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

**Herausgeber:** Bundesamt für Gesundheit

**Band:** 62 (1971)

**Heft:** 4

**Artikel:** Dosage de l'iode dans les végétaux et dans les aliments pour bétail

**Autor:** Fioravanti, P. / Halmi, Magda / Bovay, E.

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-983586

**Nutzungsbedingungen**

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

**Conditions d'utilisation**

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

**Terms of use**

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

**Download PDF:** 14.07.2025

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

The method was tested with the help of different known organic compounds. This method gives good results, if the wet ashing of the organic compounds is accomplished rapidly and entirely, what depends very much on the nature of these compounds.

The carbohydrates, the aliphatic acids, the alcohols, the aldehydes and ketones as well as the protein compounds are entirely oxidised in 15 to 20 minutes at 180 °C in a mixture of 75 % by volume of sulphuric acid and of potassium dichromate 0,04 *n*.

The presented method seems suitable for the analysis of waste water, its efficiency being examined actually by extensive investigations. An essential advantage of this method, compared with the method by combustion, is that it permits to analyse samples with any content of undissolved substances, what makes its use appropriate for the control of the function of treatment plants as well as for the supervision of the waters.

### *Literatur*

1. *Malissa H.:* Mikrochim. Acta, **1960**, 127 (1960).

# Dosage de l'iode dans les végétaux et dans les aliments pour bétail

*P. Fioravanti* et *Magda Halmi*

Station fédérale de recherches de chimie agricole, Liebefeld-Berne

(Directeur: E. Bovay)

### *Introduction*

Dans le cadre de l'étude des causes d'infertilité du bétail bovin, il est nécessaire d'effectuer le dosage quantitatif de l'iode dans les plantes fourragères et les aliments pour bétail. Cet élément revêt, en effet, une grande importance dans le métabolisme des animaux supérieurs, car c'est en utilisant l'iode minéral présent dans le sang que la glande thyroïde synthétise la L-thyroxine et la 3,5,3'-triiodo-L-thyronine, hormones réglant les combustions cellulaires et la croissance (13)

Il existe plusieurs méthodes pour la détermination de très faibles quantités d'iode dans les tissus et les humeurs biologiques d'origine animale (surtout PBI = protein bound iodine). En revanche, les méthodes concernant les applications aux végétaux sont beaucoup moins nombreuses. La même difficulté se présente toutefois dans chacune des méthodes de minéralisation proposées: trouver la condition optimale pour la destruction de la matière organique, tout en évitant les pertes d'iode. Ce problème a particulièrement attiré notre attention, car il n'y a pas de données précises pour les substances qui nous intéressent.

La méthode de dosage de l'iode la plus couramment utilisée consiste en une microdétermination colorimétrique basée sur l'action catalytique de l'iode dans la réaction d'oxydo-réduction entre Ce (IV) et As (III). La vitesse de la réaction est proportionnelle à la concentration des ions iodures, pour autant que le rapport entre la concentration de As (III) et de Ce (IV) soit suffisamment élevé et que les autres facteurs soient maintenus constants, notamment la température, la teneur en acide sulfurique et la concentration en ions chlorures (19). Dans une modification de méthode récemment proposée (17), la réaction entre Ce (IV), et As (III) est bloquée à un moment déterminé par adjonction d'une solution de Fe (II). Le Fe (III), libéré instantanément lors de la réaction Ce (IV) — Fe (II), peut être dosé à l'aide de l'acide sulfosalicylique. Cette méthode modifiée s'est montrée très sensible et précise pour le dosage de micro-quantités d'iode dans les substances que nous avons examinées.

## *Méthode*

*Appareillage*

Spectrophotomètre (Beckman Acta III avec «Samplomat» [Struers]).
Etuve; Four à moufle; Bain-marie à thermostat; Agitateur magnétique; Centrifuge.

*Réactifs* (tous p. a.)

a) Solution de $ZnSO_4$ à 10 %.
b) Solution de KOH 1-N.
c) Solution d'acide arsénieux (As III).
   1. dissoudre 3,71 g de $As_2O_3$ dans 50 ml de KOH 1-N,
   2. dissoudre 25 g de NaCl dans 200 ml d'eau,
   3. ajouter 60 ml de $H_2SO_4$ conc. à 500 ml d'eau.

   Mélanger ces trois solutions et compléter à 1 litre avec de l'eau.
d) Solution acide de cérium (Ce IV).
   Ajouter 50 ml de $H_2SO_4$ conc. à 500 ml d'eau, puis dissoudre dans cette solution 9,1 g de $Ce(SO_4)_2 \cdot 4\ H_2O$; compléter à 1 litre.
e) Solution de sel de Mohr.
   Dissoudre 15 g de $(NH_4)_2\ Fe(SO_4)_2 \cdot 6\ H_2O$ dans 500 ml d'eau; ajouter 3,5 ml de $H_2SO_4$ conc. et compléter à 1 litre.
f) Solution d'acide sulfo-5-salicylique à 20 %.

$H_2SO_4$ concentré est de densité 1,84. Conserver les solutions dans des distributeurs automatiques «Pipettor», modèle S-A (Oxford Laboratories).

## *Solutions standards*

Dissoudre 1,308 g de KI (Merck «Suprapur») — préalablement séché dans un dessiccateur — dans un peu d'eau, compléter à 1 litre. La concentration de la solution est de 1000 µg $I^-$/ml. (Solution de base).

Préparer ensuite les solutions standards pour les dosages: dans un ballon jaugé de 100 ml, introduire 10 ml de KOH 1-N et la quantité de sulution standard de base nécessaire pour obtenir des concentrations finales de 0,01 à 0,125 µg $I^-$/ml et compléter à 100 ml avec de l'eau.

Pour la préparation des solutions, employer, si possible, de l'eau distillée, sinon de l'eau désionisée. Conserver les solutions dans des flacons de polyéthylène.

*Calcination*

Peser 1 g de substance dans une capsule de porcelaine. Pour les échantillons végétaux, ajouter ensuite 2 ml de KOH 1-N et 1 ml de $ZnSO_4$ à 10 %; pour les aliments du bétail, 4 ml de KOH 1-N et 2 ml de $ZnSO_4$ à 10 %, puis un peu d'eau pour bien imbiber la masse. Bien mélanger la masse avec une baguette de verre. Contrôler le pH, qui doit être alcalin, avec de la phénolphtaléine. Mettre les échantillons ainsi préparés dans une étuve, d'abord à 90 ° C, puis, vers la fin de l'évaporation, à 105 ° C. Sécher les échantillons complètement (la surface doit être dure). Après dessiccation, couvrir les capsules avec des couvercles de porcelaine et les placer dans un four à moufle préalablement chauffé à 100—150 ° C. Augmenter la température à 450 ° C et laisser les échantillons à cette température pendant $1^1/_2$ h. Après refroidissement, ajouter 1 ml de $ZnSO_4$ à 10 % et quelques gouttes d'eau; sécher à l'étuve. Puis calciner de nouveau à 450 ° C pendant $1^1/_2$ h. Si, après cette deuxième calcination, il reste encore du charbon dans les cendres, mouiller avec un peu d'eau, sécher et calciner une troisième fois pendant 1—2 heures. Ne pas dépasser 6 heures de calcination au total.

Reprendre les cendres avec 20 ml d'eau pour les échantillons végétaux ou 40 ml d'eau pour les aliments. Agiter pendant 10 minutes environ avec un agitateur magnétique. Transférer le contenu de la capsule dans un tube à centrifuger et centrifuger à 3000 tours/min. pendant 10 minutes.

*Dosage*

Transférer 3 ml de la solution surnageante à doser dans un tube à essais de 20 ml. Ajouter 4 ml de la solution d'acide arsénieux et placer les tubes dans un bain-marie à 30 ° C pendant 10 minutes. Préparer en même temps, et de la même manière, une série de standards dont on choisit la concentration suivant la nature des échantillons à analyser (en général, pour les végétaux de 0,01 à 0,05 µg $I^-$/ml, pour les aliments de 0,05 à 0,125 µg $I^-$/ml). Puis ajouter à chaque solution 4 ml de la solution acide de cérium à des intervalles réguliers de 15 secondes. Remettre immédiatement les tubes à essais dans le bain-marie. Attendre qu'une décoloration sensible des standards les plus concentrés se manifeste (10—20 minutes) et ajouter à chaque solution, à des intervalles réguliers de 15 secondes, 4 ml de la solution de sel de Mohr. Sortir les tubes du bain-marie. Pour terminer, ajouter à chaque solution 4 ml de la solution d'acide sulfosalicylique. Agiter énergiquement et laisser reposer au moins une demi-heure pour permettre une répartition uniforme de la coloration. Mesurer l'absorption à la longueur d'onde de 505 nm, dans des

cuves de 10 mm de chemin optique, en utilisant de l'eau désionisée comme référence. Nous utilisons un sprectrophotomètre Beckman Acta III, réglé de la manière suivante: Longueur d'onde: 505 nm; fente: 0,09 mm; échelle: absorption 2 A et connecté avec un échangeur d'échantillons automatique «Samplomat». Après les mesures, porter les valeurs des standards obtenues sur papier millimétré ou semi-logarithmique et lire les concentrations des échantillons sur la courbe obtenue.

## *Discussion*

### *Minéralisation*

La destruction de la matière organique pour le dosage de l'iode est généralement effectuée dans une bombe calorimétrique, par attaque acide ou par calcination alcaline. Les nombreuses modifications proposées dans la littérature pour la minéralisation des tissus biologiques démontrent la difficulté d'obtenir une destruction totale de la matière organique sans perte d'iode.

La calcination au moyen d'une bombe calorimétrique ou en fiole à oxygène et l'absorption du résidu minéral dans une solution alcaline sont employés surtout pour le dosage de l'iode dans les produits organiques de synthèse (21). On trouve quelques applications de cette technique pour les substances biologiques (15, 23). Nous avons essayé d'employer une bombe calorimétrique, mais avons dû y renoncer malgré les premiers résultats encourageants, car cette méthode ne convient pas pour des analyses en grande série. En effet, suivant la nature des échantillons à examiner, la combustion est quelquefois incomplète et le résidu absorbé dans la solution alcaline peut interférer lors du dosage colorimétrique. En plus, la manipulation continuelle et prolongée de la bombe calorimétrique nécessite des précautions importantes et comporte un danger latent.

L'attaque acide de la matière organique a trouvé, avec toute une série de modifications, une large application pour le dosage de l'iode dans les substances d'intérêt clinique (4, 7, 18). L'attaque est généralement effectuée dans un milieu oxydant comme $H_2SO_4$-$CrO_3$ ou $HClO_3$-$HClO_4$-$CrO_3$, à une température variant entre 140—160 ° C. Les tissus végétaux peuvent également être détruits par attaque acide, mais, dans ce cas, il est nécessaire, après la destruction de la matière organique, de procéder à une distillation, avec ou sans entraînement à la vapeur (1, 8). Ces méthodes nécessitent un grand nombre de manipulations, aussi bien pour l'attaque acide que pour la distillation, et ne conviennent donc pas pour des analyses en série.

C'est pour ces raisons que nous avons tenté d'obtenir une bonne reproductibilité au moyen de la calcination alcaline. Les conditions de travail proposées par la littérature présentent entre elles des différences assez marquées. La température de calcination varie entre 400—450 ° C (9, 12, 25) et 600 ° C (2, 3, 6, 11, 14, 22, 24); la durée de calcination passe de 30 minutes (25) à 3 heures et plus (14), jusqu'à la disparition complète du charbon (24). Le milieu basique est obtenu soit avec $Na_2CO_3$ (5, 10, 22, 24) soit avec KOH (3, 6, 11). Certains auteurs préconisent l'adjonction d'une faible quantité de $KClO_3$ (3); d'autres proposent de fermer le récipient contenant le matériel pendant la calcination (11);

d'autres, enfin, entrouvrent la porte du four toutes les 5, 20 et 40 minutes pendant 15 secondes (3, 6). Il nous a paru nécessaire de préciser l'influence de ces diverses conditions de travail sur la reproductibilité des résultats et de définir l'importance des pertes d'iode.

Lors de nos premiers essais, nous avons calciné les échantillons à une température relativement élevée (600 ° C) et sans limitation de durée, jusqu'à la disparition complète des traces de charbon (env. 5—6 heures). Ces essais furent très peu concluants. La dispersion obtenue dans les résultats d'analyses des échantillons végétaux et des aliments, qui ont un contenu probable en iode variant entre 0,3 et 4 ppm, est inacceptable. La déviation standard des valeurs atteint en effet, dans ces conditions, de 20—40 %. (Tableau 1.) L'utilisation, soit de $Na_2CO_3$, soit de KOH, comme agent alcalinisant, n'apporte pas de variations notables. Nous avons toutefois préféré KOH pour éviter le fort dégagement de $CO_2$ qui se manifeste avec $Na_2CO_3$ lors de l'acidification nécessitée par le dosage colorimétrique. Quant à l'adjonction d'un cristal de $KClO_3$, elle s'est avérée sans influence sur les résultats.

Diverses méthodes sont proposées pour contrôler les différentes phases de la calcination et corriger les résultats en cas de perte (2, 16). La technique des standards internes, c'est-à-dire l'adjonction d'une quantité connue d'iode au matériel à doser, s'est révélée inutilisable en raison de la forte dispersion des résultats. De plus, cette façon de procéder peut amener des erreurs supplémentaires — comme le remarquent aussi certains auteurs (7) — car les pertes en iode ne sont pas nécessairement les mêmes dans l'échantillon et dans le standard ajouté. On peut aussi

*Tableau 1*

*Influence de la température et de la couverture des capsules sur la récupération de l'iode*

(iode en ppm dans la matière sèche)

| Echantillons | 450 ° C couverts | dév. x stand. | 450 ° C ouverts | dév. x stand. | 600 ° C ouverts | dév. x stand. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Fourrage | 0,32 | 5,0 % (8) | 0,31 | 15 % (7) | 0,17 | 30 % (8) |
| Fourrage | 0,76 | 4,4 % (4) | — | | — | |
| Aliment pour bétail | 2,02 | 3,0 % (3) | 1,78 | 8 % (5) | 1,7 | 10 % (3) |
| Aliment pour bétail | 2,47 | 4,0 % (3) | 1,88 | 6 % (4) | 1,04 | 37 % (4) |
| Aliment pour bétail | 3,80 | 3,0 % (8) | — | | — | |
| 3 calcinations | 3,76 | 4,3 % (8) | | | | |
| différentes | 3,96 | 3,0 % (8) | | | | |
| Aliment pour bétail | 2,43 | 4,5 % (3) | 2,3 | 15 % (6) | 2,14 | 25 % (4) |
| Aliment pour bétail | 2,74 | 2,2 % (3) | — | | — | |
| Aliment pour bétail | 2,44 | 2,9 % (3) | — | | — | |

x: entre parenthèses le nombre de déterminations effectuées

essayer de rapprocher des conditions de calcination des végétaux, en ajoutant une quantité connue d'iode à de la cellulose qu'on calcine en même temps que les échantillons. Cette méthode de correction ne peut pas être utilisée à cause de la forte dispersion des résultats, qui rend impossible l'évaluation des pertes.

Afin de connaître le comportement de l'iode à la température de 600 ° C, nous avons calciné, dans des capsules de porcelaine, après évaporation préalable, des solutions contenant 2 µg de $I^-$ sous forme de KI, avec 4 ml de KOH 1-N et 2 ml de $ZnSO_4$ à 10 %, pendant un temps variable. Ces essais (Tableau 2) ont démontré que des pertes d'iode sous forme minérale se produisent déjà après une heure de séjour au four. Au bout de 6 heures, le 70 % de l'iode est pratiquement perdu. En employant la technique de couverture des capsules avec un couvercle de porcelaine, la récupération de l'iode est encore satisfaisante après 2 heures, mais au bout de 6 heures les pertes varient de 10 à 25 %.

Les essais effectués de la même manière, en utilisant des couvercles, mais à la température de 450 ° C, ont démontré qu'après 8 heures de calcination on n'enregistre pratiquement aucune perte, tandis que dans les capsules non couvertes les pertes sont de 15 à 20 % (Tableau 2).

*Tableau 2 Influence du temps de calcination sur la récupération de l'iode*

Calcination de 2 µg de standards d'iode

| Durée | ouverts | couverts |
|---|---|---|
| | 600 ° C | |
| 1 heure | 1,60 | 1,99 |
| | 1,68 | 1,94 |
| | | 2,00 |
| | | 2,00 |
| 2 heures | 1,52 | 1,94 |
| | 1,62 | 2,00 |
| 3 heures | 0,87 | 1,90 |
| | 0,94 | 1,68 |
| | 0,74 | 1,84 |
| 6 heures | 0,6 | 1,54 |
| | 0,5 | 1,72 |
| | | 1,76 |
| | | 1,80 |
| | 450 ° C | |
| 8 heures | 1,56 | 2,00 |
| | 1,68 | 2,00 |
| | | 1,96 |

La calcination des matières végétales et des aliments à 450 ° C dans les capsules couvertes nous a ainsi donné des résultats suffisamment corrects et la dispersion des résultats reste comprise dans les limites tolérables, la déviation standard n'excèdant pas 5 % (Tableau 1). Une quantité de 1 µg de $I^-$ ajoutée à 1 g de matière est récupérée à 95 % dans le cas des capsules couvertes tandis qu'on ne retrouve que le 75 % dans les capsules ouvertes. Si, à 450 ° C, la perte d'iode est donc nettement plus faible, il convient toutefois de réduire au minimum indispensable le séjour des échantillons dans le four. Nous avons constaté que, pour les aliments, dont la calcination présente souvent quelques difficultés, la présence d'un peu de résidu de charbon — qui n'a pratiquement pas d'influence sur les dosages — est préférable à une calcination trop prolongée qui peut amener d'éventuelles pertes d'iode. Par contre, pour les tissus des végétaux, une calcination incomplète peut donner des résultats trop faibles. On peut supposer qu'une grande partie de l'iode total présent dans les aliments se trouve sous forme de sels, forme qui est probablement volatilisée plus facilement; tandis que dans les plantes, dont la teneur en iode est cependant 10 fois plus faible, l'iode paraît se trouver sous une forme plus difficilement libérée par la calcination.

### *Colorimétrie*

Dans les intervalles de concentration qui nous intéressent (0,005—0,1 µg $I^-$/ml), le dosage de l'iode peut être effectué sans difficulté en utilisant la méthode proposée par Paletta (17). Nous avons toutefois jugé utile d'y apporter quelques modifications permettant l'application de cette méthode à des analyses en série. Nous avons préféré travailler avec un volume suffisamment élevé de solutions d'échantillons et de réactifs et soumettre à la procédure de colorimétrie complète un certain nombre de standards en parallèle avec chaque série d'échantillons, de manière à réduire les possibilités d'erreurs. Le problème de l'adjonction d'une quantité exacte de réactifs à des grandes séries d'échantillons et à des intervalles de temps réguliers et courts, a été résolu en utilisant des distributeurs automatiques.

*Temps et température:* des recherches récentes (20) ont confirmé que l'iode, sous forme d'iodate, n'exerce pas d'activité catalytique sur la réaction entre As (III) et Ce (IV). Néanmoins, le $IO^-_3$ peut être transformé par réduction en une forme catalytiquement active, équivalente, par ses effets, à une quantité identique d'iodure, si on le maintient en contact avec une concentration suffisamment forte d'ions As (III) pendant un temps suffisamment long et à une température suffisamment élevée. Nous avons voulu nous assurer que, dans nos conditions de travail, l'iodate éventuellement présent dans les échantillons se réduisait comme indiqué ci-dessus, permettant le dosage de l'iode total. Ces essais ont été effectués avec des réactifs à concentration égale à celle employée dans notre méthode, ajoutés à 3 ml de solution contenant 0,08 µg I/ml, sous forme de $KIO_3$ et abandonnés 10 minutes à 30 ° C. Le dosage colorimétrique a donné des valeurs absolument identiques avec celles obtenues en utilisant une solution de KI.

*Interférences:* afin d'examiner la possibilité d'interférences par les autres ions présents dans les échantillons végétaux et les aliments sur le procédé colorimétrique adopté, nous avons ajouté 10 ml de KOH 1-N et 7,5 µg de $I^-$ à des quantités variables d'ions différents, et porté le volume à 100 ml. Lorsqu'un précipité se formait, nous l'avons centrifugé et avons ensuite effectué le dosage dans la solution surnageante, ainsi que nous le faisons lors du dosage des échantillons. Dans ces conditions, les interférences se sont révélées négligeables (Tableau 3), même pour des concentrations d'ions bien plus élevées que celles qu'on trouve dans les échantillons à examiner.

*Tableau 3 Interférence de divers ions sur le dosage de l'iode*
(les solutions contiennent 0,075 µg $I^-$/ml)

| Ions présents | Quantité ajoutée | $I^-$ retrouvé en µg/ml |
|---|---|---|
| $Fe^{2+}$ | 50 µg/ml | 0,075 |
| $Co^{2+}$ | 50 µg/ml | 0,074 |
| $Ni^{2+}$ | 50 µg/ml | 0,074 |
| $Mn^{2+}$ | 50 µg/ml | 0,075 |
| $Cu^{2+}$ | 50 µg/ml | 0,074 |
| $Pb^{2+}$ | 50 µg/ml | 0,074 |
| $MoO_4^{2-}$ | 100 µg $Mo^{6+}$/ml | 0,074 |
| $BO_3^{3-}$ | 100 µg $B^{3+}$/ml | 0,075 |
| $Ba^{2+}$ | 0,2 mg/ml | 0,075 |
| $K^+$ | 2,0 mg/ml | 0,075 |
| $Na^+$ | 2,5 mg/ml | 0,075 |
| $Mg^{2+}$ | 0,2 mg/ml | 0,075 |
| $Ca^{2+}$ | 3,5 mg/ml | 0,076 |
| $NO_3^-$ | 0,3 mg/ml | 0,075 |
| $Cl^-$ | 0,6 mg/ml | 0,075 |


## *Résumé*

Le problème principal qui se pose lors de la détermination de microquantités d'iode dans les végétaux et dans les aliments pour bétail est la minéralisation de la matière organique. On propose une méthode de calcination qui permet d'éviter les pertes d'iode La détermination colorimétrique utilisée est la technique mise au point par *Paletta,* avec de légères modifications. La déviation standard de la procédure complète n'excède pas 5 % pour des quantités d'iode de 0,3 à 4 ppm. La méthode peut être appliquée à des analyses de routine.



## *Riassunto*

La distruzione della materia organica per il dosaggio di microquantità di iodio in tessuti vegetali e alimenti per il bestiame presenta notevoli difficoltà; sono quindi des-

critte le condizioni necessarie per ottenere una buona calcinazione evitando perdite di iodio. La determinazione quantitativa viene effettuata con il metodo colorimetrico di *Paletta*, che, con leggere modificazioni, si dimostra di soddisfacente applicazione all' analisi in serie di tali materiali. La deviazione standard del procedimento non supera il 5 % per campioni contenenti da 0,3 a 4 ppm di iodio.

## *Zusammenfassung*

Die Mineralisierung der organischen Stoffe bietet bei der Bestimmung von Mikromengen Jod in Pflanzenmaterial und Mischfutter die meisten Schwierigkeiten. Es wird eine Veraschungsmethode beschrieben, nach welcher Verluste von Jod vermieden werden können. Zusammen mit der kolorimetrischen Bestimmung nach *Paletta* (leicht modifiziert) eignet sich die Methode für Serienanalysen. Die Standardabweichung des gesamten Verfahrens beträgt bei Jodgehalten von 0,3 bis 4 ppm nicht mehr als 5 %.

## *Summary*

The most difficulties met in the determination of microquantities of iodine in vegetables and animal feed are connected with the mineralisation of the organic substances. A method of calcination is described which permits to avoid a loss of iodine. Together with the colorimetric determination according to *Paletta* (slightly modified) the method is suitable for routine analyses. The standard deviation of the whole procedure does not exceed 5 % for iodine contents from 0,3 to 4 ppm.

## *Références bibliographiques*

1. *Aldermann G.* et *Jones D. I. H.* (1967): J. Sci. Fd. Agric. **18**, 197—199.
2. *Barker S. B.*, *Humphrey M. J.* et *Soley* M. H. (1951): J. Clin. Invest. **30**, 55; Z. Anal. Chem. 1952 **135**, 458.
3. *Bednař I.*, *Röhling S.* et *Vohnout S.* (1964): Čsl. Farmac. **13**, 203—209 (en tchèque); Z. Anal. Chem. 1965 **210**, 310—311.
4. *Boguth W.* et *Schaeg W.* (1967): Mikrochim. Acta 658—662.
5. *Faulkner C. W.*, *Levy R. P.* et *Leonards J. R.* (1961): Clin. Chemistry **7**, 637—645; Z. Anal. Chem. 1963 **193**, 232.
6. *Foss O. P.*, *Hankes L. V.* et *van Slyke D. D.* (1960): Clin. Chim. Acta (Amsterdam) **5**, 301—326; Z. Anal. Chem. 1961 **182**, 311—312.
7. *Hoch H.* et *Lewallen Ch. G.* (1969): Clin. Chem. **15** (3), 204—215.
8. *Houston F. G.* (1950): Anal. Chem. **22** (3), 493—494.
9. *Jažemskaja V. Ja.* et *Štukovskaja L. A.* (1962): Gig. i Sanit. **27** (2), 52—55 (en russe); Z. Anal. Chem. 1963 **195**, 60.
10. *Knopp J.* et *Štolc V.* (1965): Čsl. Farmac. **14**, 506—508 (en slovaque); Z. Anal. Chem. 1967 **232**, 441.
11. *Krylova M. I.* (1963): Gig. i Sanit. **28** (1), 48—53 (en russe); Z. Anal. Chem. 1964 **203**, 383.
12. *Lapin L. N.* et *Rejs N. V.* (1961): Lab. Delo **7** (8), 21—25 (en russe); Z. Anal. Chem. 1962 **189**, 432.

13. *Lissitzky S.* et *Javillier M.* et al. Traité de biochimie générale, Tome III. Masson et Cie éd. Paris, 1967 p. 586.
14. *Meynen Ch., Foldenauer A.* et *Böhm P.* (1968): Aerztl. Lab. **14**, 44—50; Z. Anal Chem. 1970 **250**, 398.
15. *Mitchel W. D.* (1965): J. Lab. Clin. Med. **66**, 677—681.
16. *Nesh F.* et *Peacock W. C.* (1950): Anal. Chem. **22** (12), 1573.
17. *Paletta B.* (1969): Mikrochim. Acta 956—959.
18. *Rodgers K.* et *Poole D. B.* (1958): Biochemic J. 70, 463—471.
19. *Rodriguez P. A.* et *Pardue H. L.* (1969): Anal. Chem. **41**, 1369—1375.
20. *Rodriguez P. A.* et *Pardue H. L.* (1969): *ibid.*, 1376—1380.
21. *Selig W.* (1968): Z. Anal. Chem. **241**, 251—255.
22. *Štolc V.* et *Németh S.* (1961): J. Dairy Science **44**, 2187—2193.
23. *Štolc V.* et *Knopp J.* (1963): Mikrochim. Acta 941—946.
24. *Štolc V.* (1963): Mikrochim. Acta 984—990.
25. *Švejkina R. V.* et *Černavina M. S.* (1966): Ž. Prikl. Chim. **39**, 2362—2363 (en russe); Z. Anal. Chem. 1968 **234**, 306.

# Histaminbildung während der Weinbereitung

*K. Mayer, G. Pause* und *U. Vetsch*
(Eidg. Forschungsanstalt für Obst-, Wein- und Gartenbau, 8820 Wädenswil)

Das Auftreten von Histamin, Tyramin und weiteren sogenannten «biogenen» Aminen in Nahrungsmitteln war in den letzten Jahren Gegenstand zahlreicher Untersuchungen, dies vor allem im Hinblick auf die Bedeutung, die diese Verbindungen als Unverträglichkeitsfaktoren besitzen können. Unter den alkoholischen Getränken enthalten die Weine, und bei diesen besonders die Rotweine, häufig Histamin in größeren Mengen (10 und mehr mg/l). Da bei der Einnahme alkoholhaltiger Getränke sowohl der Aethanol wie auch der beim Abbau im menschlichen Körper daraus entstehende Acetaldehyd sog. monoaminooxidasehemmende Wirkung besitzen — mit dem Ergebnis einer mehr oder weniger starken Inaktivierung der physiologischen Abwehrmechanismen —, stellt sich das Problem des Vorkommens stoffwechselaktiver Amine beim Wein automatisch mit verstärkter Dringlichkeit.

Darüber, daß das Histamin im Wein nicht genuin vorliegt, sondern erst im Verlauf der Vinifikation anfällt, besteht weitgehende Uebereinstimmung (1, 2). Vereinzelt wurde allerdings über ein Vorkommen dieser Verbindung bereits schon in unvergorenen Getränken berichtet (3, 4). Möglicherweise handelte es sich in diesen Fällen um Fruchtsäfte und Konzentrate, welche unter wenig hygienischen Bedingungen gewonnen und gelagert worden waren. *Quevauviller* und *Mazière* (5) vertraten die Ansicht, Histamin werde im Verlauf der Alkoholgärung durch Hefen produziert. *Marquardt* und *Werringloer* (1), *Werringloer* (6) und *Plumas* (7)