

# A propos de la volatilité du NaCl et du dosage du sel et des cendres dans le pain ordinaire

Autor(en): **Terrier, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **45 (1954)**

Heft 2

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-984015>

## **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.

# A propos de la volatilité du NaCl et du dosage du sel et des cendres dans le pain ordinaire

Par *J. Terrier*

(Laboratoire cantonal, Genève)

Dans un petit travail récent <sup>1)</sup>, j'ai fait allusion à la volatilité du NaCl et à sa conséquence. Ayant repris l'étude de ce problème à l'occasion du dosage des cendres du pain, j'ai procédé à ses essais méthodiques et fait de nouvelles observations que je pense intéressant de faire connaître.

## I. Dosage du NaCl dans le pain ordinaire

Au sujet du cas particulier du dosage du sel dans le pain tout d'abord, j'avais signalé que la méthode décrite dans la 4<sup>e</sup> édition du Manuel suisse des denrées alimentaires, méthode consistant dans l'emploi de la méthode de *Volhard*, après désagrégation du pain par l'acide nitrique, présente un inconvénient. Lors de la titration de l'excès de nitrate d'argent par le sulfocyanure d'ammonium le point de virage n'est pas net et j'avais attribué ce défaut à la coloration jaune du liquide que l'on obtient après l'attaque par l'acide nitrique.

Or, ce n'est pas exact. Ce défaut disparaît si l'on a soin de séparer le chlorure d'argent précipité avant l'addition de la solution titrée de sulfocyanure.

Les traités d'analyse et notamment celui de *Treadwell* <sup>2)</sup> recommandent en effet la séparation préalable du chlorure d'argent et le dosage de l'excès de nitrate d'argent sur une partie aliquote du filtrat.

En procédant ainsi, j'ai obtenu en effet, dans le cas particulier, un point de virage parfaitement net; tout au plus peut-on faire une erreur d'appréciation correspondant à une goutte de la solution de sulfocyanure.

Le procédé opératoire est alors le suivant:

réactifs: solution 0,1 N Ag NO<sub>3</sub>  
solution 0,1 N NH<sub>4</sub>CNS  
solution saturée d'alun ferrique

Délayer dans un bécher de 250 cm<sup>3</sup>, 2 à 3 g de pain (pain desséché en poudre) avec 30 cm<sup>3</sup> d'eau, ajouter 5 cm<sup>3</sup> de HNO<sub>3</sub> conc., puis 20 cm<sup>3</sup> de solution 0,1 N de Ag NO<sub>3</sub> et un peu de pierre ponce lavée et calcinée. Chauffer à légère ébullition, puis ajouter avec précaution et en plusieurs fois 1 g en tout de persulfate de potassium. Sitôt que le chlorure d'argent est bien rassemblé, ajouter encore 1 cm<sup>3</sup> de formol (destiné à réduire le chlorate d'argent qui a pu se former) et maintenir l'ébullition pendant encore 1 à 2 minutes, puis laisser refroidir. Transvaser dans un ballon jaugé de 100 cm<sup>3</sup>, rincer le bécher, puis compléter au trait et filtrer. Prélever 75 cm<sup>3</sup> (50+25) du filtrat et titrer l'excès de Ag NO<sub>3</sub> par la solution 0,1 N de sulfocyanure, après addition de 2 cm<sup>3</sup> de solution d'alun. Reporter à 100 cm<sup>3</sup> et calculer le NaCl en %.

En comparant les résultats du procédé opératoire ci-dessus avec ceux obtenus par la méthode par carbonisation décrite dans le mémoire précédent, je me suis rendu compte qu'on pourrait simplifier celle-ci.

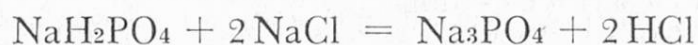
On peut tout d'abord supprimer l'addition de la solution de  $\text{KNO}_3$ , celle de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  suffit (je reviendrai sur ce point dans la suite), puis on peut se passer de l'extraction par l'eau de sorte que le procédé opératoire se simplifie comme suit:

Peser 2,5g de poudre de pain dans une capsule de platine de 8 à 9 cm de diamètre, ajouter 1,5 cm<sup>3</sup> de solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (sol. approximativement N), puis une quantité d'eau suffisante pour obtenir un mélange bien homogène (s'aider pour cela d'une baguette qu'on lave avec un jet de pissette), évaporer à sec au bain-marie puis terminer la dessiccation dans une étuve. Carboniser ensuite la masse comme indiqué dans ma publication précédente. Reprendre par l'eau et transvaser dans un ballon jaugé de 100 cm<sup>3</sup>, ajouter 3 cm<sup>3</sup>  $\text{HNO}_3$  à 25 %, puis 20 cm<sup>3</sup> de solution 0,1 N de nitrate d'argent, compléter au trait et agiter énergiquement. Filtrer (repasser au besoin le filtrat sur le filtre pour l'obtenir limpide) et titrer l'excès de  $\text{AgNO}_3$  par la solution 0,1 N de sulfocyanure sur une partie aliquote par exemple 75 cm<sup>3</sup> (50+25) et terminer le dosage par les calculs nécessaires.

## II. Essais et observations concernant la volatilité du $\text{NaCl}$ et le dosage des cendres dans le pain

Voici les nouveaux essais et observations que j'ai faits:

- a) Si l'on chauffe une petite quantité de  $\text{NaCl}$  finement moulu (environ 0,1 g, pour se trouver dans les conditions d'une analyse) à la température de 375°, on ne constate pas de perte par volatilisation.
- b) Si l'on répète l'essai ci-dessus en ajoutant de la farine (milieu acide par les phosphates), il se produit, au cours de la carbonisation, une perte sensible de chlore. Pour un poids de 0,1 g, soit 100 mg, j'ai constaté une perte de 26 mg exprimée en  $\text{NaCl}$ . Il doit se passer vraisemblablement une réaction de ce genre au cours de la calcination:



C'est ce qui explique que cette volatilisation n'a pas lieu en milieu alcalin (addition de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).

- c) En chauffant la même quantité de  $\text{NaCl}$  seul, soit 0,1 g, à la température habituelle qui est celle d'une calcination pour l'obtention des cendres (le fond de la capsule de platine étant juste chauffé au rouge à l'emplacement du sommet de la flamme), il s'est produit, au bout de 1 heure de chauffage, la volatilisation d'une quantité de substance qui a oscillé entre 5 et 9 mg.

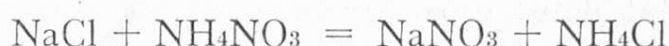
Il résulte donc de ce qui précède que le dosage des cendres dans le pain ne peut se faire sans perte de chlore, même à la température aussi basse que possible nécessaire pour obtenir la destruction de la matière organique par calcination.

Le Handbuch <sup>3)</sup> fait allusion à une addition de nitrate d'ammonium pour faciliter l'incinération des cendres dans le cas des farines et celui du pain.

Ayant procédé à une telle addition dans le cas du pain et obtenu aussi une perte de chlore, j'ai fait l'essai suivant:

A un poids de 0,1 g de NaCl, j'ai ajouté 0,5 g de nitrate d'ammonium, puis après dissolution dans un peu d'eau, évaporation à sec et séchage à l'étuve, j'ai chauffé avec précaution jusqu'à disparition des vapeurs blanches de sel d'ammonium, tout en ne dépassant pas la température de 375°. Le poids du résidu après cette opération fut de 0,1402 g. Après dissolution dans l'eau, j'ai vérifié l'absence de ions NH<sub>4</sub> et je n'ai plus retrouvé que des traces de ions chlore.

Il s'est donc produit la réaction ci-dessous:



Le NaCl s'est ainsi transformé en NaNO<sub>3</sub>; le chiffre théorique de NaNO<sub>3</sub> qui correspond à 0,1 g de NaCl est 0,1450 g.

Le nitrate d'ammonium est donc à exclure dans le cas du dosage des cendres dans le pain.

On sait que pour le dosage des cendres dans la farine, l'addition de nitrate de lanthane est extrêmement avantageuse, permettant d'obtenir rapidement par incinération des cendres parfaitement blanches. Ce composé donnant par calcination un corps stable, il suffit de soustraire du poids total des cendres le poids d'oxyde de lanthane correspondant au volume de la solution de nitrate de lanthane ajouté, déterminé par un essai à part (essai à blanc).

Qu'en est-il dans le cas du pain?

Un essai, contrôlé, a démontré qu'il se produit, mais dans une mesure moindre, un phénomène analogue à celui observé avec le nitrate d'ammonium, c'est à dire qu'on constate d'une part une perte de chlore et d'autre part que le poids des cendres, après déduction de leur teneur en NaCl et du poids d'oxyde de lanthane, est plus élevé que celui des cendres de la farine originale.

Quelle conclusion faut-il tirer de ces diverses constatations?

C'est qu'il n'y a pas d'autre solution au problème que de procéder à une incinération de la poudre de pain sans aucune addition. Comme il se produira, au cours de celle-ci une perte de NaCl par volatilisation, il sera nécessaire de doser dans les cendres le NaCl résiduel, qui sera déduit du poids de leur poids. On obtiendra de la sorte le poids des cendres de la farine originale. Par addition à ce dernier de la teneur en NaCl du pain, déterminée par l'une ou l'autre des deux méthodes décrites plus haut, on obtiendra les cendres totales.

Des essais faits avec du pain mi-blanc et du pain bis d'une part et les farines ayant servi à leur préparation m'ont montré que si l'on fait cette incinération en se servant d'un épiradiateur (dans les conditions indiquées dans ma précédente publication, avec cette différence que n'ayant pas ici à se soucier d'une perte de NaCl par volatilisation, on peut terminer l'incinération en rapprochant les bords de la capsule jusqu'à 2 cm de la surface chauffante), il est très aisé



d'obtenir en peu de temps des cendres parfaitement blanches. Ces essais ont ensuite montré qu'on retrouve assez bien le poids des cendres de la farine originale, un peu plus élevé cependant, par le fait de l'apport des matières minérales de l'eau entrée dans la préparation de la pâte, et dont on peut apprécier la teneur si l'on connaît le résidu sec calciné de cette eau.

Voici, à titre d'exemple, les chiffres obtenus pour la farine mi-blanche et le pain fait avec celle-ci. Ces chiffres sont calculés sur la substance sèche.

Teneur en cendres de la farine	1,09 ‰
Teneur en cendres du pain	1,24 ‰

En se basant sur un rendement moyen de 133 kg de pain pour 100 kg de farine, sur une quantité d'eau de 64 litres pour la préparation de la pâte (chiffres qui m'ont été fournis par un boulanger), sur la teneur en eau du pain de 37,9 ‰ (déterminée par l'analyse) et sur la teneur de l'eau en résidu sec calciné de 150 mg par litre, le chiffre théorique donne 1,34 ‰.

Le dosage des cendres pourra donc être exécuté comme suit:

Peser 2,5 g de poudre de pain desséché dans une capsule de platine tarée, de 8 à 9 cm de diamètre, et opérer directement l'incinération avec l'épiradiateur, en plaçant le fond de la capsule successivement à 8—9 cm, puis à 5—6 cm et finalement à 3—4 cm de la surface chauffante de l'épiradiateur. On obtient ainsi très rapidement des cendres blanches (à la rigueur on peut faire la calcination en une fois au niveau supérieur). Peser la capsule, après refroidissement dans un dessiccateur. Ajouter un peu d'eau, puis 3 cm<sup>3</sup> de HNO<sub>3</sub> à 25 ‰ et transvaser quantitativement dans un ballon jaugé de 100 cm<sup>3</sup>. Ajouter 20 cm<sup>3</sup> de solution 0,1 N de Ag NO<sub>3</sub>, agiter, compléter au trait, agiter et filtrer.

Titrer l'excès de Ag NO<sub>3</sub> par la solution 0,1 N de NH<sub>4</sub>CNS sur une partie aliquote du filtrat, par exemple 75 cm<sup>3</sup> (50+25), après addition de 2 cm<sup>3</sup> de la solution d'alun ferrique. Reporter à 100 cm<sup>3</sup>, soustraire le poids de NaCl du poids des cendres et multiplier par 40.

### Résumé

D'une étude de la volatilité du NaCl, il résulte que l'on peut chauffer le NaCl à la température de 375°, sans qu'il se produise une perte par volatilisation. Ce n'est plus le cas lorsque le NaCl est chauffé à la même température en présence de farine (milieu acide). Par contre, cette volatilisation ne se produit pas si le milieu est alcalin (addition de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>).

En rapport avec ces faits une méthode est décrite pour le dosage des cendres du pain et il est montré la conséquence néfaste d'une addition de nitrate d'ammonium ou de nitrate de lanthane.

Une simplification est apportée en outre à la méthode de dosage du NaCl dans le pain, décrite dans un travail précédent, en même temps qu'un perfectionnement à celle qui figure dans la quatrième édition du Manuel suisse des denrées alimentaires et qui procède par désagrégation avec l'acide nitrique.

## Zusammenfassung

Der Autor untersucht die Bedingungen, unter welchen Kochsalz beim Erhitzen am wenigsten flüchtig ist, und beschreibt in der Folge eine Methode zur Bestimmung der Asche in Brot. Gleichzeitig macht er Vorschläge zur Verbesserung und Vereinfachung früherer Bestimmungsmethoden.

## Summary

Sodium chloride may be heated at 375° C without loss; if mixed with flour (acidic medium), losses occur which may be prevented by adding sodium carbonate (alkaline medium). A method for the determination of ash in bread, based on these findings, is described.

## Littérature

- <sup>1</sup> J. Terrier: Le dosage du sel dans le pain. M.L.H. 44, 403 (1953).
- <sup>2</sup>) F. P. Treadwel: Analyse quantitative, 4e édition française, p. 658.
- <sup>3</sup>) Handbuch der Lebensmittelchemie, tome V, p. 239 et 85.

# Colorimetrische Bestimmung des Ammoniakstickstoffes im Käse

Von E. Bernhard

(Milchtechnisches Institut der ETH, Zürich)

In einigen Käsesorten kann der Anteil des Ammoniaks am Gesamtstickstoff eine beträchtliche Höhe erreichen. Im Appenzeller Rässkäse wurde sogar schon ein  $\text{NH}_3\text{-N}$ -Gehalt von 10 % des Gesamtstickstoffes gemessen. Auch sehr reife Limburger Käschen haben annähernd gleich hohe Daten geliefert. Während im normalen Emmentaler Käse das Ammoniak kaum vorhanden sein sollte, kann es bei Fehlgärungen und altem, angeschnittenem Käse in messbaren Mengen vorkommen.

Bei der Charakterisierung der Käsereifung und des damit verbundenen Eiweissabbaues kommt auch der Ammoniakbestimmung eine gewisse Bedeutung zu.

In der praktischen Biochemie werden verschiedene Ammoniakbestimmungsmethoden benützt. Meistens stützen sie sich auf die basischen Eigenschaften des Ammoniaks, auf die Oxydierbarkeit von  $\text{NH}_3$ - und  $\text{NH}_4$ -Ion zu elementarem Stickstoff und auf die Eigentümlichkeit des Ammoniakstickstoffes, charakteristische Verbindungen mit Hg-Salzen zu bilden.

Ein einfaches Verfahren ist die Destillation mit Magnesia und nachfolgender Titration des ausgetriebenen Ammoniaks. Allerdings wissen wir nicht, ob es sich nur um im Käse vorhandenen Ammoniakstickstoff handelt, oder ob ein gewisser Anteil eventuell erst durch den Destillationsprozess zufolge rein chemischer Umsetzungen frei wird. Durch die Austreibung des Ammoniaks mit Magnesia werden zwar die organischen Stickstoffverbindungen (Eiweisskörper, Amino-