Dosage du brome dans les fèves de cacao

Autor(en): **Martin, E. / Berner, Ch.**

Objekttyp: **Article**

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

Band (Jahr): **63 (1972)**

Heft 1

PDF erstellt am: **04.06.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-982786

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.
Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.
Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

Dosage du brome dans les fèves de cacao

Dr *E. Martin* et *Ch. Berner*

Laboratoire cantonal de chimie, Genève

1. Principe

La méthode proposée par *P. Jaulmes* (1) consiste à déplacer le brome par la chloramine T. Le brome est fixé sur le rouge de phénol et donne du bleu de bromophénol; un titrage colorimétrique termine le dosage.

Remarques. Le volume du liquide total (10 ml) dans lequel sont reprises les cendres est nettement insuffisant lorsqu'il s'agit de denrées riches en matières minérales comme c'est le cas en particulier des fèves de cacao. Pour cela, nous proposons de reprendre les cendres dans un volume de liquide total de 50 ml. L'essai qualitatif est alors effectué sur 5 ml de cette solution et le dosage proprement dit sur 20 ml de cette même solution.

En ce qui concerne la courbe d'étalonnage, il nous semble préférable de préparer des solutions titrées de bromure de potassium de diverses concentrations, que l'on dilue au moment de l'emploi une première fois au $^1/_{10}$ et une seconde fois au $^1/_{100}$. Dans le cas d'une lecture spectro-photométrique, le développement de la gamme coloré est suffisant avec 5 concentrations différentes.

2. Appareillage

— Spectrophotomètre Zeiss PMQ II avec cuves en verre ordinaire de 1 cm.
— Capsules de platine de 8 cm de diamètre.
— Epiradiateur.
— Four à moufle.
— Verrerie.

3. Réactifs

— Solution aqueuse de NaOH à 50 %.
— Lait de chaux 4 N.
— Acide sulfurique à 1 %.
— Acide sulfurique à 10 %.
— *Rouge de phénol:* Ajouter à 24 mg de rouge de phénol 2,4 ml de NaOH 0,1 N et diluer à 100 ml avec de l'eau.
— *Solution tampon pH* = 4,65: Mélanger 100 ml d'acide acétique 2 N avec, 50 ml de soude caustique 2 N et 50 ml d'eau distillée
— *Solution oxydante:* Dissoudre dans de l'eau 0,2000 g de chloramine T et diluer à 100 ml.
Cette solution doit être utilisée dans la semaine qui suit sa préparation.
— *Solution réductrice:* Thiosulfate de sodium 0,1 N.

— *Solutions standards concentrées de bromure de potassium:* Dissoudre les prises suivantes de BrK dans 100 ml d'eau distillée:

0,1489 g
0,2978 g
0,4466 g
0,5956 g
0,7444 g

Les solutions ainsi obtenues contiennent respectivement 1, 2, 3, 4 et 5 mg Br^-/ml. Au moment de l'emploi, prélever à l'aide d'une pipette jaugée 5 ml de solution standard concentrée. Faire couler ces 5 ml dans un ballon jaugé de 50 ml et compléter au trait avec de l'eau distillée. Toutes les solutions standards concentrées sont diluées dans les mêmes proportions. Les solutions ainsi obtenues contiennent respectivement 100, 200, 300, 400 et 500 µg Br^-/ml. Il est procédé alors à une seconde dilution. Pour cela prélever à l'aide d'une pipette jaugée 1 ml de solution standard diluée et faire couler cette prise dans un ballon jaugé de 100 ml. Compléter au trait avec de l'eau distillée. Procéder de la même façon pour toutes les solutions standards diluées. Les solutions ainsi obtenues contiennent respectivement 1, 2, 3, 4 et 5 µg Br^-/ml.

4. Mode opératoire

4.1 Minéralisation

Les fèves de cacao sont finement broyées (mixer). 5 g du produit ainsi obtenu, placés dans une capsule de platine de 8 cm de diamètre, sont additionnés de 0,5 ml de soude à 50 % et de 1 ml de lait de chaux 4 N. On évapore sous un épiradiateur. Après avoir chassé les dernières traces d'eau, l'épiradiateur est rapproché de la capsule de telle sorte que la minéralisation commence (dégagement de fumées). Après environ 30 minutes, le dégagement de fumées cesse. La capsule est alors placée dans un four à 550 ° C pendant 15 minutes. Après refroidissement, le résidu est repris par 2 ml d'eau distillée, trituré avec une baguette de verre, séché sur un bain-marie et incinéré à 550 ° C pendant 15 minutes. Répéter ces opérations jusqu'à l'obtention de cendres blanches.

Les cendres sont reprises par 5 ml d'eau distillée et transférées dans un ballon jaugé de 50 ml à l'aide d'une pipette Pasteur (détacher les cendres qui adhèrent au fond de la capsule en grattant à l'aide de la pipette Pasteur). Rincer la capsule avec 2 portions de 2 ml chacune d'eau distillée et joindre à la solution des cendres déjà transférée dans le ballon jaugé. Les derniers résidus de cendres adhérant à la capsule sont repris par 2 ml d'eau distillée, additionnés de 10 gouttes d'acide sulfurique à 10 %. Répéter une fois cette opération. Terminer le rinçage de la capsule avec 2 portions de 2 ml chacune d'eau distillée. Introduire alors dans le ballon jaugé, goutte à goutte et en agitant, de l'acide sulfurique à 10 % jusqu'à ce que le pH redescende entre 6 et 7. Vérifier le pH de la solution après avoir

agité le contenu du ballon jaugé en déposant à l'aide du bouchon rodé une goutte de solution sur du papier indicateur pH 1—11. Ajuster le pH entre 4 et 5 avec de l'acide sulfurique à 1 %. Vérifier le pH comme précédemment. Compléter à 50 ml avec de l'eau distillée. Agiter et filtrer sur papier S & S 589 (1). La solution-mère ainsi obtenue (SM) sert à l'essai qualitatif et au dosage proprement dit.

4.2 Essai qualitatif

Dans un tube à essai de 20 ml, introduire:

5 ml de SM
0,25 ml de solution tampon
0,25 ml de solution de rouge de phénol
0,25 ml de solution de chloramine T

Laisser agir *1 minute exactement* (chronométrer) et arrêter la réaction en ajoutant 0,25 ml de solution de thiosulfate de sodium 0,1 N.

Avec une coloration jaune, jaune-brun, jaune-vert ou tout au plus bleu-vert, la solution mère peut être utilisée telle quelle pour le dosage.

Avec une coloration bleue, violette ou violette fugace, il est nécessaire de diluer d'abord la solution mère dans le rapport 1 à 2. Refaire un essai qualitatif sur la solution ainsi obtenue. Si cela est nécessaire, refaire une nouvelle dilution.

4.3 Dosage proprement dit

Dans des ballons jaugés de 25 ml, développer les colorations de solutions de Br^- de concentration connue et de la solution des cendres telle quelle ou diluée.

Placer dans 5 ballons jaugés de 25 ml, 20 ml de chaque solution étalon diluée de bromure de potassium (ces solutions contiennent respectivement 1, 2, 3, 4 et 5 µg Br^-/ml). Dans un autre ballon jaugé de 25 ml, placer 20 ml d'eau distillée (essai à blanc). Enfin, dans un dernier ballon jaugé de 25 ml mettre 20 ml de la solution des cendres telle quelle ou diluée. Introduire dans chaque ballon jaugé:

1 ml de solution tampon
1 ml de solution de rouge de phénol
1 ml de solution de chloramine T.

Fermer le ballon jaugé, agiter, attendre *1 minute exactement* (chronométrer), puis ajouter 1 ml de solution de thiosulfate de sodium. Fermer le ballon jaugé et agiter. Compléter à 25 ml avec de l'eau distillée. Mesurer la densité optique à 584 nm dans des cuves de 1 cm.

Remarque importante

Il est indispensable pour obtenir de bons résultats que la chloramine agisse exactement *une minute* et par conséquent que *chaque coloration soit développée séparément.*

Dans le tableau 1, nous avons rassemblé les données numériques relatives aux concentrations et volumes de différentes solutions utilisées.

Tableau 1

Concentrations des Solutions en Br^- (μg/ml)	H_2O distillée	1	2	3	4	5	inconnue
Volume déposé dans un ballon jaugé de 25 ml (ml)	20	20	20	20	20	20	20
μg Br^-/25 ml	0	20	40	60	80	100	C

4.4 Courbe d'étalonnage, calculs

Sur la figure 1 est représentée la courbe d'étalonnage obtenue en portant en abscisses les concentrations en μg Br^-/25 ml des solutions colorées et en ordonnées les valeurs des densités optiques correspondantes.

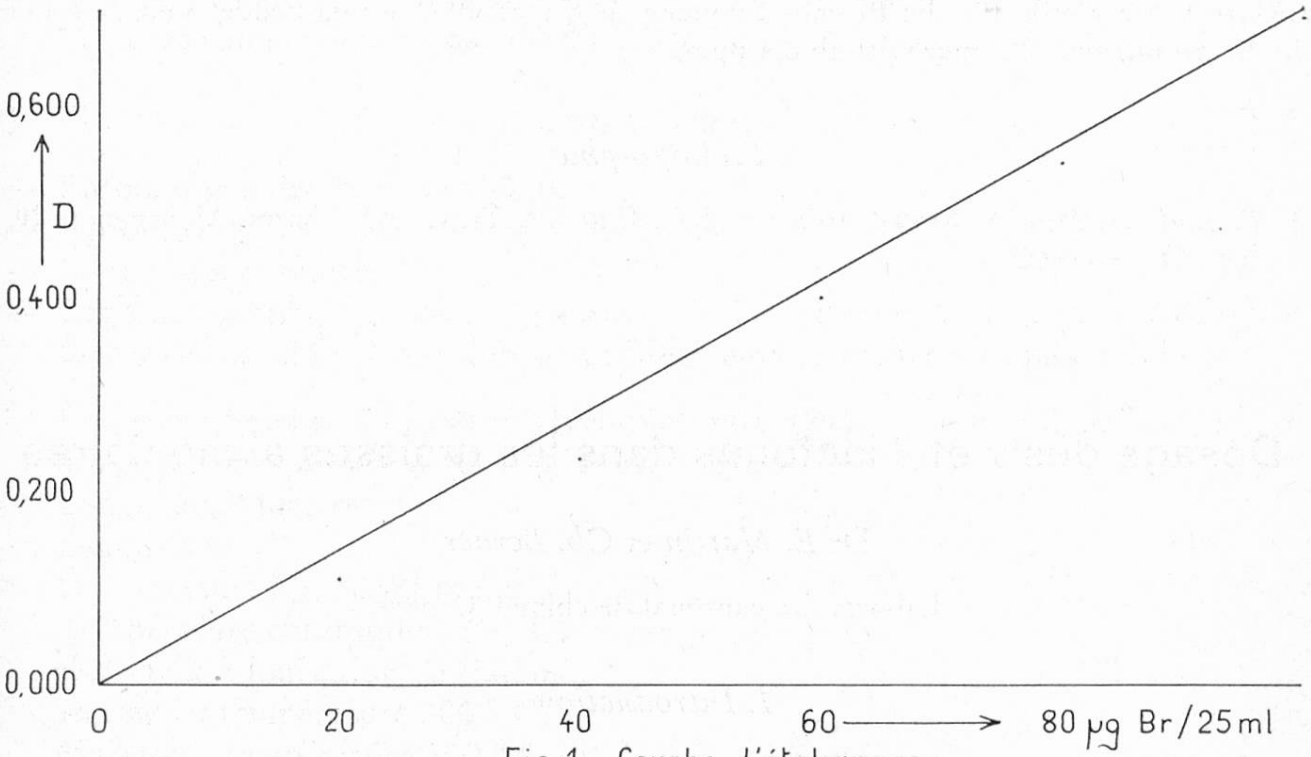

Fig. 1 Courbe d'étalonnage

Nous lisons directement sur la courbe d'étalonnage la concentration en μg Br^-/25 ml de la solution colorée inconnue, soit C.

Soit p, la prise en g de fèves de cacao.

Soit f, le facteur de dilution de la solution des cendres diluée, la *teneur en* ppm de Br^- des fèves de cacao est donnée par la formule suivante:

$$\frac{C \cdot 50}{20 \cdot f \cdot p}$$

Remarques

— Avec un facteur f égal à 1 et une prise de 5 g, il est possible de déterminer une teneur en brome de 3,5 ppm. Il est possible de déterminer une teneur en

brome de 0,4 ppm en utilisant pour la lecture spectrophotométrique des cuves de 4 cm et en doublant la prise de produit.

— La méthode décrite a été appliquée au cas des fèves de cacao mais il est évident qu'elle peut être appliquée à d'autres produits.

Résumé

La méthode colorimétrique de *P. Jaulmes* pour le dosage du brome a été adaptée aux conditions de la lecture spectrophotométrique. Elle a été appliquée au dosage du brome dans des fèves de cacao. Cette méthode permet de déterminer une teneur en brome de 0,4 ppm.

Zusammenfassung

Die kolorimetrische Brombestimmung nach *P. Jaulmes* wird an die Spektrophotometrie angepaßt. Sie wurde für die Brombestimmung in Kakaobohnen angewendet und gestattet die Erfassung eines Bromgehalts ab 0,4 ppm.

Bibliographie

1. *P. Jaulmes, Mme S. Brun-Cordier* et *J. C. Cabanis,* Trav. Soc. Pharm. Montpelier, **20**, fasc. II, 84 (1960).

Dosage des γ et δ lactones dans les graisses alimentaires

Dr *E. Martin* et *Ch. Berner*

Laboratoire cantonal de chimie, Genève

1. Introduction

Les lactones sont des constituants aromatiques importants, rencontrées dans différents produits naturels. *Boldingh* et *Taylor* (1) ont démontré la présence dans le beurre de différentes δ lactones et dans des proportions plus faibles de γ lactones. *G. Jurriens* et *J. M. Oele* (2) ont noté par chromatographie sur colonne et en couche mince les hydroxyacides libres et estérifiés de la graisse de beurre. Il était intéressant pour nous de mettre au point une méthode de séparation rapide. Les lactones ont été séparées par extraction liquide-liquide puis dosées par chromatographie en phase gazeuse.

2. Principe

La graisse mise en solution dans l'éther de pétrole est débarrassée des acides gras libres par extraction de ces derniers à l'aide d'un solution aqueuse de bicar-