

Dosage de l'amidon dans les fèces

Autor(en): **Terrier, Joseph / Deshusses, Jean**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **31 (1940)**

Heft 5-6

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-984003>

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.

Im folgenden gebe ich das Resultat einer am 22. August gefassten Probe wieder. Ich führe den beim Quellaustritt gefundenen Schwefelwasserstoff an, da die Rinne auf meine Veranlassung entfernt werden soll. Die Berechnung von freiem Schwefelwasserstoff und Hydrosulfid geschah nach den Angaben von *Grünhut*³⁾.

Folgende, für die hygienische Beschaffenheit massgebenden Werte wurden in einer am 16. Oktober gefassten Wasserprobe gefunden:

Oxydierbarkeit, gesamte	5,4
Oxydierbarkeit nach Abzug des H ₂ S	3,75
Freies Ammoniak durch Destillation	0,01 mg/l
Albuminoides Ammoniak	0
Nitrite	0
Nitrate als NO ₃	7,5 mg/l
Chloride als Cl	2,28 mg/l

³⁾ *König*, 3. Teil.

Dosage de l'amidon dans les fèces

par Dr. JOSEPH TERRIER et Dr. JEAN DESHUSSES, chimistes
au Laboratoire cantonal de Genève.

La digestibilité des substances amylacées, du pain en particulier, a fait l'objet de nombreux travaux. Leurs résultats en sont souvent fort contradictoires. En consultant les mémoires traitant de cette question, on reste frappé par le fait que certains auteurs¹⁾ n'ont fait porter les analyses des fèces que sur quelques éléments seulement: eau, cendres, azote, graisses, éléments pouvant être facilement dosés grâce à l'existence de méthodes précises de dosage. L'«indosé» forme cependant la majeure partie des fèces. On peut donc en tirer la conclusion que l'élément le plus important des matières amylacées expérimentées, les glucides et plus particulièrement l'amidon, échappent à l'analyse directe. Certains physiologistes ont cependant serré le problème de plus près en dosant l'amidon dans les excréments mais les méthodes de dosage qu'ils ont utilisées présentent des inexactitudes ou même de graves erreurs.

Nous avons déjà constaté cette lacune dans l'établissement des bilans, il y a quelques années, au cours de travaux restés inédits sur la digestibilité de différents pains²⁾.

Cela nous a incité à reprendre l'étude de cette question en portant notre effort sur l'obtention d'une méthode de dosage de l'amidon dans les fèces.

¹⁾ Consulter: *Indhede*, Verdaulichkeit einiger Brotsorten. Skand. Archiv. Physiol. T. 28, p. 164 (1913); *Rubner*, Ueber die Ausnützung einiger Nahrungsmittel im Darmkanal des Menschen. Zeit. Biol. T. 15, p. 115 (1879); Ueber die Ausnützung der Erbsen im Darmkanal des Menschen. Zeit. Biol. T. 16, p. 119 (1880); *Engler*, Quantitative Verdauungsversuche am Haushuhn. Thèse, Zürich 1933.

²⁾ Dr. Besse, *Deshusses* et M^{me} *Budin*, expériences inédites.

Les travaux que nous avons consultés au préalable n'abondent pas en renseignements précis sur les méthodes dont se sont servis les expérimentateurs pour doser l'amidon contenu dans les excréments. Une rapide revue de ces travaux le démontrera.

*Meyer*³⁾ dosa l'amidon dans les fèces en chauffant les excréments avec de l'acide sulfurique dilué, soit en vase ouvert, soit en tube scellé. L'auteur n'indique ni la concentration de l'acide, ni la température à laquelle il a conduit l'hydrolyse, ni la durée de cette hydrolyse. Il a également utilisé la méthode Siegert. Il a constaté des écarts de 8% entre ces différentes méthodes.

*Constantidini*⁴⁾ dose l'amidon dans le gluten au moyen de la méthode de *Sachsse*: emploi d'acide chlorhydrique dilué et dosage du sucre par réduction. Aucune autre précision n'est donnée. Le mémoire comporte quelques chiffres analytiques concernant l'amidon dans les excréments, mais l'auteur ne dit point qu'il ait utilisé la méthode précitée pour les établir.

*Rosenheim*⁵⁾ dose l'amidon par la méthode suivante: 3 g d'excrément sont additionnés de 25 cm³ d'acide lactique à 1% et 30 cm³ d'eau. On chauffe le mélange dans un récipient fermé pendant deux heures et demie à 3,5 atm. On laisse refroidir puis on complète à 250 cm³. On intervertit 200 cm³ du liquide (après filtration?) au moyen de 15 cm³ d'acide chlorhydrique (concentration?), on chauffe pendant deux heures et demie au bain-marie. Après neutralisation de la solution avec de la soude caustique, on complète le volume du liquide à 500 cm³. Le dosage des substances réductrices se fait sur 25 cm³ en utilisant 60 cm³ de liqueur de Fehling. L'oxydure de cuivre recueilli est réduit dans un courant d'hydrogène. Finalement, on pèse le cuivre formé. Rosenheim n'a fait aucune expérience pour fixer le pouvoir réducteur à l'égard de la liqueur de Fehling des excréments exempts d'amidon.

La même méthode est décrite dans le mémoire de *Munk*⁶⁾.

Il faut arriver au mémoire de *Strassburger*⁷⁾ pour avoir une description précise d'une méthode d'analyse. Il est de quelque intérêt de la résumer ici pour en montrer les défauts.

On pèse 2 g d'excréments qu'on verse dans un récipient d'une contenance de 300 cm³. On ajoute 100 cm³ d'acide chlorhydrique à 2%. On fait bouillir cette solution sur un bain de sable pendant une heure et demie. On

³⁾ *Meyer*, Ernährungsversuche mit Brot am Hund und Menschen. Zeit. Biol. T. 7, p. 1 (1871).

⁴⁾ *Constantidini*, Ueber die Ausnützung des Weizenklebers im Darmkanal und über die Verwendung desselben zur Ernährung des Menschen. Zeit. Biol. T. 23, p. 433 (1887).

⁵⁾ *Rosenheim*, Ueber den Einfluss des Eiweiss auf die Verdauung der Stickstoffnährstoffe. Arch. f. Gesamte Physiol. T. 46, p. 422 (1890).

⁶⁾ *Munk*, Ueber Folgen einer ausreichenden, aber eiweissarmen Nahrung. Archiv für Path. Anat. und Physiol. T. 132, p. 91 (1893).

⁷⁾ *Strassburger*, Ueber den quantitativen Nachweis der leicht angreifbaren Kohlenhydrate (Stärke und ihrer Abkömmlinge) in menschlichen Faeces. Archiv. f. Gesamte Physiol. T. 84, p. 173 (1901).

neutralise la solution puis on la filtre sur amiante. Le volume du filtrat est porté ensuite à 200 cm³. Comme le liquide filtré n'est pas toujours limpide, on le filtre une seconde fois sur un filtre sec. On dose les substances réductrices sur 50 cm³. On termine l'analyse par la méthode Volhard-Pflüger. Bien que Strassburger donne comme titre à son mémoire «Ueber den quantitativen Nachweis der leicht angreifbaren Kohlenhydrate (Stärke und ihrer Abkömmlinge) in menschlichen Fäces», l'auteur termine son mémoire par cette conclusion: «als wichtigstes Resultat dieser Arbeit möchte ich hervorheben, dass mit Hilfe der hier beschriebenen Methodik Stärke in den Fäces auch in kleinen Mengen sehr gut quantitativ bestimmt werden kann».

Nous ne pensons pas qu'on puisse raisonnablement tirer une telle conclusion des expériences de Strassburger. Cette méthode ne peut donner que le pouvoir réducteur des fèces, après leur hydrolyse, à l'égard de la liqueur de Fehling. D'ailleurs nous avons tenu à vérifier cette méthode. Dans ce but, nous avons nourri des souris avec des aliments totalement privés d'amidon: lait et fromage.

Les excréments ne contenaient donc pas d'amidon. En suivant la méthode de Strassburger, nous y aurions cependant trouvé 7,33% d'amidon.

Strassburger indique d'ailleurs que sa méthode comporte une cause d'erreur lorsque les fèces sont mucilagineuses car les mucilages donnent par hydrolyse des sucres réducteurs. On peut les éliminer au moyen de chaux.

Cette méthode a été intégralement reprise par *Lorisch*⁸⁾ dans le «Handbuch der biologischen Arbeitsmethoden».

*Scheunert*⁹⁾ propose une autre méthode: 2 à 3 g de substances finement moulues sont additionnées de 30 à 40 cm³ d'eau dans un récipient métallique, on mélange le tout et le récipient muni d'un couvercle, est plongé dans l'eau bouillante pendant une heure pour transformer l'amidon en empois. On refroidit à 50° et l'on ajoute 5 cm³ d'une suspension de diastase Merck à 20%. On agite pour homogénéiser la masse et on la porte à 60—70° pendant une demi-heure. Après cette opération on ajoute 5 cm³ d'une solution d'acide tartrique à 1%. On chauffe la solution pendant trois heures à 3 atmosphères. On filtre sur un filtre exempt d'amidon et on lave le résidu insoluble avec de l'eau chaude. Si l'on observe encore une teinte bleue lorsque l'on porte une ou deux gouttes d'une solution d'iode sur le résidu insoluble, on recommence une fois encore l'hydrolyse. Le filtrat qui a un volume de 200 cm³ environ est additionné d'acide chlorhydrique de façon que la concentration soit de 2,5%. On chauffe la solution sur un bain-marie pendant trois heures. On défèque la solution avec de l'acide phosphotungstique puis on filtre. Après neutralisation de la solution, on

⁸⁾ *Lorisch*, Methoden zur Untersuchung der menschlichen Faeces in «Handbuch der biologischen Arbeitsmethoden», Lief. 112, Abt. IV, T. 16, Heft 1, p. 285 (1923).

⁹⁾ *Scheunert*, Methoden zur Untersuchung des Speichels und des Inhaltes des Verdauungsschlauches und des Faeces. id. p. 24.

dose le sucre interverti par la méthode Allihn-Bang. La méthode comporte, selon Scheunert, une erreur en présence de pentoses.

Parmi les travaux plus modernes, citons la thèse de *Krömer*¹⁰). L'auteur étudie la digestion de soupes farineuses à base d'avoine et de blé cuites pendant 5 minutes. Après des temps variables, il sonde l'estomac pour en retirer les liquides.

Krömer dose les «hydrates de carbone» par la méthode suivante: 5 à 10 cm³ de chyme sont additionnés de 200 à 250 cm³ d'alcool. L'alcool sépare les hydrates de carbone solubles des insolubles. Après un repos de 5 à 6 heures, on filtre. Le filtrat clair est d'abord privé d'alcool puis la solution aqueuse est additionnée de 3 à 4 volumes d'acide chlorhydrique N/3 et chauffée sur un bain-marie pendant 5 heures. Après refroidissement de la solution, on la neutralise avec une solution de soude caustique N/3. On réacidifie légèrement avec de l'acide acétique et on porte le volume de la solution à 50 ou 100 cm³ les cas puis on filtre. On titre finalement le sucre par la méthode Pavy.

L'auteur dose par la même méthode les hydrates de carbone totaux.

Par différence, il obtient les hydrates de carbone insolubles. Dans la méthode de *Hock*¹¹), l'amidon est d'abord saccharifié par de la diastase. Le maltose formé est ensuite hydrolysé par de l'acide chlorhydrique.

Hock élimine d'abord les graisses et les lipoides en traitant la substance pendant 12 à 14 heures par de l'éther dans un appareil de Soxhlet. La substance, séchée à 120° pendant une heure, est mise en suspension dans une solution tampon de phosphate $\frac{n}{15}$ de p_H 5,6. Cette opération peut se faire dans un ballon de 500 cm³. Le ballon est ensuite plongé dans un bain-marie bouillant jusqu'à gélification complète de l'amidon ($\frac{1}{2}$ h.); on conduit la saccharification à 70° en introduisant dans la solution 10 cm³ de la suspension de diastase Merck (10 g diastase dans 1000 cm³ de solution tampon de phosphate $\frac{n}{15}$ de p_H 5,6). Après une demi-heure on porte le bain-marie à l'ébullition pendant 15 minutes, puis on refroidit la solution à 68—70°, température qu'on maintient pendant une heure, après addition de 20 cm³ de la diastase. Après 30 et 45 minutes on ajoute encore chaque fois 10 cm³ d'enzyme. Pour éviter le développement de bactéries au cours de ces opérations on ajoute à la solution un peu de toluène.

Après refroidissement, la solution est additionnée de 316 cm³ d'alcool à 95°, on agite, on complète le volume avec de l'eau distillée et on filtre. Une partie aliquote du filtrat est privée d'alcool par chauffage. Le résidu, d'un volume de 20 à 30 cm³, est dilué avec de l'acide chlorhydrique et de l'eau pour le porter à 75 cm³. On veille à ce que la concentration de l'acide dans la solution finale soit celle d'une solution normale d'acide chlorhydrique et on chauffe au bain-marie bouillant pendant deux heures et demie.

¹⁰) *Krömer*, Die Mehlverdauung im Magen des Säuglings. Thèse. Médecine, Breslau 1914.

¹¹) *Hock*, Bestimmung der Stärke in pflanzlichem Material und tierischen Exkrementen.

¹²) *Terrier*, Le dosage de l'amidon dans les produits de la mouture du blé. Thèse Sc. Genève 1936.

La prise est finalement versée dans un ballon jaugé de 150 cm³ et on ajoute pour précipiter les protides 0,6 cm³ d'une solution chlorhydrique d'acide phosphotungstique à 10%. On complète au volume. On répète ces diverses opérations sur une autre prise témoin mais en l'additionnant de 50 cm³ de la suspension d'enzyme inactivée par chauffage. On dose finalement le glucose dans ces deux solutions par la méthode usuelle.

Pour vérifier sa méthode, Hock a ajouté de l'amidon de pomme de terre à différents farineux et à des crottes de poule. Il a dosé l'amidon de pomme de terre par la méthode de Schulz et Steinhoff prise comme référence. Les chiffres analytiques qu'il a obtenus lui ont paru satisfaisants. Or l'un de nous¹²⁾, au cours d'un travail approfondi sur les différentes méthodes de dosage de l'amidon, a montré que cette méthode donnait des chiffres très inférieurs à ceux d'autres méthodes (v. Fellenberg, Ewers). Le lecteur trouvera dans la Thèse de Terrier les critiques d'ordre diverses qui ont été faites à ce sujet aux nombreuses méthodes de dosage de l'amidon.

*Heubner*¹³⁾ et *Cartens*¹⁴⁾ ont publié de fort intéressantes recherches sur la digestibilité des farines chez les nourrissons. Nous n'avons eu connaissance de ces travaux que par les courts comptes rendus publiés dans la thèse de Porcher¹⁵⁾. Nous ignorons donc les méthodes d'analyses dont se sont servis les auteurs pour doser l'amidon dans les selles.

Signalons enfin que de nombreux mémoires¹⁶⁾ qui firent date en leur temps, ne contiennent aucune description d'une méthode d'analyse de l'amidon dans les selles bien que l'exposé des expériences soit accompagné de documents analytiques.

En France, peu de travaux font mention d'une méthode d'analyse. *Gaultier*¹⁷⁾ dose les hydrates de carbone par la méthode suivante: on fait bouillir une quantité donnée de fèces dans de l'acide chlorhydrique à 2% pour transformer les hydrates de carbone en glucose. On dose le glucose dans cette solution au moyen d'une solution de Fehling ferrocyanurée (2 g de ferrocyanure de potassium dans 100 cm³ de liqueur de Fehling) titrée.

Armand-Delille, *Mentzer*, *Mlle Urbain*¹⁸⁾ signalent très brièvement leur méthode. Elle consiste en une hydrolyse en autoclave au moyen d'acide chlorhydrique à 5%. L'opération dure une demi-heure. Il n'y a aucune

¹³⁾ *Heubner*, Ueber die Ausnützung des Mehls im Darm junger Säuglinge. Berl. Klin. Woch. T. 32, p. 201 (1895).

¹⁴⁾ *Cartens*, Weitere Erfahrungen über die Ausnützung des Mehls im Darm junger Säuglinge. Verh. Gesellsch. Kinderheilk. Th. 12, p. 168 (1895).

¹⁵⁾ *Porcher*, Contribution à l'étude des ferments digestifs chez le foetus et de l'amylase en particulier. Thèse Médecine, Lyon (1921).

¹⁶⁾ *Voigt*, Ueber die Kost eines Vegetariers. Zeit. f. Biol. T. 27, p. 232 (1889); *Zuntz* et *Magnus-Levy*, Beiträge zur Kenntnis der Verdaulichkeit und des Nährwertes des Brotes. Arch. f. Physiol. T. 49, p. 438 (1891); *Magnus-Levy*, Beiträge zur Kenntnis der Verdaulichkeit der Milch und des Brotes. Arch. f. gesamte Physiol. T. 53, p. 544 (1892).

¹⁷⁾ *Gaultier*, Exploration fonctionnelle de l'intestin par l'examen des fèces. Thèse Médecine, Paris 1905.

¹⁸⁾ *Armand-Delille*, *Mentzer*, *Mlle Urbain*, Contribution à l'étude de l'assimilation des glucides chez le nourrisson. C. R. Soc. Biol. T. 122, p. 1212 (1936).

indication de température. Après cette hydrolyse, on défèque avec le réactif de Patein et l'on dose les substances réductrices par mercurimétrie selon la méthode de Baudoin et Levin pour le sang.

*Pozerski*¹⁹⁾ donne un résumé de la méthode qu'il a utilisée pour apprécier la quantité d'amidon non digéré dans les matières fécales des gallinacés. 10 g de matières fécales sont diluées dans 100 cm³ d'eau distillée, on filtre sur une tarlatane qu'on lave ensuite avec 50 cm³ d'eau distillée. On agite le filtrat puis on le fait bouillir. Après filtration sur du coton, on dose les substances réductrices du liquide par la méthode Mestrezat-Garreau. On hydrolyse 100 cm³ du liquide avec 2 cm³ d'acide chlorhydrique pur pendant 30 minutes à 120°. Après neutralisation et filtration du liquide sur papier Chardin, on dose les substances réductrices par la méthode Mestrezat-Garreau. L'auteur du mémoire obtient un chiffre qui indique la quantité de substance réductrice provenant de la saccharification de l'amidon.

Aux Etats-Unis, *Schaw, Woodward et Norton*²⁰⁾ ont étudié la digestion de l'amidon chez les veaux. Leur méthode d'analyse est celle qui a été adoptée par l'Association officielle des chimistes agricoles.

Cette méthode est longue et délicate. On en trouvera l'analyse détaillée dans le manuel édité par cette association²¹⁾.

4 à 5 g de substance, après épuisement avec de l'éther puis de l'alcool sont mis en suspension dans 50 cm³ d'eau.

Le verre contenant la suspension est placé dans l'eau bouillante d'un bain-marie pendant le temps nécessaire à la gélification complète de l'amidon (15 minutes au plus). On refroidit à 55° et l'on fait agir 20 cm³ d'extrait de malt jusqu'à disparition complète d'une coloration bleue du résidu avec l'iode (1 heure). Le liquide est ensuite refroidi et porté à 250 cm³. Après filtration, on prélève 200 cm³ du filtrat, on l'additionne de 20 cm³ d'acide chlorhydrique (P.S.I. 125) et on chauffe sur un bain-marie bouillant pendant 2 1/2 heures. Après neutralisation, le volume de la solution est porté à 500 cm³. Le dextrose est finalement dosé dans une partie aliquote de la solution.

Cette brève revue des méthodes d'analyse permet mieux de se rendre compte des divergences très grandes qui existent entre les méthodes suivies par les physiologistes et amène la conviction que l'étude d'une méthode précise d'analyse de l'amidon dans les selles s'imposait. C'est à ce problème que nous sommes attachés.

Notre première idée fut d'utiliser la méthode de *von Fellenberg*²²⁾, en l'adaptant au besoin. On sait que cette méthode consiste à dissoudre l'amidon par une solution concentrée et neutre de chlorure de calcium; on le sépare

¹⁹⁾ *Pozerski*, Sur la digestion de l'amidon cru. C. R. Soc. Biol. T. 107, p. 491 (1931).

²⁰⁾ *Schaw, Woodward, Norton*, Digestion of starch by young Calf. J. Agr. R. T. 12, p. 575 (1918).

²¹⁾ Official and Tentative Methods of analysis, A. O. A. C. Washington A 35, p. 342.

²²⁾ *von Fellenberg*, Eine direkte, allgemein anwendbare Stärkebestimmungsmethode. Kode. Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène. T. 7, p. 371 (1916), T. 8, p. 55 (1917), T. 19, p. 51 (1928), Stärkebestimmung in Kindermehl.

ainsi d'une partie des substances qui peuvent l'accompagner et qui y sont insolubles. Cette séparation est complétée par une précipitation de l'amidon au moyen d'une solution d'iode. Le iodure d'amidon est séparé par centrifugation, lavé et dosé par combustion sulfochromique. L'excès de l'anion Cro_4H^- est déterminé par une solution décimale d'hyposulfite de sodium, en présence d'iodure de potassium.

Ce procédé, se résumant en quelque sorte dans une titration et permettant d'apprécier une quantité d'amidon minime, paraissait convenir le mieux au but que nous nous proposons.

Les premiers essais, faits avec de l'amidon de blé, répondirent entièrement à cette attente. Mais des observations ultérieures firent constater un grave défaut de la méthode ci-dessus. Dans un autre mémoire sur le dosage de l'amidon dans les denrées alimentaires on trouvera, à ce sujet, des détails précis ainsi que les résultats d'un grand nombre de recherches. Il suffit de dire ici que l'emploi de la méthode de von Fellenberg pour le dosage d'autres amidons que celui de blé (riz, pomme de terre, banane, seigle, par exemple) fournit des teneurs bien inférieures à la quantité réelle.

Il a fallu par conséquent prendre une autre voie et après de multiples essais la méthode ci-dessous a été adoptée. Grâce à celle et de façon simple, le problème de la digestibilité des substances amylacées a pu être abordé avec toute la précision souhaitable.

Nous avons choisi comme animaux d'expériences des souris blanches. La manière dont celles-ci furent alimentées, ainsi que la suite des expériences seront décrites plus loin. Voici comment on a procédé pour, d'une part, doser l'amidon dans les différents produits amylacés qui sont entrés dans la nourriture, d'autre part, pour doser l'amidon non digéré dans les crottes.

1. Dosage de l'amidon dans les produits amylacés.

Réactifs:

- a) Solution de chlorure de calcium 1 + 1 neutre. On l'obtient en dissolvant du chlorure de calcium fondu dans son poids d'eau distillée. Il suffit d'agiter vivement pour obtenir une dissolution rapide (au besoin on peut chauffer). Vers la fin, on ajoute quelques gouttes de solution de phénolphtaleine et on neutralise exactement, au début avec de l'acide chlorhydrique concentré et pour terminer avec de l'acide chlorhydrique 1 + 2.
- b) Solution approximativement 3 N d'acide chlorhydrique.
- c) Solution approximativement 5 N de soude caustique.
- d) Solution approximativement 0,1 N de soude caustique.
- e) Solution décimale d'iode.
- f) Solution 0,05 N d'hyposulfite de sodium.
- g) Acide sulfurique 15—20%.
- h) Réactif de Mayer (%: 1,35 g de chlorure mercurique; 5 g de iodure de potassium).

Selon la teneur présumée en amidon on pèse 0,2 g ou 0,3 g de substance (0,2 g quand la teneur en amidon dépasse 60%; 0,3 g quand elle est inférieure) dans une éprouvette en verre de Jéna d'une contenance de 35 à 40 cm³. On humecte avec quelques gouttes d'eau de manière à former une pâte en s'aidant d'une baguette de verre. On ajoute 10 cm³ de solution de chlorure de calcium, on mélange et on chauffe sur une toile d'amiante. Dès qu'une légère ébullition est obtenue, on maintient celle-ci pendant 8 à 9 minutes. Après refroidissement on dilue avec de l'eau, on transvase, en rinçant, dans un ballon jaugé de 50 cm³, on ajoute 5 cm³ de réactif de Mayer, on complète au trait, on agite vivement, on laisse reposer environ une demi-heure, en agitant à deux ou trois reprises, et on filtre sur un creuset de Gooch sec.

En général le filtrat présente tout au plus une légère opalescence. Si tel n'est pas le cas et s'il a une apparence légèrement laiteuse, il faut le laisser reposer pendant une nuit. Le mieux est ensuite de le transvaser dans un tube de centrifugation. On centrifuge pendant quelques minutes, ce qui sépare les restes de substance étrangère précipitée par le défécant et qui ont passé à la filtration. On prélève 10 cm³ de liquide clair dans un large tube de centrifugation, en verre épais, de 100 cm³ environ de capacité (diamètre environ 35 mm), on ajoute 70 cm³ d'alcool, on remue vivement (baguette de verre) et on laisse reposer, en agitant encore à 2 ou 3 reprises, jusqu'à ce que le précipité se soit rassemblé et que le liquide surnageant soit parfaitement limpide.

On obtient une séparation aisée et quantitative du précipité par centrifugation, car celui-ci forme un dépôt adhérent au fond du tube. On décante le liquide et on lave à 3 reprises avec 10 cm³ d'alcool à 80°, en opérant de même par centrifugation et décantation, puis on chasse l'alcool résiduel en plaçant le tube dans une étuve à 50—60°.

On fait couler ensuite 10 cm³ d'acide chlorhydrique environ 3 N et on place le tube dans un bain-marie en ébullition pendant 45 minutes. On remue au début avec la baguette pendant 1 à 2 minutes, puis on ferme le tube avec une poire en verre pleine d'eau qui fera l'office de réfrigérant (on la remplace après 20 à 25 minutes et on profite d'agiter le liquide encore une fois). Nos essais nous ont prouvé que l'amidon est ainsi hydrolysé quantitativement en glucose. Il reste à doser celui-ci. Nous avons eu recours à la méthode iodométrique de *Kolthoff*²³⁾ qui consiste à oxyder le glucose (aldose) en acide aldonique par l'hypoiodite de sodium (solution décimale d'iode en milieu alcalin). L'excès d'iode est ensuite titré par une solution 0,05 N d'hyposulfite de sodium.

On opère comme suit: le liquide hydrolysé est neutralisé, en présence de quelques gouttes d'une solution de méthylorange, au moyen d'une solution

²³⁾ *Kolthoff*, Die jodometrische Aldosenbestimmung. Z. U. N. G., T. 45, p. 131 (1923); Die Anwendung der iodometrischen Aldosenbestimmung bei der Analyse kohlenhaltiger Gemische. id., p. 141.

de soude caustique environ 5 N, puis on transvase dans un flacon poudrier à large col, ajusté à l'émeri, d'une contenance de 250 à 300 cm³; on complète avec de l'eau jusqu'au volume de 100 cm³ environ, on ajoute, en agitant chaque fois légèrement, 15 cm³ de solution décimale d'iode, puis 30 cm³ de solution approximativement décimale de soude caustique et on abandonne 15 minutes à l'obscurité.

On rend acide avec 20 cm³ d'acide sulfurique 15—20% et on détermine l'iode en excès au moyen de la solution 0,05 N d'hyposulfite, en ajoutant, tout à la fin de la titration, quelques gouttes de solution d'amidon comme indicateur. Un essai à blanc, fait dans les mêmes conditions donne la correspondance des deux solutions titrées (il suffit de le faire avec 10 cm³ de solution décimale d'iode et dans ce cas on ajoute seulement 20 cm³ de la solution approximativement décimale de soude caustique).

Pour les titrations une burette de 25 cm³ graduée en $\frac{1}{20}$ de cm³ est à conseiller.

Dans son travail Kolthoff indique de multiplier le nombre de cm³ de solution décimale d'iode nécessaire pour oxyder le glucose par le facteur 0,009, afin d'obtenir la quantité de celui-ci en g correspondant à la prise. Comment calculer ensuite la teneur originale en amidon?

De patientes recherches qui ont consisté à établir pour la plupart des substances amylacées utilisées une analyse aussi complète que possible (on en trouvera le tableau dans le travail sur le dosage de l'amidon dans les denrées alimentaires auquel il a déjà été fait allusion) nous ont montré qu'à chaque sorte d'amidon, caractérisée déjà par la forme des grains, correspond une composition différente, ou si l'on préfère un état de polymérisation différent. De sorte que le facteur de transformation du glucose en amidon ne peut être unique.

Voici les facteurs que nous avons établis et qui permettent d'obtenir directement la teneur en amidon à partir du nombre de cm³ de solution décimale d'iode:

Amidons de blé, pomme de terre:

$$\text{cm}^3 \text{ de solution } 0,1 \text{ N d'iode} \times 0,0081$$

Amidons de sagou, arrow-root:

$$\text{cm}^3 \text{ de solution } 0,1 \text{ N d'iode} \times 0,0083$$

Amidon de pois:

$$\text{cm}^3 \text{ de solution } 0,1 \text{ N d'iode} \times 0,00835$$

Amidons de riz, avoine:

$$\text{cm}^3 \text{ de solution } 0,1 \text{ N d'iode} \times 0,00875$$

Amidons de seigle, banane:

$$\text{cm}^3 \text{ de solution } 0,1 \text{ N d'iode} \times 0,009$$

2. Dosage de l'amidon dans les crottes.

Les crottes présentent une réaction nettement acide. Il était à craindre que de l'amidon fût hydrolysé déjà au cours de l'ébullition avec la solution

de chlorure de calcium et qu'il n'échappât ainsi au dosage. Pour éviter ce risque les crottes ont été lavées deux fois avec de l'alcool à 80°. D'autre part pour insolubiliser le plus possible de substance étrangère, les crottes ont été ensuite bouillies avec de l'alcool à 95°.

Ces diverses opérations peuvent être exécutées, le mieux du monde, en introduisant les crottes dans un tube de centrifugation en verre de Jéna de 30 cm³ de capacité (diamètre 21' à 22 mm). Au vrai, les résultats diffèrent peu de ceux que l'on obtient sans faire ces traitements préalables. Comme on devait s'y attendre, ils sont un peu inférieurs, mais à peine, ce qui indique que les ions H⁺ libres sont peu nombreux. Par scrupule de conscience, nous les avons cependant exécutés chaque fois.

Au surplus voici le mode opératoire adopté:

0,2 g ou 0,5 g de crottes sèches (0,2 g quand elles contiennent beaucoup d'amidon; 0,5 g lorsqu'elles n'en contiennent que très peu) sont introduits dans le tube, on ajoute 10 cm³ d'alcool à 80°, on mélange vivement (baguette de verre) et on centrifuge. Après décantation on recommence. Puis on introduit 10 cm³ d'alcool à 95° et on place le tube dans un bain-marie maintenu sous une légère ébullition. Lorsque l'alcool bout, on remue constamment (sinon il se produit des projections) pendant 5 à 6 minutes, on laisse refroidir et on centrifuge. Après décantation on place le tube dans une étuve à 50—60° pour chasser l'alcool (sinon la substance mousse beaucoup lorsqu'on la chauffe avec la solution de chlorure de calcium). On ajoute quelques gouttes d'eau, de manière à former une pâte, puis 10 cm³ de chlorure de calcium et on continue exactement comme dans le cas des produits amylicés, avec cette remarque que lorsque la quantité d'amidon à doser est très faible il suffit d'employer 10 cm³ de solution décinormale d'iode et respectivement 20 cm³ de solution approximativement décinormale de soude caustique pour l'oxydation du glucose.

Il faut signaler ici, ce qui constitue évidemment un petit point faible de la méthode, qu'une correction est nécessaire. En effet les souris recevant une nourriture ne contenant pas trace de substance amylicée forment des crottes qui, traitées comme ci-dessus, donnent un léger précipité lorsqu'on ajoute l'alcool, après la dissolution par la solution de chlorure de calcium. On sait que dans l'urine, on rencontre de l'acide glycuronique (acide aldéhyde) à l'état d'acide conjugué, dont la constitution peut être comparée à celle des glucosides.

Vraisemblablement des produits identiques ou semblables existent dans les crottes qui se comporteraient comme de l'amidon et sont cause du précipité ci-dessus.

Il a été constaté que le précipité est très peu abondant dans le cas d'une alimentation exclusive avec du fromage et qu'il y en a un peu plus dans l'alimentation au lait.

Il est donc nécessaire d'en tenir compte et d'établir une correction. On soustrait du nombre de cm³ de solution décinormale d'iode obtenu dans

la titration 0,4 cm³ pour chaque 0,1 g de crottes de la prise; ce chiffre correspond à celui d'une alimentation mixte, telle que celle qui nous a servi de base dans nos expériences.

Nous remercions vivement Monsieur Dr. Charles Valencien, Chimiste cantonal, qui a bien voulu nous permettre de mener à chef nos recherches dans les laboratoires qu'il dirige.

Résumé.

1. Nous avons donné un aperçu de nombreuses méthodes d'analyses qui ont été proposées pour doser l'amidon dans les matières fécales. Nous avons souligné pour chacune d'entre-elles leurs imperfections.
2. Nous avons établi une nouvelle méthode qui permet de doser l'amidon sur une quantité minime de fèces et avec toute l'exactitude désirable.

Etude sur la digestibilité des amidons crus chez la souris blanche

par Dr. JEAN DESHUSSES et Dr. JOSEPH TERRIER, chimistes
au Laboratoire cantonal de Genève.

Après avoir établi une méthode convenable de dosage de l'amidon dans les fèces, nous l'avons appliquée à un cas spécial, celui de la digestibilité de divers amidons crus chez la souris blanche. Le problème était intéressant du fait qu'il était loin d'être résolu d'une manière satisfaisante.

La littérature relative à la digestibilité de l'amidon cuit abonde en mémoires divers, celle qui s'occupe de la digestibilité de l'amidon cru est, par contre, pauvre en documents. Certains d'entre eux ne nous sont connus que par des comptes-rendus si courts qu'ils ne nous permettent pas de porter un jugement sur la méthode d'analyse utilisée par les expérimentateurs.

Langworthy et *Denel*¹⁾ ont étudié le sort de l'amidon de blé, de maïs et de pomme de terre chez l'homme après absorption de ces glucides sous forme de poudings. Ils ont constaté que les matières fécales après ingestion d'amidon de blé et de maïs étaient exemptes d'amidon et que l'amidon de pomme de terre était moins bien digéré et seulement dans la proportion de 78,2%.

Beazell, *Schmidt* et *Ivy*²⁾ reprennent les expériences avec l'amidon de pomme de terre et observent que 15,4—57,3% de l'amidon ingéré se retrouve dans les fèces. Des recherches sur la digestion de l'amidon cru chez les gallinacés ont été faites par *Pozerski*³⁾. Il conclut de ses expériences que l'amidon contenu dans les graines de blé entières est presque totalement digéré lorsque l'animal (coq) consomme les graines de blé entières. La poudre d'amidon mélangée à du gluten, de la caséine ou à

¹⁾ *Langworthy* et *Denel*, Digestibilité de l'amidon cru. Ref. in Repert. Phar. 1921, p. 274.

²⁾ *Beazell*, *Schmidt* et *Ivy*, On the digestibility of raw potato starch. J. Nut. T. 17, p. 77 (1939); ref. in Z. U. L. T. 79, p. 385 (1940).

³⁾ *Pozerski*, Sur la digestibilité de l'amidon cru. C. R. Soc. Biol. T. 107, p. 491 (1931).