brix jus primaire} \times \text{Ligneux \% bagasse}}$$

La formule de l'extraction, d'un emploi généralisé, présente l'inconvénient d'être affectée par les erreurs pouvant résulter de la pesée des cannes et des jus. De plus, les résultats obtenus varient suivant la nature de la canne manipulée, et particulièrement suivant la teneur de celle-ci en ligneux. La première objection demeure pour le coefficient d'extraction. Quant au coefficient saccharose-ligneux, s'il est simple à établir et ne nécessite pas la détermination de poids ni de volume, il est fortement affecté par les erreurs dans la détermination de la polarisation de la bagasse et il varie suivant la richesse saccharine de la canne.

Le critérium considéré par de nombreux auteurs, et notamment à Java, comme le plus satisfaisant est celui du jus non dilué perdu dans la bagasse % de ligneux. Le Brix de la bagasse étant généralement exprimé par :

$$\frac{\text{Pol. bagasse} \times 100}{\text{Pureté jus dernier moulin}}$$

la formule du jus perdu % ligneux devient :

$$\frac{\text{Pol bagasse}}{\text{Pureté jus dernier moulin}} \times \frac{1.000.000}{\text{Brix jus primaire} \times \text{Ligneux \% bagasse}}$$

Le ligneux % bagasse est obtenu en soustrayant de la matière sèche le Brix de la bagasse.

Le calcul de la formule précédente exige la détermination au laboratoire des éléments suivants : Polarisation de la bagasse, Polarisation et Brix du jus du dernier moulin, Brix du jus primaire (jus exprimé avant le commencement de la dilution), matière sèche de la bagasse.

Echantillonnage et analyse de la bagasse.

Echantillonnage. — L'échantillonnage de la bagasse est une opération assez délicate. Par suite de la structure de la canne, de la répartition inégale de l'eau d'imbibition et du broyage moins bon aux extrémités des rolls, la composition de la couche de bagasse n'est pas régulière. Les échantillons devront en conséquence être prélevés sur toute la largeur du conducteur et dans toute l'épaisseur de la couche.

Pour effectuer certains dosages, il convient de diviser davantage la bagasse, au moyen d'un hâche-viande ou de machines spéciales (Boot et Krantz, Athol, Warmouth-Hyatt, etc). Suivant Norris, le diamètre maxima des morceaux de bagasse ne devrait pas dépasser 6 mm. pour le dosage du saccharose. Au cours de l'opération, il se produit malheureusement une perte sensible d'humidité. Pour éviter les erreurs en résultant, il importe d'opérer aussi rapidement que possible et d'analyser la bagasse dans les moindres délais après son prélèvement, en réduisant au minimum la durée de l'exposition à l'air (conservation en boîte fermée). S'il y a une dessiccation impossible à éviter, on fait le nécessaire pour la déterminer et en tenir compte.

Le nombre d'échantillons à prélever et d'analyses à effectuer, pour obtenir des renseignements relativement précis sur la composition moyenne de la bagasse, dépendent des variations présentées par les diverses analyses, lesquelles sont elles-mêmes fonction de la variation de composition de la matière première, de la régularité de l'alimentation, etc. Il est généralement nécessaire de faire un prélèvement toutes les heures ou, au moins, toutes les 2 heures.

Dosage de l'humidité. — La bagasse pouvant être chauffée à une température relativement élevée, sans qu'il y ait décomposition appréciable, on conseille d'opérer à 130°C pour gagner du temps.

A Java et aux îles Hawaï, la bagasse est placée, en une couche mince, dans des petits plateaux peu profonds, pouvant contenir 20 à 50 gr. de matière. Pour obtenir, sur un si faible poids, un échantillon moyen, la matière doit être finement divisée. Comme il se produit, au cours de cette division, des pertes d'humidité, certains auteurs (Spencer, Deerr) préfèrent opérer sur des quantités beaucoup plus importantes de bagasse (1-2 kgs) telle qu'elle sort des moulins. On utilise dans ce but des étuves spéciales de grande taille, chauffées à la vapeur ou à l'électricité (étuve de Spencer).

Dosage du saccharose. — La bagasse est soumise à une digestion aqueuse et le sucre, contenu dans un volume d'eau déterminé, est dosé par polarisation. Divers modes opératoires sont en usage.

Dans la méthode de la *digestion simple*, on place 100 gr. de bagasse finement divisée dans un cylindre en fer blanc taré. On y ajoute 100 cc. d'eau et 5 cc.

d'une solution de carbonate de soude à 5 %. On maintient pendant 1 heure à la température de l'ébullition, laisse refroidir et pèse le récipient. Le liquide est ensuite séparé de la bagasse, puis déféqué avec de l'acétate de plomb neutre et polarisé au tube de 400 mm. On tient compte, dans le calcul, de l'humidité de la bagasse. Soit P le poids de l'appareil rempli de bagasse et d'eau, p celui de l'appareil vide, 55 % le taux d'humidité de la bagasse, le poids du liquide sucré (en gr.) sera de : $P - p - 45$.

Dans la *méthode de Zamaron*, 100 gr de bagasse finement divisée sont placés, avec 200 cc. d'eau, dans un panier métallique disposé à l'intérieur d'un récipient en cuivre muni d'un robinet pour l'écoulement du liquide. On fait bouillir l'eau et la bagasse pendant 10 minutes et on recueille l'extrait dans un ballon d'un litre. L'opération est répétée 7 fois, après quoi l'extraction du sucre est considérée comme complète. On ajoute de l'acétate de plomb, porte le volume du liquide obtenu à 1.000 cc. et polarise.

Dosage du ligneux. — Le ligneux peut être dosé directement, en séchant à l'étuve le résidu obtenu dans le dosage du saccharose par la méthode des épuisements successifs. Plus souvent toutefois, on le détermine par voie indirecte, en soustrayant de la matière sèche le Brix de la bagasse, lequel correspond approximativement au Brix du jus du dernier moulin. On a alors :

$$\text{Ligneux \% bagasse} = \text{Mat. sèche \% bagasse} - \text{Brix jus dernier moulin}$$

Essai des jus, écumes et mélasses.

Jus.

Echantillonnage. — Il est essentiel, pour effectuer le contrôle des moulins et déterminer la quantité de sucre entrant dans la fabrication, de prélever des échantillons représentant bien la composition moyenne des jus. L'échantillonnage du *jus primaire* (jus non dilué, extrait par le défibreux et le premier moulin) et du *jus du dernier moulin* devra être fait de préférence au moyen d'appareils automatiques, dont il existe divers modèles. Celui du *jus mélangé*, ou *jus dilué* (jus extrait par tous les moulins, mélangé et envoyé à la distillerie), se fera par prélèvements réguliers dans les bacs de mesurage. Le nombre total d'échantillons moyens sera d'au moins un toutes les 2 heures.

Les appareils de prélèvement automatiques, vases, entonnoirs, mesures, devront être maintenus parfaitement propres, pour éviter les infections provoquant la détérioration des échantillons. Les appareils de prélèvement seront désinfectés à la vapeur plusieurs fois par jour, les vases lavés à l'eau bouillante, puis rincés avec une solution de formol et bien séchés après chaque utilisation. C'est pourquoi, il importe d'avoir deux séries d'instruments, l'une en service et l'autre au lavage et à la désinfection.

Lorsque les échantillons ne sont pas analysés immédiatement, et en particulier quand on constitue des échantillons composites pour la détermination de la polarisation ou des sucres réducteurs, il faut ajouter au jus un antiseptique. Les échantillons destinés à la détermination du Brix ou des cendres peuvent être additionnés de formol (0,3 - 0,5 cc. par litre) ou, mieux, de bichlorure de mercure (0,5 cc. de solution saturée par litre de jus). Ceux devant servir au dosage du saccharose ou des sucres réducteurs reçoivent de l'acétate neutre de plomb pulvérisé (20 gr. par l.). Dans le cas où l'on constitue des échantillons composites, par additions successives de nouvelles quantités de jus, l'antiseptique doit être ajouté successivement, en agitant bien à chaque fois pour obtenir un mélange homogène.

Analyse des jus. — Pour effectuer le contrôle des moulins, il importe de déterminer le Brix et la Polarisation du jus primaire et du jus du dernier moulin, au moins une fois toutes les 6 heures. Après avoir pris le Brix des échantillons, prélevés une fois par heure ou une fois toutes les 2 heures, on verse une certaine quantité du liquide (50 cc. par exemple) dans un flacon, pour constituer l'échantillon composite destiné à la polarisation.

En vue de calculer les quantités de sucre entrant dans la fabrication, on détermine également, dans les usines à sucre, le Brix et la Polarisation du jus

mélangé toutes les 6 heures. En outre, le dosage des réducteurs est effectué une fois par 24 heures, sur un échantillon composite. S'il se produit des variations appréciables dans la nature de la matière première passée au moulin, la fréquence des analyses devra évidemment être augmentée.

Dans les distilleries, on peut effectuer l'analyse du jus mélangé de la même façon qu'en sucrerie. Comme il convient d'exprimer les sucres en sucres réducteurs, le chiffre fourni par la polarisation sera majoré de 5 % (coefficient de transformation du saccharose en sucre interverti) et additionné du taux moyen de réducteurs dosé sur l'échantillon composite de la journée. Il est plus logique toutefois de doser directement les réducteurs totaux du jus mélangé. Si l'analyse est un peu plus délicate, elle fournit des résultats plus exacts. Le dosage des réducteurs totaux s'impose, lorsque l'on effectue l'imbibition de la canne avec de la vinasse, laquelle détermine, en raison de son acidité, une certaine inversion du saccharose au cours de l'extraction.

Détermination de la densité. — Elle est faite habituellement au moyen de l'aréomètre Brix ou du densimètre. Le jus est versé, à travers un tamis en toile métallique fine, dans une éprouvette que l'on remplit jusqu'aux bords. On laisse reposer pendant une dizaine de minutes, de façon à permettre aux bulles d'air de monter à la surface, avant de plonger l'aréomètre dans le liquide. On note la température au moyen d'un thermomètre, en vue d'opérer la correction de densité.

Détermination de la polarisation. — On remplit avec du jus, jusqu'à la marque 100, un flacon de 100-110 cc., ajoute suffisamment de sous-acétate de plomb pour clarifier le liquide, complète le volume à 110 avec de l'eau. On agite, filtre, en rejetant le premier liquide et polarise au tube de 200 mm. La polarisation est donnée par la formule :

$$\text{Pol.} = \frac{N \times W \times 1.1}{100 \times D}$$

où N est le degré lu au polarimètre, D la densité du liquide (à 15°C) et W le poids normal.

Plus simplement encore, on peut opérer comme suit, à l'aide de la pipette de Spencer (1). Après avoir pris le Brix du jus, remplir la pipette jusqu'au degré Brix observé et recevoir le liquide dans un flacon de 100 cc. Ajouter 3-5 cc. de solution de sous-acétate de plomb, compléter le volume à 100 cc. avec de l'eau, bien mélanger et filtrer. Polariser le liquide au tube de 200 et diviser le chiffre obtenu par 2 pour avoir la polarisation pour 100. Ce mode opératoire ne peut être utilisé avec les jus additionnés d'acétate de Pb, à moins de prendre le Brix sur un échantillon du jus sans antiseptique ou conservé au bichlorure de mercure.

Dosage des sucres réducteurs. — Si l'échantillon de jus destiné à l'analyse ne renferme pas d'antiseptique, on peut se contenter de le filtrer simplement avec du kieselguhr, sans utiliser d'acétate de plomb, ni aucun autre défécant. Avant l'addition de kieselguhr, il est bon de traiter le jus avec de l'acétate sec de Na (0.25 gr. environ pour 100 cc. de jus), en vue d'éliminer les sels calciques. Les jus conservés au bichlorure de mercure peuvent être traités de la même façon, mais ceux additionnés de formol ne doivent jamais être utilisés pour la détermination du glucose, le formol réduisant les sels cupriques.

Dans le cas des échantillons de jus additionnés d'acétate de plomb sec, on obtient, suivant Harris, des résultats analogues à ceux fournis par le traitement du jus frais filtré avec du kieselguhr, par le procédé suivant. On ajoute au jus bien mélangé, mais non filtré, 0.75 gr d'acide oxalique en poudre par 100 cc. d'échantillon, on mélange bien, on laisse au repos quelques minutes et on filtre.

Mc Allep et Cook préconisent de clarifier les jus (conservés au bichlorure

(1) La pipette de Spencer est une pipette graduée de telle sorte que remplie jusqu'à la marque correspondant au Brix (non corrigé) du liquide sucré, elle renferme 2 fois le poids normal du liquide. Le poids normal adopté est généralement celui de 26 gr. La graduation va de 5° à 25° B. X.

de mercure) avec de l'acétate neutre de plomb (1 gr de solution par 10 gr de jus). Après filtration on ajoute, pour éliminer les sels de Pb et de Ca, 3 cc. d'une solution renfermant, par 100 cc., 3 gr de phosphate disodique et 3 gr d'oxalate de potasse. On dose ensuite le glucose par la méthode Eynon et Lane. en employant 25 à 40 cc. de jus.

On obtient ainsi les *réducteurs directs* du jus. Pour avoir les *réducteurs totaux*, on invertit le saccharose du jus clarifié et on élimine, s'il y a lieu, les sels de plomb et de chaux. Le liquide sucré doit être neutralisé après inversion. avec une solution de soude diluée, avant de titrer au Fehling (Cf. dosage des réducteurs totaux dans la mélasse).

Ecumes.

Les échantillons d'écumes qui ne sont pas analysés immédiatement sont généralement additionnés de sous-acétate de plomb (24 cc. pour 100 gr de matière), après dilution avec de l'eau jusqu'à consistance pâteuse pour avoir un mélange suffisamment intime. On peut aussi conserver les écumes dans une atmosphère d'ammoniaque ou de chloroforme : l'échantillon est placé dans un récipient fermé, dont le couvercle porte, fixée à sa partie intérieure. une éponge saturée d'un mélange de 6 parties de chloroforme pour 1 d'ammoniaque. Ce procédé est aussi parfois employé pour la conservation des échantillons de bagasse.

Le sucre se trouve dans les écumes à l'état libre, c'est-à-dire soluble, ou à l'état de sucrates insolubles.

Pour doser les *sucres libres*, on peut opérer comme suit : on pèse 25 gr d'écumes (15.75 gr dans le cas des polarimètres français), que l'on malaxe dans un mortier en verre avec de l'eau chaude, de manière à obtenir une bouillie claire. On verse celle-ci dans un flacon de 100 cc. et on rince le mortier avec de l'eau chaude. Après refroidissement, on ajoute 6 cc. de sous-acétate de plomb, complète à 100 cc. avec de l'eau, agite, filtre et observe au saccharimètre. Le degré lu correspond au pourcentage de saccharose dans les écumes. On pèse seulement 25 gr de matière, au lieu du poids normal, pour tenir compte du volume occupé par les matières insolubles des écumes.

On obtient les *sucres totaux*, en décomposant les sucrates par l'acide acétique. Pour cela, ajouter à la prise d'essai, réduite à l'état de bouillie claire, quelques gouttes de phénolphtaléine, puis de l'acide acétique goutte à goutte, jusqu'à saturation complète. Continuer ensuite comme précédemment.

Mélasses.

L'analyse complète des mélasses doit comporter la détermination du Brix, du saccharose apparent et réel, des sucres réducteurs, de l'acidité, des matières minérales, des gommés, de l'azote et de l'acide phosphorique. Pour le contrôle de la fabrication, on peut se contenter de prendre la densité et de doser les réducteurs totaux. La détermination de l'acidité, des cendres, des matières azotées et de l'acide phosphorique fournit cependant des indications intéressantes, en ce qui concerne à la fois la valeur de la matière première en distillerie et les ingrédients à ajouter au moût (ac. sulfurique, sels ammoniacaux, phosphates).

Détermination du Brix et de la densité. — La viscosité de la mélasse est trop forte pour qu'il soit possible de déterminer directement la densité au moyen de l'aréomètre. Dans les conditions de la pratique industrielle, on dissout une certaine quantité de mélasse dans un poids égal d'eau distillée, et c'est sur cette solution que l'on prend le Brix. On effectue la correction de température de la façon habituelle et on multiplie par 2 le chiffre trouvé, pour avoir le Brix de la mélasse non diluée. Cette façon de faire donne des chiffres trop élevés.

On peut aussi prendre la densité de la mélasse, par le procédé Sidersky, et obtenir le Brix à l'aide des tables de concordance.

Le *Brix réel* est déterminé par dessiccation de la mélasse sur de la pierre ponce ou du sable quartzeux, en opérant de préférence dans une étuve sous vide (étude de Spencer), à la température de 70°.

Dosage du saccharose. — Pour obtenir le *saccharose apparent* (polarisation directe), on introduit habituellement, au moyen de la pipette de Spencer, le poids normal de la mélasse diluée à 1 : 1 dans un flacon de 100 cc. On ajoute la quantité de sous-acétate de plomb nécessaire pour clarifier, complète jusqu'à la marque, filtre et polarise au tube de 200 mm. On multiplie le chiffre observé par 2, pour avoir la polarisation. Si la mélasse est très colorée, il est préférable de prendre seulement le $\frac{1}{2}$ poids normal.

Pour avoir le *saccharose réel* (Clerget), utiliser de préférence la méthode Jackson-Gillis N° 4. Introduire le poids normal de mélasse dans un flacon de 300 cc. et compléter jusqu'à la marque. Verser la solution dans une éprouvette, ajouter suffisamment d'acétate de plomb sec de Horne, bien mélanger et filtrer.

Dosage des sucres réducteurs. — On pèse 5 gr de l'échantillon de mélasse, préalablement bien mélangé, et on dilue avec de l'eau à 500 cc. Le poids est abaissé à 4.5 gr. (3.5 pour les sirops invertis), si la mélasse est riche en sucre, et porté à 5.5 gr, si elle est pauvre.

Pour la détermination des *réducteurs directs*, prélever 50 cc. de la solution ci-dessus et doser au Fehling, en utilisant la méthode Lane et Eynon, si le taux des sucres réducteurs n'est pas inférieur à 20 %, et la méthode Browne, Morris et Millar dans le cas contraire.

Pour avoir les *réducteurs totaux*, placer 50 cc. de la solution de mélasse à 1 % dans un flacon de 100 cc. avec 25 cc. d'eau, et ajouter graduellement 6 cc. de HCl concentré (à 1.16 de densité), en mélangeant bien. Placer le flacon dans un bain-marie à 70°, en agitant de temps à autre, de façon que le contenu atteigne 67 à 69° en 2 $\frac{1}{2}$ -3 minutes; maintenir cette température pendant 7 $\frac{1}{2}$ minutes. Après avoir rapidement refroidi à la température ambiante, saturer la solution avec une liqueur de soude à 40 %. Compléter à la marque 100 et doser les sucres réducteurs, au moyen de la méthode Lane et Eynon.

Dans le mode opératoire ci-dessus, préconisé par Davis, on examine la solution de mélasse telle quelle, sans défécation à l'acétate de plomb ni élimination des sels de chaux. Les résultats obtenus seraient, d'après l'auteur, à peu près identiques à ceux que fournissent les mélasses déféquée et décalcifiées.

Toutefois, suivant d'autres auteurs, il conviendrait, si l'on veut avoir des chiffres précis, de soumettre la mélasse à un traitement spécial, avant de faire le titrage à la liqueur de Fehling. On obtient une assez bonne clarification de la solution, en ajoutant à celle-ci du kieselguhr et 0.25 gr. d'oxalate de soude sec; on filtre et on complète à 500 cc. (Spencer). On peut aussi déféquer avec de l'acétate de plomb neutre (0.3 cc. par gr. de mélasse) filtrer, éliminer le plomb et les sels calciques, en ajoutant par gr de mélasse 1 cc. d'une solution renfermant 7 % de phosphate disodique et 3 % d'oxalate de potasse (Cook et Mc Allep).

Dosage des réducteurs infermentescibles. — Diverses méthodes ont été préconisées par L. de Bruyn et A. Van Eckenstein, Maquenne, Pellet, Waterman et Van der Ent etc., pour doser les sucres réducteurs infermentescibles. Correctes dans leur principe, elles donnent des résultats assez irréguliers.

Pratiquement, on peut, comme le propose Davis, doser les sucres réducteurs restant dans le moût fermenté ayant servi à la détermination du rendement en alcool. On place 50 cc. de cette solution dans un flacon de 200 cc., neutralise l'acidité avec une liqueur de soude, ajoute 5 cc. de crème d'alumine, complète jusqu'à la marque et agite. Après filtration, les sucres réducteurs sont dosés de la façon habituelle.

A défaut de liquide ayant servi à la détermination du rendement alcoolique, Davis conseille d'opérer comme suit. Préparer une solution de 500 cc., renfermant 20 % de mélasse, ajouter 1 gr. de phosphate d'ammoniaque et acidifier le mélange avec de l'acide sulfurique dilué, de façon à avoir un pH de 4.4 à 4.6. Faire fermenter la solution à 33°C. avec une levure pure. La fermentation terminée, neutraliser soigneusement, ajouter 10 cc. de crème d'alumine, diluer à 1 litre et doser les sucres réducteurs comme indiqué ci-dessus.

Dosage de l'acidité. — Le dosage titrimétrique de l'acidité ne peut se faire que par la méthode à la touche, par suite de la coloration foncée des mélasses. Pour la même raison, la détermination du pH n'est également possible qu'au moyen du potentiomètre.

Dosage des cendres. — Le dosage des cendres sulfatées se fait sur une prise d'échantillon de 3-4 gr. de mélasse, par la méthode antérieurement décrite.

Pour obtenir les cendres carbonatées en vue de l'analyse complète, on peut opérer comme suit. Placer la mélasse dans une capsule de platine de grandes dimensions, en la mélangeant avec de l'huile d'olive pure ou de la vaseline pour éviter les débordements au cours du chauffage. Chauffer ensuite jusqu'à inflammation de la masse. Une fois celle-ci suffisamment carbonisée, la pulvériser dans un mortier de verre. Epuiser à l'eau chaude la poudre obtenue, sur un filtre en papier sans cendres. Incinérer le résidu insoluble et le filtrer dans la capsule de platine. Evaporer le filtrat jusqu'à siccité, et porter au rouge sombre pour se débarrasser des matières organiques. Les cendres obtenues sont soumises à l'analyse complète, suivant les méthodes de l'analyse quantitative.

Au moment de l'addition d'acide sulfurique, il importe d'observer l'odeur qui se dégage : on peut ainsi déceler la présence éventuelle des composés du soufre (sulfites, par exemple), si ceux-ci existent en quantité notable dans la mélasse (Arroyo).

Non-sucre organique. — Le non-sucre organique est généralement obtenu par différence, en retranchant de 100 la somme saccharose, sucres réducteurs et cendres.

Parmi les constituants non-sucre, les matières azotées et phosphatées présentent un intérêt particulier, en raison du rôle qu'elles jouent dans l'alimentation de la levure. Leur détermination donne des indications sur la qualité de la mélasse comme matière première de fermentation. On dose habituellement l'azote par la méthode de Kjeldahl, et on multiplie le chiffre obtenu par 6.25.

Il convient également de vérifier, par distillation avec de l'eau, si le parfum de la mélasse est agréable. Les vieilles mélasses renferment parfois des acides organiques (butyrique, formique, etc.), qui entravent sérieusement la fermentation.

Pour rechercher ces acides, on ajoute à la mélasse diluée un excès d'acide sulfurique et on distille environ la moitié du liquide, en maintenant une vive ébullition. Le distillat est neutralisé avec de l'eau de baryte, puis on fait passer de l'acide carbonique à travers le liquide chauffé, filtre, évapore à siccité et pèse après dessiccation à 100°. Par incinération de ce résidu, on obtient du carbonate de Ba, que l'on transforme en sulfate de Ba par le sulfate d'Am et que l'on pèse. On calcule, d'après la différence existant entre les deux poids, la quantité d'acides organiques. On recherche ces derniers dans le liquide distillé, au moyen des méthodes habituelles (Duclaux, Werkman).

Valeur fermentative des mélasses.

Le rendement en alcool des mélasses de même richesse saccharine varie assez fortement, par suite de la présence de matières réductrices infermentescibles qui sont comptées, dans l'analyse chimique, en sucre inverti. Comme il n'existe pas de méthode sûre pour le dosage des réducteurs infermentescibles, dont la nature est mal connue et, semble-t-il, très complexe, la seule façon de déterminer la valeur de la mélasse comme matière première de distillerie consiste à faire un essai de fermentation au laboratoire. Nous donnons ci-après la méthode élaborée par Davis (1) pour effectuer cet essai.

Dissoudre 200 gr de mélasse (ou une quantité suffisante pour obtenir un moût n'ayant pas plus de 55 % d'alcool en poids) dans 400-500 cc. d'eau. Ajouter de l'acide sulfurique 2 N. de façon à porter le pH à 4.4-4.6 pour les

(1) Int. Sug. J. XL, 235, 1938.

mélasses ordinaires et à 4.9-5.1 pour les sirops invertis, ainsi que 25 cc. d'une solution renfermant 40 gr. de phosphate d'Am (anhydre) par litre et amenée au pH 5 avec de l'acide sulfurique. Compléter le volume à 1 litre avec de l'eau. Peser le flacon avec le moût ; calculer le poids de 400 cc. de moût et prendre la densité à l'aide du densimètre.

Introduire, dans 2 fioles d'Erlenmeyer de 750 cc., 400 cc. du liquide ci-dessus, en ajoutant à chacune 4 gouttes supplémentaires de moût, pour compenser les pertes provenant des transvasements successifs. De chaque fiole de 750 cc. prélever, au moyen d'une pipette, 2 cc. et 20 cc. de liquide, que l'on introduit dans un tube à essai et dans une fiole d'Erlenmeyer de 100 cc. Boucher les fioles de 750 avec une fermeture à acide sulfurique (valve de Meissl. bouchon de Hayduck ou de Bauer), les fioles de 100 et les tubes à essai avec de l'ouate. Passer fioles et tubes au stérilisateur, pendant 1 h. à la pression atmosphérique.

Refroidir les tubes à essai, les ensemercer avec une culture pure de la levure employée dans la distillerie et les placer à l'étuve à 33°C. Au bout de 24 h., transvaser le contenu des tubes dans les fioles d'Erlenmeyer de 100 cc. Maintenir celles-ci à l'étuve pendant 24 h. et transvaser leur contenu dans les flacons de 750 cc. Mettre en place les valves et verser 2.5 cc. d'acide sulfurique concentré dans chacune d'elles. Peser les fioles (au centigramme près) ; laisser fermenter pendant 4 jours et peser à nouveau. Répéter les pesées chaque jour, jusqu'à ce que la variation de poids en 24 h ne dépasse pas 0.05 gr.

Refroidir les flacons et prendre la densité du liquide à l'aide d'un densimètre. Verser le contenu des valves à acide sulfurique dans un flacon de 100 cc. renfermant de la glace et ajouter 5 cc. de lessive de soude à 50 % (100 gr. dans 100 gr. d'eau). Transférer le moût fermenté et le contenu des valves dans un flacon jaugé de 500 cc. et compléter à la marque, avec de l'eau distillée.

Mesurer 100 cc. du liquide (à 15°C) dans un flacon jaugé de 100 cc. et transvaser dans un ballon à distillation, en rinçant par 3 fois le flacon avec un peu d'eau (pas plus de 35 cc. en tout). Placer environ 5 cc. d'eau distillée dans le flacon jaugé où l'on reçoit le distillat. Distiller jusqu'à ce qu'on ait recueilli environ 95 cc. et transvaser le distillat dans un second ballon à distillation, avec l'eau de lavage du flacon jaugé. Alcaliniser le liquide avec 12 gouttes de lessive de soude à 50 % et redistiller dans le même flacon de 100 cc., comme précédemment. Finalement compléter le volume à 100 cc. et prendre la densité au moyen d'un picnomètre.

A l'aide des tables indiquant la correspondance des densités et des richesses alcooliques, on déterminera la proportion d'alcool fournie par la mélasse. La valeur fermentative sera le pourcentage de ce rendement pratique par rapport au rendement qui aurait été obtenu si les réducteurs totaux avaient été intégralement transformés en alcool. Cette valeur peut varier, pour les mélasses de cannes, entre 80 et 90 %, d'après Davis.

Il importe aussi, pour bien se rendre compte de la valeur des mélasses en vue de la fabrication du rhum, de faire un essai de distillation à la vapeur, de façon à déterminer l'arome du produit, qui influence favorablement ou défavorablement la qualité du spiritueux obtenu. Les 50 ou 100 premiers cc. du distillat indiqueront le caractère de l'arome naturel de la mélasse examinée.

Contrôle de la fermentation

Le jus envoyé à la fermentation demande à être contrôlé au point de vue de sa température, de sa densité et de son acidité. Il importe de noter, pour chaque cuve, l'heure du début du coulage et de la chute de fermentation ; les densités initiale, intermédiaire et finale ; l'acidité initiale et finale. La température doit être fréquemment relevée et être maintenue au degré voulu. En vue de se rendre compte de l'efficacité de la fermentation, il y a lieu de doser au départ les réducteurs totaux du moût et, quand la cuve est tombée, le sucre restant et l'alcool. La détermination de l'alcool correspondant au sucre disparu montre si la fermentation a été normale, et celle du sucre restant indique si elle a été complète. Enfin, le contrôle physico-chimique sera avantageusement complété par l'examen microscopique des levains et des liquides fermentés.

Analyse des moûts.

Dosage des sucres réducteurs. — La richesse des moûts en sucre peut être déduite de la composition des matières premières (jus, mélasse). On a toutefois des résultats plus précis, en dosant directement les réducteurs totaux. On peut prendre 25 cc. de moût, que l'on introduit dans un ballon avec 25 cc. d'eau et 6 cc. de HCl; invertir, compléter à 500 cc., après avoir neutralisé avec de la soude, et titrer au Fehling.

Pour le *dosage des sucres réducteurs non fermentés*, prélever 250 cc. de moût fermenté, se débarrasser de l'alcool par ébullition et ramener, après refroidissement, au volume primitif par addition d'eau. Introduire 50 cc. du liquide dans un ballon jaugé de 200 cc. et invertir avec HCl. Après refroidissement, compléter à 200 cc. et titrer au Fehling. Si le liquide est trop fortement coloré, on peut le traiter avec un peu de noir très fin.

Détermination de l'acidité. — Les acides sont dosés titrimétriquement par la méthode ordinaire, dans les moûts de vesou et de sirop; par la méthode à la touche, dans ceux de mélasse. Quant au pH, il peut être déterminé par voie colorimétrique ou, d'une façon plus précise, au moyen d'un potentiomètre.

En vue de se rendre compte de la bonne marche de la fermentation, il importe de doser l'acidité initiale du moût et l'acidité finale. L'augmentation de l'acidité au cours de la fermentation doit être faible.

Il peut être intéressant, dans certains cas, de doser séparément l'acidité volatile du moût fermenté en utilisant la méthode de Duclaux ou celle de Mathieu.

Duclaux soumet à la distillation 110 cc., recueille 100 cc. et dose l'acidité à la soude, en présence de phtaléine..

Dans la *méthode de Mathieu*, on introduit 10 cc. de vin dans un ballon de 60 cc., puis 18 cc. d'eau distillée. On chauffe et distille 6 cc, et, à ce moment, on fait entrer dans le ballon (au moyen d'un entonnoir gradué) 6 cc. d'eau. On distille à nouveau 6 cc, d'eau et continue ainsi jusqu'à obtention de 24 cc., sur lesquels on dose l'acidité.

Dosage de l'alcool. — Les méthodes employées pour le dosage de l'alcool dans les moûts sont : l'ébulliométrie (ébullioscopes Dujardin-Salleron, Malligand, etc), qui, dans la pratique, donne rapidement un résultat rapproché; la distillation, procédé le plus couramment utilisé, mais qui ne peut être exact qu'en prenant certaines précautions; le dosage chimique, qui, bien effectué, donne des résultats rigoureux.

Méthode par distillation. — Pour avoir des résultats précis, il convient de prendre une quantité assez importante de moût (500 cc. par exemple), que l'on neutralise à la soude ou à la potasse dans le ballon de distillation. Si l'on n'effectuait pas cette neutralisation, les acides volatils passeraient dans le distillat et une partie de l'alcool serait estérifiée, donnant des esters, dont la densité est en général plus élevée que celle de l'alcool.

La distillation exige d'être conduite lentement, pour éviter les entraînements et ne pas entraver la condensation. Le refroidissement doit être assez énergique pour amener la température du distillat aux environs de 15° C. Enfin, il importe de prolonger le réfrigérant par un tube effilé plongeant dans de l'eau distillée, afin d'assurer le lavage des gaz non condensables dégagés au début de l'opération.

On doit recueillir, suivant le degré alcoolique du moût, les 2/3 ou les 3/4 du volume mis en œuvre. Il est recommandé de recevoir le distillat dans le ballon jaugé ayant servi pour mesurer le moût, et d'ajuster au volume avec de l'eau distillée avant de prendre le degré alcoolique. Si la température du distillat est différente de 15°, il faut faire usage d'une table de correction (table des richesses alcooliques). Tenir compte aussi, pour opérer les corrections nécessaires des différences de température pouvant exister entre les divers liquides : moût de la cuve, distillat, etc.

Malgré les précautions prises, il se produit généralement des pertes dues principalement à l'entraînement d'alcool par le gaz carbonique au début de la

distillation. On a signalé à diverses reprises que les quantités d'alcool calculées à l'alambic de laboratoire étaient sensiblement inférieures à celles obtenues industriellement avec les colonnes continues. Boidin (1), par exemple, a observé que l'écart en moins pouvait varier entre 3 et 8 % et était presque toujours voisin de 5 à 6%.

Méthode chimique. — La méthode de dosage chimique permet d'éviter les pertes et donne des chiffres plus rapprochés de la réalité. Ceux-ci sont généralement supérieurs de 4 à 8 % à ceux de la méthode physique par distillation.

Pour doser l'alcool par voie chimique, opérer ainsi qu'il est dit plus loin au sujet des vinasses, mais en distillant 20 cc. de moût préalablement dilué au 1/20 et en recueillant 10 à 15 cc. de liquide. Le nombre de cc. de solution de bichromate nécessaires pour obtenir le virage correspond au nombre de cc d'alcool existant dans 100 cc de moût

Calcul du rendement.

Calcul du rendement. — Le rendement en alcool peut être établi, soit par rapport à l'unité de poids (ou de volume) de la matière première, soit, ce qui est plus précis, par rapport au poids de sucres fermentescibles entrés dans la fabrication. Dans ce dernier cas, les quantités d'alcool existant dans le moût sont comparées avec celles qui, théoriquement, auraient dû être obtenues d'après la composition de la matière première. Le pourcentage du rendement pratique par rapport au rendement théorique traduit l'efficiéce de la fermentation.

On entend souvent par rendement théorique, la quantité d'alcool fournie par la transformation du sucre en alcool suivant la formule de Gay-Lussac. 100 gr. de glucose correspondent, dans ces conditions, à 51.11 gr. ou 64.45 cc. d'alcool absolu, et 100 gr. de saccharose à 53.79 gr. ou 67.84 cc. d'alcool. Le rendement théorique est alors calculé, en multipliant le pourcentage des sucres (évalués en sucres réducteurs) contenus dans le liquide sucré par le coefficient 0.6445.

En fait, l'équation de Gay-Lussac ne traduit pas exactement le phénomène de la fermentation alcoolique, où il se forme toujours, à côté de l'alcool éthylique, divers produits secondaires. Aussi, adopte-t-on souvent les chiffres indiqués par Pasteur, soit, par 100 gr de glucose, 48.67 gr ou 60.89 cc. d'alcool pur. Le rendement est obtenu dans ce cas, en multipliant les sucres réducteurs par le coefficient 0.61. Nous préférons toutefois retenir, pour l'établissement du rendement théorique, le coefficient de Gay-Lussac, celui de Pasteur, qui correspond en fait à des résultats expérimentaux, étant susceptible d'être parfois dépassé.

D'autre part, dans le calcul du rendement théorique, on peut faire entrer en ligne de compte soit la totalité des sucres réducteurs existant dans le moût, soit seulement les sucres fermentescibles. Faible et pratiquement négligeable dans le cas des moûts de vesou, le taux des réducteurs infermentescibles peut atteindre dans les moûts de mélasse de canne jusqu'à 12 % des réducteurs totaux. Il est évident qu'il ne sera possible de bien se rendre compte de l'efficiéce du travail en cuverie, qu'en employant comme terme de comparaison le rendement théorique fourni par les seuls réducteurs fermentescibles.

La méthode la plus pratique pour doser ces derniers consiste, ainsi que nous l'avons déjà indiqué, à effectuer un essai de fermentation au laboratoire et à déterminer les sucres restant dans le liquide fermenté.

Cette façon de faire a, il est vrai, donné lieu à des critiques. On a fait remarquer notamment que les diverses races de levure transforment plus ou moins rapidement le sucre et produisent des quantités plus ou moins grandes d'alcool, certaines d'entre elles faisant fermenter des hydrates de carbone que d'autres ne peuvent attaquer. Par ailleurs une fermentation peut être considérée comme terminée, alors qu'elle se poursuit encore lentement, ou qu'elle a été contrariée par certains facteurs adverses.

(1) Bull. Ass. Chim. XLVII, 377, 1930.

Toutefois, si l'essai de fermentation a été effectué avec la race ou le mélange de races de levures utilisées dans la distillerie, et avec des moûts dont la composition est suffisamment rapprochée de ceux traités en cuverie, on obtiendra des renseignements précieux pour le contrôle de la fermentation. La comparaison entre les taux des réducteurs résiduels trouvés dans l'essai de laboratoire d'une part et dans les moûts fermentés de la distillerie d'autre part, permettra de bien se rendre compte si la fermentation en cuverie a été complète.

Pour déterminer d'une façon exacte la richesse en alcool des moûts fermentés, on doit opérer le dosage de l'alcool sur un échantillon de moût fermenté. Cependant dans la pratique industrielle, on se base le plus souvent sur l'atténuation, ou chute de densité du moût. C'est aussi de cette façon qu'est calculé par la régie le rendement minimum des moûts, en vue du contrôle des distilleries.

La chute de la densité pendant la fermentation résulte, en effet, pour la plus grande partie, de la disparition du sucre et de la formation de l'alcool. Pour les richesses saccharines comprises entre 1 et 16 %, la diminution de densité correspondant à 1% de sucre en moins est constante et égale à 0.00384. De même, pour les richesses alcooliques comprises entre 1 et 10°, l'abaissement de densité résultant de l'addition d'alcool est en moyenne de 0.001386 par degré d'alcool. Si on admet un rendement industriel de 60 cc. d'alcool par 100 gr de sucre, la diminution de densité correspondant à la disparition dans le moût de 1 % de sucre donnant 0.6 % d'alcool en volume sera de :

$$0.00384 + (0.00138 \times 0.6 = 0.0046716$$

Une diminution de densité de 0.01 (soit 1 degré régie au densimètre légal français) correspondra donc à une production d'alcool de :

$$\frac{0.06}{0.046716} = 1.28 \%$$

Si la densité est, par exemple, de 1060 au moment du remplissage et de 1010 une fois la cuve complètement tombée, le nombre de litres d'alcool absolu existant dans chaque hectolitre de moût sera de :

$$5 \times 128 = 640$$

Le coefficient empirique de 1.28, qui est fonction du rendement alcoolique, ne donne d'ailleurs que des résultats d'une exactitude relative. En France, il a été porté par la Régie à 1.3 et, aux Antilles Françaises, abaissé à 1.2. Ce dernier chiffre est sensiblement trop faible. Aussi, les rendements effectivement observés dans les rhummeries sont-ils toujours supérieurs au rendement régie, à moins d'accidents graves de fermentation.

Dans les colonies anglaises, les services fiscaux admettent généralement le rendement d'un gallon d'alcool-preuve (57°) par 100 gallons de moût, pour une atténuation de 5°.

Examen microscopique.

L'examen microscopique donne des indications intéressantes sur la pureté des fermentations, le nombre et l'état de développement des cellules des moûts et levains. Il s'avère indispensable dans certains cas, notamment pour déterminer la nature des infections.

L'examen microscopique direct permet de déceler la présence des bactéries butyriques, lactiques, acétiques. Toutefois, il ne donne des résultats positifs que si le moût ou le levain est très contaminé. Dans le cas d'infection légère, il importe de mettre en incubation préalable, à l'étuve, une petite fraction des liquides à étudier.

La recherche des levures sauvages se fait en soumettant à la sporulation, sur un bloc de plâtre stérilisé, quelques gouttes de moût ; les levures sauvages forment leurs spores plus rapidement que les races cultivées. Cependant, pour différencier d'une façon précise une levure de culture donnée, il importe de bien connaître ses propriétés physiologiques (temps de sporulation, mini-

mum, etc.). Le contrôle sera donc surtout efficace dans les distilleries qui travaillent avec des levains purs.

La détermination du nombre de globules de levure contenues dans le moût est important pour suivre la marche de la fermentation et le développement des levains. Elle permet de connaître à quel moment l'augmentation des cellules de levure est terminée ; si l'on a ensemencé un nombre suffisant de cellules ; si les modifications qui ont pu être apportées dans la fabrication ont entraîné un accroissement ou une diminution dans la formation des cellules, etc. Nous avons vu antérieurement comment effectuer la numération des globules, au moyen du compte-levures.

Enfin l'examen microscopique renseigne sur l'âge et l'état physiologique de la levure, données nécessaires notamment à la préparation des levains.

La levure jeune se présente sous l'aspect de cellules disposées en chapelet, sans vacuoles, à protoplasma dépourvu de granulations. La maturité se reconnaît à ce que les globules sont de même grosseur et de forme pleine, généralement isolés. La membrane est mince, le protoplasma homogène, peu granuleux, avec une large vacuole. Les cellules vieilles ou altérées ont des formes irrégulières, rabougries, une enveloppe épaisse et paraissant double, un protoplasma granuleux, avec plusieurs petites vacuoles. Celles qui ont subi l'autolyse sont transparentes ; leur membrane est souvent déchirée et le protoplasma en partie dehors. Dans la décomposition des cellules, le protoplasma devient plus foncé, plus liquide ; les vacuoles disparaissent peu à peu, le plasma s'échappe des parois des cellules et se réunit dans le liquide intercellulaire en grumeaux irréguliers ; enfin, ceux-ci disparaissent également et les parois se dissolvent.

La présence de cellules mortes se détermine généralement au moyen du bleu de méthylène à 1 p. 1000. On mélange sur le porte-objet une gouttelette de 1/50 de cc. du réactif, avec une gouttelette de 1/5 de cc de la dilution de levure renfermant 80.000 cellules par cc. On compte immédiatement le nombre de cellules colorées.

On peut aussi utiliser le carmin d'indigo à 1/30. On ajoute 0.06 cc du réactif à 1 cc. d'une solution de levure dans une solution de saccharose à 5 %, renfermant 40 000 cellules par cc.

Contrôle de la distillation

Le contrôle de la distillation comporte l'examen des vinasses au point de vue de leur teneur en alcool et de leur acidité. On doit également doser les sucres non fermentés, si cette opération n'a pas été faite sur le moût.

Acidité.

La détermination de l'acidité est particulièrement importante dans les distilleries qui pratiquent la rentrée des vinasses, la teneur en acides de ce liquide intervenant pour régler la dose d'acide sulfurique à ajouter aux moûts.

L'acidité des vinasses est difficile à déterminer, à cause de la forte coloration du liquide, qui empêche d'opérer autrement qu'à la touche.

Dosage de l'alcool.

On effectue habituellement ce dosage par distillation. Comme il ne se trouve normalement que très peu d'alcool dans les vinasses (moins de 0.02 % avec les colonnes épuisant bien), il convient d'opérer sur une grande quantité de liquide, un litre par exemple, que l'on neutralise à la soude et distille de façon à obtenir 500 cc. Cette quantité est distillée à nouveau, de manière à avoir 250 cc. et dans ce dernier distillat, on dose l'alcool. On peut utiliser un simple ballon à distiller réuni à un réfrigérant de Liebig, un petit alambic (Dujardin - Salleron, par exemple) ou mieux un rectificateur de laboratoire (Barbet, Lepage, etc), qui permet en une seule opération de concentrer l'alcool dans

le centième du liquide mis en œuvre. Le dosage de l'alcool du distillat est effectué au moyen d'un alcoomètre sensible, du picnomètre ou du compte-gouttes de Duclaux.

Toutefois, si l'on veut avoir des résultats précis, permettant un contrôle rigoureux de la fabrication, il est bien préférable de faire la détermination de l'alcool par voie chimique.

De nombreux auteurs ont proposé des méthodes de dosage de l'alcool par oxydation. Nous décrirons seulement celle de Martin, modifiée par Boidin et par Mariller.

Méthode Martin - Boidin - Mariller (1) — Elle est basée sur l'oxydation de l'alcool à l'état d'acide acétique, au moyen du réactif sulfochromique, et sur la détermination du bichromate restant par le sulfate ferreux, en présence de la diphénylamine comme indicateur.

Réactifs. — a) Solution de bichromate : dissoudre 33,832 gr. de bichromate de potasse (séché préalablement à l'étude à 130°) dans de l'eau et compléter à 1 litre 1 cc. de la solution correspond à 0.01 cc. d'alcool.

b) Solution de sulfate ferreux : dissoudre 135.31 gr de sulfate ferreux ammoniacal dans de l'eau distillée (désaérée par ébullition). y ajouter 20 cc. de SO_4H_2 et amener à 1 litre. 20 cc. de cette solution, qui est altérable par oxydation et doit être fréquemment vérifiée, correspond à 10 cc. de la solution chromique.

c) Solution de diphénylamine : dissoudre 1 gr. de diphénylamine pure dans 100 cc. de SO_4H_2 à 66°.

Mode opératoire. — Introduire 50 cc. de vinasse dans un ballon de 150 cc. muni d'un tube abducteur sans réfrigérant, avec une allonge plongeant dans un tube d'absorption à boules (chenille Boidin), contenant 10 cc. de solution de bichromate et 10 cc. d'acide sulfurique pur. Chauffer, en conduisant l'ébullition assez lentement pour qu'il ne se dégage aucune vapeur du tube à boules, dont le liquide ne doit pas bouillir. Recueillir un distillat au moins égal à 15 cc. Transvaser la solution chromique dans un verre à pied, avec les eaux de lavage du tube abducteur et de la chenille. Ajouter 200 cc. d'eau distillée. 20 cc. de solution de sulfate ferreux et 5 gouttes de solution de diphénylamine (2). Titrer l'excès de sels ferreux avec la solution de bichromate jusqu'à virage au violet. Si n est le nombre de cc. de bichromate versés, la quantité d'alcool pour 100 de vinasse (richesse alcoolique) sera de : $n \times 0.02$.

Dosage du sucre.

En outre des méthodes de dosage antérieurement indiquées, on pourra utiliser, pour la recherche des sucres réducteurs dans la vinasse, la *Méthode de Strepkow* (3), qui est rapide précise et ne nécessite par la décoloration préalable du liquide à analyser.

Elle est basée sur la réduction, en solution alcaline, du ferricyanure de potassium en ferrocyanure. La ferrocyanure formé est dosé par le bichromate de potasse, en présence du sulfate de diphénylamine comme indicateur.

Réactifs. — a) Solution de ferricyanure de K N/50 : 6.6 gr. de ferricyanure plus 40 gr. de carbonate de Na anhydre dans 1 litre d'eau.

b) Solution de diphénylamine : diluer à 1 litre, avec de l'acide sulfurique à 5 %, 15 cc. d'une solution de diphénylamine à 0.2 % dans l'acide sulfurique pur à 66°.

(1) Mariller (Ch.) et Grosfley (I.) — Le contrôle chimique en distillerie. Paris, 1939.

(2) En présence d'un excès de sel ferreux, la solution est verte ; elle passe ensuite, par addition de bichromate, au vert bleu, puis au bleu intense ou au violet. On peut rendre plus sensible le point de virage de la diphénylamine, en ajoutant au mélange 15 cc. d'une solution d'acide phosphorique (150 cc. de SO_4H_2 concentré + 150 cc. de PO_4H_2 sirupeux, diluée à 1 l.). (Bottger).

(3) Biochem. Z. 1937, p. 90.

c) Solution de bichromate de K, à 1,5925 gr. de bichromate par litre.

Mode opératoire. — Dans une fiole conique de 250 cc., introduire 20 cc. de la solution de ferricyanure et 10 cc. de la solution sucrée (qui ne doit pas contenir plus de 13.3 mgr. de glucose). Bien mélanger et chauffer 15 minutes au plus au bain-marie bouillant. Refroidir ensuite, ajouter 15 cc. de solution de diphénylamine et titrer avec le bichromate. Faire une essai à blanc sans glucose. 1 cc. de solution de bichromate correspond à 1 mgr. de glucose.

Calcul des pertes.

La comparaison de la quantité d'alcool existant dans les moûts fermentés (déterminée sur un échantillon composite) et de celle effectivement recueillie à la colonne renseigne sur les pertes éprouvés au cours de la distillation. Ces pertes totalisent l'alcool restant dans les fonds de cuve non envoyés à la distillation et dans les vinasses ; l'alcool passé avec les flegmasses (têtes et queues de distillation), lorsqu'il y a un fractionnement à la colonne ; enfin l'alcool perdu au cours de la distillation proprement dite. Elles sont exprimées en pour cent d'alcool présent à l'origine dans le moût fermenté.

Enfin, on calculera la quantité d'alcool obtenu pour cent de sucres totaux et pour cent de sucres fermentescibles entrés dans la fabrication.

Essai des rhums

Le contrôle de la fabrication devra comporter une analyse, au moins sommaire, du rhum obtenu. Celle-ci comprendra le dosage des esters et des acides, la détermination de l'obscuration et celle du louchissement.

On considère habituellement que les esters et les acides jouent un rôle de premier plan dans la constitution du bouquet. On pourra pratiquement, dans le contrôle des rhummeries, négliger les autres constituants du non-alcool, dont la détermination est d'ailleurs beaucoup plus délicate.

L'*obscuration*, ou chute de la richesse alcoolique apparente, consécutive à l'addition de caramel, se détermine de la façon la plus simple par le procédé de Tabarié, décrit dans un autre chapitre. Elle est donnée par la différence entre le degré alcoolique de l'eau-de-vie débarassée de son extrait sec et de l'eau-de-vie telle qu'elle se présente.

Enfin, on se rend compte du *louchissement* éventuel du rhum à la dilution, en mélangeant celui-ci avec deux fois un poids d'eau et en laissant reposer 24 heures dans une éprouvette. Le louchissement est généralement dû à la présence d'huiles essentielles consécutive à un épuisement trop poussé du moût ou à l'emploi d'un caramel trop brûlé pour la coloration.