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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 33 (1942)

Heft: 3-4

Artikel: Recherche de l'acide bromacétique dans les denrées alimentaires

Autor: Deshusses, Jean / Valencien, C.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-983201

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: 12.07.2025

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

RECHERCHE DE L'ACIDE BROMACÉTIQUE DANS LES DENRÉES ALIMENTAIRES

Par Dr *Jean Deshusses*, chimiste au Laboratoire cantonal de Genève
(Chef du Laboratoire: Dr C. Valencien, Chimiste cantonal)

En dépit des obstacles que leur oppose la législation sur les denrées alimentaires, les chimistes et les bactériologistes ne continuent pas moins leurs recherches pour créer des agents conservateurs plus actifs et moins toxiques que ceux dont l'emploi est autorisé de nos jours.

Ainsi, le p-oxybenzoate de méthyle a été adopté en pharmacie pour la conservation de solutions les plus diverses.

L'acide bromacétique, par contre, ne doit son emploi légal en France pour le mutage des moûts destinés à la concentration qu'aux circonstances exceptionnelles que la guerre a engendrées.

Bien que l'usage de cet acide en tant qu'agent conservateur soit interdit en Suisse, il est cependant utile d'en posséder une méthode de recherche dans les denrées alimentaires car il est à prévoir que l'emploi de cette susbtance ne se limitera pas au simple mutage des moûts mais qu'il s'étendra, légalement ou illégalement, à la conservation d'autres denrées alimentaires et qu'en Suisse, certains seront tentés d'imiter nos voisins.

Le Manuel Suisse des Denrées alimentaires ne mentionne pas l'acide bromacétique parmi les agents conservateurs à rechercher dans les denrées.

J'ai donc mis au point une méthode qui permet de s'assurer aisément de la présence de cet acide dans les moûts, vins, cidres, etc.

Une des premières méthodes de recherche de l'acide bromacétique proposée en France se fonde sur le dosage du brome total. Des travaux assez nombreux ont d'abord établi quelle est la dose normale de brome qu'un vin contient. Toute quantité de brome dépassant la moyenne normale doit être considérée comme un indice certain d'une addition d'acide bromacétique.

La méthode de Chelle et Vitte[1]) comprend une minéralisation du vin par la méthode Geneuil puis l'isolement du brome par la méthode Damiens.

Florentin et Munsch[2]) éliminent une cause d'erreur en extrayant l'acide bromacétique au moyen d'éther car ils ont constaté qu'un vin normal ne cède pas de brome soluble dans ce dissolvant. Les auteurs évaporent ensuite l'éther en présence d'un peu d'eau, minéralisent l'acide bromacétique par calcination avec de la magnésie et recherchent finalement le brome par la méthode de Denigès ou par celle de Hahn.

N'ayant trouvé dans la littérature aucune indication sur une réaction colorée d'identification de l'acide bromacétique, j'ai d'abord conduit une série de recherches dans l'espoir de découvrir une telle réaction.

J'ai constaté qu'en fondant l'acide bromacétique avec de l'ortho phénylène diamine, une coloration rouge violacé se développe, rappelant la teinte d'une solution de permanganate de potassium.

Cette réaction bien que d'une exécution délicate lorsqu'il s'agit de travailler avec quelques milligrammes de substance peut servir à identifier l'acide bromacétique. Malheureusement, l'acide chloracétique donne la même réaction. Je me suis assuré d'autre part qu'il n'est nullement nécessaire de minéraliser l'acide bromacétique avant de mettre en évidence le brome par la méthode de Denigès ou par celle de Hahn.

L'acide bromacétique traité par un mélange de permanganate de potassium et d'acide sulfurique concentré libère le brome qui peut être identifié par le procédé de Hahn.

Réactifs

Solution de permanganate de potassium à 5 %.
Acide sulfurique concentré.
Solution de fluorescéine.
Acide acétique à 35 % saturé de fluorescéine.

Méthode

Dans un Erlenmeyer de 100 cm³, verser le liquide contenant l'acide bromacétique (le volume de cette solution ne doit pas dépasser 5 cm³), ajouter 5 cm³ de la solution de permanganate puis d'un seul coup 2 cm³ d'acide sulfurique concentré contenu dans un petit cylindre gradué. Fermer immédiatement l'Erlenmeyer au moyen d'un bouchon laissant pendre à sa partie inférieure une bandelette de papier filtre imprégnée de la solution de fluorescéine. Modérer l'échauffement, si le besoin s'en fait sentir, en plongeant l'Erlenmeyer dans de l'eau froide. Conserver l'Erlenmeyer dans l'obscurité.

La coloration rose de la bandelette indique la présence de brome. La vitesse de l'apparition de cette teinte rose dépend de la quantité de brome.

A la fin de l'expérience, on avive la teinte de la bandelette en la plongeant dans des vapeurs d'ammoniac. La sensibilité de la méthode est grande et l'on peut aisément identifier 0,1 mg d'acide bromacétique.

Recherche de l'acide bromacétique dans les denrées alimentaires

Le principe de la méthode est le suivant: l'acide bromacétique est extrait au moyen d'éther. L'éther est ensuite agité avec une solution de soude caustique qui fixe l'acide. La recherche du brome dans cette solution se fait par la méthode précédente que j'ai dû cependant modifier car l'éther extrait, outre l'acide bromacétique, divers corps qui gènent la réaction.

Les expériences que j'ai faites m'ont montré que l'on peut caractériser facilement 1 mg d'acide bromacétique dans 100 cm^3 de liquide.

a) Moûts, vins, cidres

100 cm^3 de moût, de vin ou de cidre sont additionnés de 1 cm^3 d'acide sulfurique concentré puis agités vigoureusement avec 50 cm^3 d'éther dans une boule à séparation. Après repos, l'éther est séparé de la phase aqueuse. On recommence l'opération avec 25 cm^3 d'éther. L'éther provenant de ces deux opérations est secoué avec 5 cm^3 de soude caustique 0,5 N. Après séparation des deux couches, on soutire la soude caustique qu'on recueille dans une petite capsule de porcelaine. On évapore cette solution presque à sec au bain-marie. On reprend le résidu avec de l'eau distillée (5 cm^3 environ) qu'on verse dans un Erlenmeyer de 100 cm^3. On ajoute dans l'Erlenmeyer 8 cm^3 de la solution de permanganate de potassium, on refroidit le récipient dans de l'eau froide puis on verse 2 cm^3 d'acide sulfurique concentré. On ferme l'Erlenmeyer avec un bouchon portant la bandelette de papier indicateur.

b) Vinaigres, saumures

On suit la même méthode que pour la recherche de l'acide bromacétique dans les vins sauf sur un point. On doit extraire l'acide bromacétique de l'éther avec une solution de soude caustique 4 N et vérifier après agitation la réaction de la solution. Si 5 cm^3 de soude caustique ne suffisent pas pour neutraliser l'acidité de l'éther, on ajoute encore 1 ou 2 cm^3 de la solution de soude caustique 4 N. Après évaporation de la solution caustique, on reprend le résidu avec 5 cm^3 d'eau qu'on verse dans un Erlenmeyer de 100 cm^3. On ajoute 8 cm^3 de la solution de permanganate de potassium puis 3 cm^3 d'acide sulfurique concentré.

Dose d'utilisation de l'acide bromacétique

Les périodiques agricoles français[3]) donnent quelques précisions sur la dose d'utilisation de l'acide bromacétique pour le mutage des moûts destinés à la concentration. Cet antiferment s'emploie à la dose moyenne de 7 g par hecto mais une loi fixe la dose maximum par rapport à la quantité de sucre contenu dans les moûts et non pas d'après le volume de moût. La règle est la suivante:

«autant de grammes de sucre par litre autant de grammes d'acide monobromacétique pour 20 hectos». Si le mustimètre est gradué en degrés d'alcool, il faut compter 0,85 g d'acide monobromacétique par degré hectolitre.

D'après ces données, on peut prévoir une dose moyenne de 70 mg d'acide bromacétique par litre soit pour une prise de 100 cm^3 7 mg, quantité plus que suffisante pour obtenir une réaction positive et immédiate par la méthode que nous avons décrite.

J'ai recherché l'acide bromacétique dans des vins étrangers, vinaigres, saumures, etc. Dans aucun cas je n'ai trouvé de l'acide bromacétique.

Réaction colorée de l'acide bromacétique

La lecture de la thèse d'Aladjalian[4]) a attiré mon attention sur une réaction de condensation entre le monochloracétate d'éthyle et l'ortho-phénylène diamine, condensation qui s'accompagne d'une coloration verte puis rouge. J'ai fait quelques expériences qui m'ont montré que l'acide monobromacétique aussi bien que l'acide monochloracétique il est vrai, donnent par fusion avec l'acide bromacétique une coloration rouge violacé semblable à la teinte d'une solution de permanganate de potassium. Je me suis efforcé de trouver les conditions expérimentales les plus favorables pour faire de cette réaction colorée une réaction d'identification. La condition la plus importante est de travailler en l'absence de toute humidité ce qui n'est pas sans compliquer singulièrement la technique de la réaction lorsque l'on doit extraire l'acide d'un milieu aqueux.

J'ai pu déceler au moyen de cette réaction 0,25 mg d'acide monobromacétique mais en extrayant l'acide d'une solution aqueuse, la sensibilité de la réaction est si fortement diminuée par suite des différentes opérations nécessaires pour isoler l'acide anhydre que la sensibilité limite de la réaction n'est plus que de 5 mg dans 100 cm^3. C'est la raison pour laquelle j'ai abandonné, provisoirement du moins, cette réaction pour la recherche de l'acide bromacétique dans les denrées alimentaires.

Résumé

1⁰ J'ai mis au point une méthode pour déceler l'acide monobromacétique dans les denrées alimentaires.

2⁰ J'ai signalé une réaction colorée de l'acide bromacétique.

3⁰ J'ai recherché l'acide bromacétique dans des vins blancs et rouges, des vinaigres et saumures. Dans aucun cas je n'ai trouvé cet acide.

Zusammenfassung

1. Es wurde eine Methode zum Nachweis von Monobromessigsäure in Lebensmitteln ausgearbeitet.

2. Es wird eine Farbenreaktion der Bromessigsäure mitgeteilt.

3. Weiss- und Rotweine, Essige und Lake wurden auf Bromessigsäure geprüft. In keinem Falle konnte diese Säure nachgewiesen werden.

Littérature

[1]) Chelle et Vitte, L'acide monobromacétique et le brome normal des vins. An. Fals. Tome 29, p. 98 (1936).

[2]) Florentin et Munsch, Sur la recherche des antiseptiques bromés dans les matières alimentaires. An. Fals. Tome 29, p. 104 (1936).

[3]) Station de recherches viticoles de Narbonne, Comment préparer et conserver les jus de raisins destinés à la concentration. Progrès Agricole, 1 septembre 1940, p. III.

[4]) Aladjalian, Etude sur les dérivés de la quinoxaline. Thèse Genève 1896.