

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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 29 (1938)

Heft: 1-2

Artikel: Le dosage de la cholestérine dans les pâtes aux œufs (2ème note)

Autor: Terrier, J.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983343>

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: 08.02.2025

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

Zusammenfassung.

Der Gelatinenachweis in Käse wird erschwert durch Kaseinabbau-
produkte, welche zum Teil ähnliche Fällungsreaktionen geben.

Diese störenden Stoffe lassen sich beseitigen durch Fällung mit ver-
hältnismässig viel Cuprisulfat und Entkupfern des Filtrates mit Schwefel-
wasserstoff, wonach die Gelatine mit Tannin nachgewiesen wird.

Da bei allzugrossem Cuprisulfatzusatz auch die Gelatine mit beseitigt
wird, ist es notwendig, den Zusatz dem Proteingehalt anzupassen.

Die Gelatine wird nach der gegebenen Vorschrift nicht quantitativ
erfasst. Je geringer ihr Gehalt, desto grösser ist der relative Verlust.
Trotzdem gibt sich bereits 0,1% Gelatine durch eine Opaleszenz, grössere
Mengen geben sich durch Trübungen oder Fällungen zu erkennen.

Die Reaktion von *Jaffé-Folin*, welche nach *Mohler* und *Helberg* nicht
nur durch Kreatinin, sondern auch durch hydrolysierte Gelatine hervor-
gerufen wird, tritt auch mit Kaseinabbauprodukten ein.

Le dosage de la cholestérine dans les pâtes aux œufs.

(2^{me} note.)

Par Dr. J. TERRIER, Chimiste au Laboratoire cantonal de Genève.

Dans un mémoire récent (M. L. H. 28, 184, 1937), nous avons présenté
une étude du dosage de la cholestérine, sous forme de digitonide de cho-
lestérine, dans les pâtes aux œufs. Nous avons signalé, notamment, une
cause d'erreur due à la précipitation simultanée de digitonine avec le
digitonide de cholestérine et nous avons conseillé de réduire la quantité
de digitonine utilisée pour la précipitation. Cependant, malgré l'observa-
tion de cette condition, nous avons obtenu, lors d'analyses exécutées depuis,
des divergences parfois non négligeables entre 2 dosages parallèles. Ce
premier fait et cet autre fait que la teneur en œufs, calculée à partir de
la cholestérine, était singulièrement élevée, nous ont incité à procéder à
un nouvel examen du problème.

Les recherches complémentaires que nous avons faites permettent de
lui apporter une solution plus satisfaisante, grâce à la possibilité du dosage
de la cholestérine comme telle, par décomposition du digitonide de choles-
térine au moyen du xylol bouillant, que nous avons pu cette fois obtenir.
Outre qu'elle apporte une meilleure exactitude au dosage, cette décomposi-
tion permet de récupérer une notable partie de la digitonine et de faire res-
servir un produit dont on sait que le prix est très élevé.

Exemple de divergences observées dans le dosage de la cholestérine par pesée du digitonide de cholestérine.

Nous nous bornerons à un seul exemple d'un dosage exécuté en
quintuple:

Poids de digitonide de cholestérine, correspondant à une prise de 10 g de mouture	Cholestérine % (facteur 0,243)	Teneur en œufs correspondante ‰ *
0,0620 g	0,150 g	287 g
0,0530 g	0,129 g	241 g
0,0555 g	0,135 g	254 g
0,0605 g	0,142 g	270 g
0,0490 g	0,119 g	234 g

* calculée selon la formule que nous avons proposée dans notre premier travail.

On voit que les écarts sont sensibles et que d'autre part la teneur en œufs paraît bien élevée. De la digitonine, précipitant en même temps que le digitonide de cholestérine, ne serait-elle pas de nouveau la cause de ces singularités?

Décomposition du digitonide de cholestérine par le xylol bouillant.

Que le précipité de digitonide de cholestérine ne soit pas pur et contienne de la digitonine, la décomposition par le xylol bouillant en est la meilleure démonstration. Mais, ainsi que nous le verrons plus loin, la preuve est surtout manifeste dans le cas des pâtes aux œufs. Tout se passe en effet comme si plus de digitonine était entraînée, lorsque la précipitation de la cholestérine a lieu en présence des autres constituants de l'extrait étheré, que lorsqu'elle existe seule.

Ainsi qu'il était normal de le faire, nous avons commencé par étudier l'action du xylol bouillant sur le digitonide obtenu à partir de cholestérine pure. Il va de soi que nous nous sommes assuré en premier lieu que le xylol bouillant n'a pas d'action sur la digitonine. (Pour cet essai il ne faut pas oublier de sécher la digitonine avant de la peser, car elle retient un peu d'humidité.) Nous passons sur les essais qui nous ont amené à fixer la marche à suivre pour obtenir le but désiré, c'est-à-dire la séparation de la cholestérine et son élimination. Il suffira d'indiquer les chiffres obtenus dans une opération déterminante.

50 cm³ d'une solution à 0,03% de cholestérine dans l'éther, soit 0,015 g de cholestérine, furent, après distillation de l'éther, précipités par 0,06 g de digitonine, selon les indications qui figurent dans notre premier travail et qui seront d'ailleurs répétées plus loin. L'essai fut exécuté en double.

Poids des précipités de digitonide de cholestérine obtenus:

I	II
0,0633 g	0,0667 g

(remarquons qu'en utilisant le facteur 0,243 comme précédemment, les teneurs de cholestérine qui leur correspondent sont respectivement 0,0157 g et 0,0162 g.).

Après traitement par le xylol bouillant, selon les prescriptions indiquées ci-dessous, on a retrouvé:

I

0,0146 g

de cholestérine.

II

0,0147 g

Ces résultats sont plus près du chiffre théorique et démontrent que la décomposition est en tout cas complète. Ainsi que cela a été déjà dit, l'écart est beaucoup plus accusé, entre les résultats obtenus avec et sans la décomposition par le xylol, dans le cas du dosage de la cholestérine dans les nouilles aux œufs, ainsi qu'en témoigne l'exemple qu'on lira plus loin.

Marche à suivre pour le dosage de la cholestérine dans les pâtes aux œufs par précipitation sous forme de digitonide de cholestérine et décomposition de celui-ci par le xylol bouillant.

Quelques remarques se rapportant aux diverses opérations sont à faire en premier lieu:

1° Nous avons observé qu'il est nécessaire de séparer la lécithine le plus possible. Pour cela, il faut, lorsqu'on dissout l'extrait éthéré dans l'acétone chaud, laisser refroidir complètement la liqueur acétonique avant de filtrer, la lécithine étant insoluble dans l'acétone à froid.

2° Dans le cas des nouilles aux œufs, la filtration de la liqueur acétonique se fait facilement à l'aide d'un filtre ordinaire. Il n'en est plus de même lorsqu'on opère sur des œufs frais, entre autres; la lécithine qui, comme on le sait, est une masse cireuse obture les pores; il faut alors séparer celle-ci par centrifugation.

3° Soit la digitonine, soit le digitonide de cholestérine sont quelque peu hygroscopiques. Ce fait oblige, après qu'on a réduit en poudre le digitonide de cholestérine pour le traiter par le xylol, de le sécher à nouveau, avant de peser la partie qui sera soumise à ce traitement.

Au reste voici la description de la marche à suivre que nous reprenons dès le début:

Le dosage de la cholestérine s'exécute sur le résidu obtenu dans la détermination de l'extrait éthéré. Il faut cependant que la quantité de celui-ci soit voisine de 0,3 g (+ ou - 0,05). Si elle dépasse 0,35 g, on la redissout dans une quantité d'éther mesurée et on prélève une partie aliquote convenable; si elle est inférieure à 0,25 g on augmente, dans la mesure nécessaire, le poids de la prise de mouture.

Le résidu éthéré (le mieux est qu'il soit recueilli dans un erlenmeyer de 100 cm³) est dissout dans 5 cm³ d'acétone chaud (on introduit le dissolvant et on chauffe sur le bain-marie jusqu'à commencement de distillation), puis on laisse refroidir complètement. On filtre au travers d'un filtre (filtre ordinaire de 5,5 cm de diamètre) et on reçoit le filtrat dans un erlenmeyer de 25 cm³, qui porte un trait au volume de 5 et de 7 cm³. On répète ces mêmes opérations encore 3 fois.

En général cette filtration (qui retient en même temps que la lécithine les particules de farine qu'entraîne presque toujours l'extrait éthéré) se fait facilement, ainsi qu'on l'a dit ci-dessus. Lorsque la présence d'une quantité notable de lécithine empêche la filtration, on la sépare par centrifugation. On opère le mieux celle-ci au moyen d'une cartouche de verre cylindrique (diamètre environ 2 cm, contenance environ 20 cm³) dans laquelle on verse le liquide acétonique chaud et qu'on centrifuge après refroidissement. La lécithine se colle aux parois du verre et on peut décanter directement. Si, par précaution, on désire filtrer, on n'a plus aucune difficulté à le faire.

Le filtrat est concentré à 7 cm³ par chauffage modéré sur le bain-marie. On a avantage à placer une baguette de verre, avec laquelle on agite au besoin, pour éviter les soubresauts du liquide. Lorsque le volume de 7 cm³ est obtenu, on ajoute 0,06 g de digitonine dissoute à chaud, dans une éprouvette et dans 3,5 cm³ d'alcool à 95°, on continue à chauffer (en continuant à remuer avec la baguette si c'est nécessaire pour maintenir l'ébullition régulière) jusqu'à ce que le volume soit réduit à 5 cm³. On retire l'erlenmeyer et on l'abandonne 15 minutes à la température ordinaire.

Lorsque ce temps est écoulé, on ajoute 5 cm³ de chloroforme, on remue vivement et on filtre dans un creuset de verre à fond poreux taré (Schott Jena No. 4) en aspirant doucement avec la trompe. Erlenmeyer et creuset sont lavés 2 fois avec 3 cm³ de chloroforme chaud, puis 4 à 5 fois avec 3 cm³ d'éther (on peut s'aider au besoin d'une baguette de verre avec bout de caoutchouc pour détacher les parties de précipité adhérentes au verre). Le creuset est placé 20 minutes dans l'étuve à 100°; après refroidissement on le pèse. Le poids obtenu est formé du digitonide de cholestérine, plus ou moins mélangé de digitonine.

Le précipité est détaché au moyen d'une spatule, il est réduit en poudre en le broyant contre les parois du creuset et on le transvase aussi complètement que possible dans un erlenmeyer taré de 50 cm³. Ce dernier est mis 20 minutes dans l'étuve à 100° et on le pèse après refroidissement. On obtient ainsi le poids de la partie du digitonide qui sera soumise à la décomposition par le xylol bouillant. Pour cette opération on introduit 20 cm³ de xylol, on réunit l'erlenmeyer à un réfrigérant ascendant et on chauffe 15 minutes à légère ébullition, sur une toile métallique et en agitant continuellement. Il est utile de mettre dans l'erlenmeyer un fragment de verre pour régulariser l'ébullition, qu'il est ensuite facile de laver, sans qu'il soit entraîné avec le précipité.

On laisse refroidir et on verse de nouveau le précipité dans un même creuset à fond poreux taré, on rince 4 à 5 fois avec quelques cm³ d'éther, en détachant au besoin les parties adhérentes avec une baguette à bout de caoutchouc, on place le creuset 20 minutes à l'étuve à 100° et on pèse après refroidissement.

Le résidu est formé de la digitonine que contenait le digitonide brut, la cholestérine ayant été entraînée et dissoute par le xylol. Le poids de celle-ci est obtenu par différence.

Il suffit, par une simple règle de trois, de rapporter ce poids au poids de digitonide primitif, puis à l'extrait éthéré et finalement à 100 g de mouture, pour obtenir, par la formule que nous avons proposée, la teneur en œufs du produit analysé.

Rappelons que cette formule est:

$$\frac{(\% \text{ cholestérine} - 0,018) 50}{0,023}$$

Mais celle-ci ayant été établie sur la base de dosages de cholestérine obtenus par pesée du digitonide de cholestérine, il devenait indispensable de déterminer la teneur en cholestérine de l'œuf en procédant au traitement par le xylol. Or, bien que celui-ci conduise à des résultats inférieurs, ainsi qu'on l'a vu et qu'on le verra mieux dans l'exemple de pâtes aux œufs figurant plus loin, nous avons retrouvé sur le mélange de six œufs du pays une teneur en cholestérine, rapportée à un œuf moyen de 50 g de 253 mg, au lieu de 230 mg, obtenus précédemment. Cependant les considérations suivantes font que le chiffre de 230 mg doit être préféré. La 4^{me} édition du Manuel suisse des denrées alimentaires indique pour l'œuf frais (poids moyen: 50 g) une teneur en matière grasse de 6 g; elle indique de plus que celle-ci peut contenir jusqu'à 4,5% de cholestérine. (Dans nos analyses nous avons obtenu 4,4%, chiffre qui concorde parfaitement.) D'après ces chiffres un œuf pourrait contenir jusqu'à 270 mg de cholestérine, cette teneur étant donc une limite supérieure.

D'autre part, dans une poudre d'œufs entiers nous avons dosé dans la matière grasse 4,2% de cholestérine. Les chiffres indiqués par Viollier tout récemment (voir plus loin) pour la teneur en matière grasse de la poudre d'œufs entiers donnent une moyenne de 42,5%. Si l'on admet (toujours d'après la 4^{me} édition du Manuel suisse des denrées alimentaires) qu'un œuf frais de 50 g contient 73,7% d'eau, soit 13,1 g de substance sèche et si l'on adopte pour celle-ci la valeur indiquée par Viollier, soit 42,5%, on obtient 5,6 g de matière grasse. Si l'on admet enfin pour celle-ci une teneur de 4,2% de cholestérine, on trouve qu'à un œuf correspondent 234 mg de cholestérine.

On voit donc que c'est avec une certaine raison que nous avons maintenu 230 mg dans la formule, que l'on peut, à bon droit, considérer comme une modeste teneur moyenne.

Note: On débarasse les creusets du digitonide de cholestérine ou de la digitonine adhérents à l'aide de quelques cm³ d'une solution à 10% environ de pyridine dans l'alcool et en s'aidant au besoin d'une brosse, puis on fait passer de l'alcool à 50% par aspiration (ne pas laisser séjourner trop longtemps la solution de pyridine dans le creuset).

Exemple de résultats obtenus dans un cas de nouilles aux œufs (prélevées dans le commerce).

Voici les chiffres obtenus dans une analyse récente, choisie au hasard.

1° Poids de l'extrait étheré (correspondant à 20 g de mouture) obtenu selon les prescriptions du Manuel suisse des denrées alimentaires: 0,596 g.

Pour obtenir un poids voisin de 0,3 g, il faut en prendre la moitié. L'extrait a été redissous dans 100 cm³ d'éther et on a fait 2 prises de 50 cm³. Après distillation de l'éther on a obtenu:

I	II
0,2985 g	0,2965 g

2° Précipitation avec 0,06 g de digitonine.

Poids du digitonide de cholestérine:

I	II
0,0564 g	0,0563 g

Remarquons qu'ici les deux résultats concordent parfaitement (au contraire de l'exemple indiqué en tête de ce mémoire); en utilisant le facteur 0,243 pour la transformation en cholestérine on aurait:

I	II
0,140 g % de mouture	0,137 g % de mouture

et en introduisant ces valeurs dans la formule on aurait obtenu 265 g et respectivement 258 g d'œufs par kilo de mouture.

3° Poids de digitonide avant le traitement par le xylol:

I	II
0,0496 g	0,0469 g

4° Poids de digitonine après le traitement au xylol:

I	II
0,0419 g	0,0396 g

5° Cholestérine par différence:

I	II
0,0077 g	0,0073 g

6° Poids de cholestérine rapporté au poids de digitonide initial:

I	II
0,0087 g	0,0088 g
$\left(\frac{0,0077 \times 0,0564}{0,0496}\right)$	$\left(\frac{0,0073 \times 0,0563}{0,0469}\right)$

Soit cholestérine % g de mouture:

I	II
0,087 g	0,088 g
$\left(\frac{0,0087 \times 0,596 \times 5}{0,2985}\right)$	$\left(\frac{0,0088 \times 0,596 \times 5}{0,2965}\right)$

Soit œufs par kilo de mouture:

I	II
150 g	152 g

Récupération de la digitonine:

Les résidus du traitement au xylol sont conservés. Lorsque la quantité recueillie est voisine de 1 g, on dissout celle-ci à chaud au moyen de 25 à 30 cm³ d'alcool à 95°, on filtre et on concentre le volume au $\frac{1}{3}$ environ. Après refroidissement on ajoute un volume double d'éther qui reprécipite la digitonine, on agite avec une baguette et on centrifuge. On décante le liquide clair, on reprend avec quelques cm³ d'éther, on agite, on centrifuge, on décante et on répète encore 1 fois le lavage à l'éther. On évapore finalement l'éther et on réduit en poudre le résidu formé de digitonine qui peut être utilisée de nouveau.

On peut récupérer ainsi 50 à 60% de digitonine. Nous devons cependant faire une réserve. Nous avons fait plusieurs dosages en double, l'un avec de la digitonine fraîche, l'autre avec de la digitonine récupérée et chaque fois nous avons obtenu un chiffre un peu inférieur avec la digitonine récupérée, sans pouvoir trouver d'explication à ce fait.

Voici, à titre d'exemple de différence obtenue entre deux dosages exécutés avec de la digitonine fraîche et de la digitonine récupérée, les chiffres obtenus dans une analyse de pâtes aux œufs, qui avait donné d'autre part des teneurs très basses pour les constituants dosés habituellement:

	extrait éthéré: 0,389 g	
(redissous dans 125 cm ³ d'éther, prélevé 100 cm ³ ; dosage fait en double).		
	I	II
	0,310 g	0,305 g
	Précipitation par digitonine fraîche:	Précipitation par digitonine récupérée:
	0,0536 g	0,0616 g
	Poids de digitonide avant le traitement au xylol:	
	0,0485 g	0,0552 g
	Poids de digitonine après le traitement au xylol:	
	0,0388 g	0,0468 g
	Cholestérine par différence:	
	0,0097 g	0,0084 g
	Poids de cholestérine rapporté au poids de digitonide initial:	
	0,0107 g	0,0094 g
	Soit cholestérine % g de mouture:	
	0,067 g	0,0605 g
	Soit œufs par kilo de mouture:	
	106 g	92 g

Dans les pâtes aux œufs, il s'agit avant tout de déterminer si la teneur en œufs est suffisante, plutôt que de connaître sa valeur absolue. On peut donc, dans les analyses de contrôle, utiliser la digitonine récupérée pour un premier dosage et on vérifiera celui-ci avec de la digitonine fraîche lorsque le résultat sera inférieur à 150 g / 100.

Remarque.

Nous faisons observer en terminant que les teneurs de cholestérine sont obtenues à partir de l'extrait éthéré, opéré par simple extraction. Dans un travail récent déjà cité (M. L. H. **28**, 218, 1937), Viollier a montré que, du moins dans les conserves d'œufs (entiers), l'extrait éthéré ne correspond qu'à une partie de la matière grasse (85—90% environ).

Bien que dans notre travail il ne s'agisse en fait que de dosages relatifs, il y aurait lieu néanmoins de faire les dosages de cholestérine sur l'extrait éthéré obtenu par la méthode par désagrégation acide de Baur et Barschall (Z. U. N. G. **17**, 417, 1909) et de comparer les résultats obtenus. C'est ce que nous nous proposons de faire dans un prochain travail.

Conclusions.

Le dosage de la cholestérine exécuté sur l'extrait éthéré des pâtes aux œufs par pesée du digitonide de cholestérine, conduit à des résultats inconstants et trop forts, par suite de la précipitation simultanée de digitonine. Par un traitement du digitonide de cholestérine avec le xylol bouillant qui décompose le digitonide et dissout la cholestérine, il est possible d'obtenir la teneur de celle-ci de façon plus exacte. Nous avons fixé pour ce faire la marche à suivre.

Notes de laboratoire

par Dr. CHARLES VALENCIEN, chimiste cantonal, et Dr. JEAN DESHUSSES, chimiste au Laboratoire cantonal de Genève.

Recherche de la pollution des eaux potables au moyen de la réaction de Reuss.

Le chimiste attache une importance capitale à la recherche des impuretés des eaux potables; il apprécie le degré de pollution d'une eau après avoir dosé les nitrites, les nitrates, les chlorures, l'ammoniaque libre, l'ammoniaque albuminoïde et le degré d'oxydabilité de l'eau.

Ces divers dosages demandent beaucoup de temps pour être exécutés. Il serait donc avantageux de pouvoir les remplacer par une méthode sûre et rapide permettant d'évaluer la pureté d'une eau en une seule opération. La méthode que *Reuss*¹⁾ vient de proposer est basée sur la réaction de Griess. Il diazote l'acide sulfanilique et la solution de diazonium obtenue est versée dans l'eau suspecte. En présence de corps phénoliques d'origine animale ou végétale, l'eau se colore plus ou moins intensément en jaune. Les réactifs de Reuss sont les suivants:

Solution de potasse caustique à 10%.

Solution de nitrite de soude à 4%.

Solution de sel de Seignette à 20%.

Solution chlorhydrique d'acide sulfanilique (1 g d'acide sulfanilique et 5 cm³ d'acide chlorhydrique dans 300 cm³).

¹⁾ *A. Reuss*, Zum Nachweis von Abfallstoffen im Trinkwasser durch die Griess'sche Reaktion. Z. U. L., Bd. 73, p. 47 (1937).