

**Zeitschrift:** Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène  
**Band:** 53 (1962)  
**Heft:** 2

**Artikel:** Recherche et dosage des ammoniums quaternaires dans les produits laitiers  
**Autor:** Vogel, J. / Deshusses, J.  
**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-982557>

### **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. 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. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

### **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. [Voir Informations légales.](#)

### **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. [See Legal notice.](#)

**Download PDF:** 15.10.2024

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

# Recherche et dosage des ammoniums quaternaires dans les produits laitiers

Par *J. Vogel* et *J. Deshusses*

(Laboratoire cantonal de chimie, Genève)

L'usage pour le nettoyage des ustensiles, de détersifs contenant des ammoniums quaternaires, s'est largement répandu dans l'industrie laitière. La souillure des produits laitiers par des ammoniums quaternaires est toujours possible si le nettoyage des ustensiles par ces produits détersifs n'est pas suivi d'un rinçage soigné par de l'eau.

D'autre part, les propriétés bactéricides des ammoniums quaternaires ont été mises à profit par les techniciens pour conserver certaines denrées alimentaires mais, en Suisse, l'Ordonnance réglant le commerce des denrées alimentaires n'autorise pas l'emploi des ammoniums quaternaires comme agent conservateur. La présence accidentelle d'ammoniums quaternaires dans les produits laitiers par suite d'une manipulation fautive de ces détergents ou par suite d'un rinçage insuffisant des ustensiles est inadmissible car les produits laitiers qui en contiendraient, contreviendraient aux dispositions de l'article 9 de l'Ordonnance fédérale réglant le commerce des denrées alimentaires du 26 mai 1936.

La nécessité pour les services de contrôle de posséder une méthode de recherche et de dosage des ammoniums quaternaires dans les produits laitiers nous engage à proposer la technique suivante:

## *Recherche et dosage des ammoniums quaternaires dans les produits laitiers*

### *Principe de la méthode*

Le fromage est d'abord réduit, dans des conditions déterminées, à l'état de «crème» soit à l'aide d'un vibreur soit au moyen d'un appareil à hélice coupante. La «crème» est additionnée d'acétone.

Le lait est directement additionné d'acétone. Après filtration, le filtrat est chauffé sur un bain-marie pour chasser l'acétone. La solution est alors additionnée d'une solution de carbonate de sodium et de bleu de bromophénol. Le complexe «ammonium quaternaire – bleu de bromophénol» est extrait au moyen de chlorure d'éthylène, qui est teinté en bleu. Le dosage de l'ammonium quaternaire peut se faire en mesurant la densité optique de la solution de chlorure d'éthylène.

### *Bibliographie*

- Officials methods of analysis A.O.A.C., p. 463 (1950).  
*C. J. Dunn*, Advance in food research, 2, p. 167 (1949).

## Réactifs

Bleu de bromophénol.

Chlorure d'éthylène ( $\text{CH}_2\text{Cl} - \text{CH}_2\text{Cl}$ ).

Solution de carbonate de sodium à 1 ‰. Dissoudre 1 g de carbonate de sodium anhydre dans de l'eau, porter le volume à 100 ml.

## Mode opératoire

### a) Lait

Verser 100 ml de lait dans un ballon jaugé de 200 ml. Ajouter de l'acétone par petites portions en agitant le ballon pour bien mélanger. Compléter au trait de jauge avec de l'acétone. Laisser au repos pendant 2 heures. Filtrer sur filtre plissé, terminer l'opération en pressant le papier filtre pour en exprimer la solution résiduelle. Verser la solution dans une capsule de porcelaine, porter la capsule sur un bain-marie, évaporer jusqu'au volume de 50 ml. Transvaser la solution dans un cylindre gradué de 100 ml et compléter au volume de 80 ml avec de l'eau distillée en rinçant la capsule de porcelaine. La solution présente en général un léger trouble qui ne gêne pas pour la suite des opérations mais si ce trouble est particulièrement important, centrifuger pour en assurer l'élimination.

Compléter au volume de 100 ml en ajoutant 20 ml de la solution de carbonate de sodium à 1 ‰, introduire la solution dans une ampoule à décanter de 250 ml.

Verser dans l'ampoule à décanter une pointe de spatule (5 à 10 mg) de bleu de bromophénol, agiter pour dissoudre le colorant et le bien mélanger. Ajouter 25 ml de chlorure d'éthylène et agiter vigoureusement durant 2 à 3 minutes. Il se forme une émulsion stable. Centrifuger à 6000 t/m pendant 6 à 8 minutes.

Éliminer la phase aqueuse supérieure en aspirant le liquide au moyen d'un tube de verre effilé en capillaire relié à une trompe à vide. La séparation des deux phases est facilitée par le fait qu'il se forme à la surface de séparation des deux phases une membrane assez résistante de matière protéique résiduelle.

Filtrer le chlorure d'éthylène, le sécher au moyen de sulfate de sodium anhydre. Le chlorure d'éthylène est coloré en bleu si le produit analysé contient un ammonium quaternaire; dans le cas contraire, le chlorure d'éthylène reste absolument incolore.

Si la nécessité s'en faisait sentir, concentrer la solution de chlorure d'éthylène sur un bain-marie pour améliorer la sensibilité de la méthode puis faire une lecture spectrophotométrique à 610 m $\mu$ .

*NB.* Il est recommandé de faire une prise parallèle contenant une adjonction de 0,5 mg d'ammonium quaternaire (Belloran). Cette prise sert de référence et de contrôle des pertes éventuelles en ammoniums quaternaires. *Sensibilité de la méthode:* 0,5 à 1 ppm.

### *b) Fromage*

Peser 25 g de fromage dans une capsule de porcelaine, triturer le fromage avec 50 ml d'eau environ, transvaser la «crème» dans un bécher taré, rincer la capsule avec de l'eau et compléter le poids à 100 g avec de l'eau. Traiter la «crème» obtenue avec un appareil vibreur ou un appareil à hélice coupante, genre Turmix, jusqu'à obtention d'un produit homogène. Ne pas insister pour éviter qu'une séparation se produise à nouveau (formation de grumeaux).

Transvaser la crème dans un ballon jaugé de 200 ml, laver le bécher avec de l'acétone pour entraîner toute la «crème» dans le ballon, poursuivre les opérations comme il est indiqué pour le lait.

### *Résultats des analyses de produits laitiers prélevés dans le commerce*

1. Nous n'avons jamais constaté la présence d'ammoniums quaternaires dans le lait distribué à la population genevoise.
2. Nous n'avons jamais constaté la présence d'ammoniums quaternaires dans les fromages à pâte dure ou dans les fromages fondus. En revanche, nous avons décélé des ammoniums quaternaires dans des fromages spéciaux dits fromages frais. Un fromage danois en contenait des traces, un fromage français en contenant 30 mg/kg et un fromage préparé en Suisse 200 à 300 mg/kg.

### *Résumé*

Nous avons mis au point une méthode pour déceler les ammoniums quaternaires dans les produits laitiers.

Cette méthode consiste à éliminer au moyen d'acétone les substances gênant la réaction et à extraire le complexe ammonium quaternaire - bleu de bromophénol avec du chlorure d'éthylène.

A diverses reprises, nous avons constaté la présence d'ammoniums quaternaires dans des fromages spéciaux dits fromages frais, les quantités d'ammoniums quaternaires trouvées ont varié de quelques milligrammes par kilo à 200 à 300 mg par kg.

### *Summary*

Description of a method of detection and determination of quaternary Ammonium compounds. Principle: treatment of the foodstuff with acetone to remove interfering material, formation of a blue complex with bromophenol blue, extraction of the latter with ethylene dichloride and colorimetric determination.

### *Zusammenfassung*

Es wird eine Methode ausgearbeitet zum Nachweis der quaternären Ammonium-Ionen in Milchprodukten, welche darin besteht, die störenden Substanzen mit Aceton zu eliminieren und den Komplex des quaternären Ammoniums mit Bromphenolblau durch Aethylenchlorid zu extrahieren.



Zu verschiedenen Malen wurden in Spezialkäsen quaternäre Ammonium-Ionen festgestellt, wobei die gefundenen Mengen von einigen Milligrammen bis zu 200 bis 300 Miligramm pro Kilo wechselten.

## **Der Einfluß einiger Lebensmittel- und Kosmetika-Farbstoffe auf die Aktivität der Bernsteinsäure-Oxydase**

Von *E. Sikorska* und *S. Krauze*

(Aus dem Laboratorium für Lebensmittel-Untersuchung des Staatlichen Instituts für Hygiene in Warschau)

Eine der Forschungsrichtungen auf dem Gebiet des schädlichen Einflusses mancher chemischer Verbindungen auf den Organismus stellt die Untersuchung ihrer Einwirkung auf isolierte Enzyme oder Enzymsysteme *in vitro* dar. Ergänzt man diese Versuche durch eine Bestimmung der Aktivität derselben Enzyme nach deren Isolierung aus zuvor mit schädlichen Verbindungen gefütterten Tieren, so kann man feststellen, ob die Wirkung dieser Verbindungen *in vivo* ihre Wirkung *in vitro* analog ist<sup>1-3</sup>.

Farbstoffe sind für den Organismus nicht gleichgültige Verbindungen. Die Hygieniker sind also bestrebt, ihre Einwirkung auf den Organismus kennenzulernen und ihre Anwendung bei Lebensmitteln und Gebrauchsgegenständen auf die am wenigsten schädlichen zu beschränken. Alle Untersuchungen zur Einwirkung der Farbstoffe auf die biologischen Prozesse erscheinen also äußerst notwendig. Die Bedeutung der Oxydations-Reduktions-Prozesse für das normale Funktionieren des Organismus unterliegt keinem Zweifel. Die Endverbrennungsprozesse im Gewebe, die im Krebszyklus verlaufen, sind für den Organismus Hauptenergiequelle. Eines der biokatalytischen Systeme dieses Zyklus ist das System der Bernsteinsäure-Oxydase. Bisher blieb dieses System wenig erforscht<sup>4</sup>. Wir hielten es darum für zweckmäßig, den Einfluß verschiedener Farbstoffe auf seine Aktivität zu untersuchen.

### Experimenteller Teil

Der Einfluß der folgenden 20 Farbstoffe auf die Aktivität der Bernsteinsäure-Oxydase wurde untersucht: 9 zur Zeit in Polen zur Färbung von Lebensmitteln zugelassener (Tartrazin, Neucoccin, Scharlach GN, Azorubin, Säuregelb, Indigotin, Brillantschwarz BN und Amaranth), 3 Xanthenfarbstoffe (Rhodamin B, Eosin, Erythrosin), 6 Triphenylmethanfarbstoffe (Lichtgrün SF gelblich, Malachitgrün, Patentblau V, Säurefuchsin, Fuchsin und Methylviolett) sowie Chrysoidin und Niagarablau.