

Dosage de l'acide Ethylène-diamine-tétracétique (EDTA) dans les denrées, dans les vins notamment

Autor(en): **Vogel, J. / Deshusses, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **53 (1962)**

Heft 2

PDF erstellt am: **21.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982556>

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.

- 59 *Corner M.*, *Analyst* **84**, 41 (1959).
- 60 *Dirscherl A., Erne F.*, *Mikrochim. acta* (1960), 775.
- 61 *Kremsbrucker H.*, *Sci. Pharm. (Wien)* **27**, 294 (1959).
- 62 *Snell F. D., Snell C. T.*, *Colorimetric Methods of Analysis*. 3. Edition, Van Nostrand Comp. Inc., Vol. II, P. 630, Vol. II A, P. 548.
- 63 *Boltz D. F.*, *Colorimetric Determination of Nonmetals. Chemical Analysis Vol. VIII*. Intersc. Publ. N Y - London.
- 64 *Methodenbuch*, Bd. 1, Neumann Verlag Radebeul-Berlin. S. 91, 173 (1955).
- 65 *Rockstein M., Herron P. W.*, *Anal. Chem.* **23**, 1500 (1951).
- 66 *Bell R. D., Doisy E. A.*, *J. Biol. Chem.* **44**, 55 (1920).
- 67 *Fiske C. H., Subbarow Y.*, *J. Biol. Chem.* **66**, 375 (1925).
- 68 *Berenblum J., Chain E.*, *Biochem. J.* **32**, 295 (1938).
- 69 *Chen P. S. Jr., Toribara T. Y., Warner H.*, *Analyt. Chem.* **28**, 1756 (1956).
- 70 *Lowry O. H., Roberts N. R., Leiner K. Y., Wu M. L., Farr A. L.*, *J. Biol. Chem.* **207**, 1 (1954).
- 71 *Ammon R., Hinsberg K.*, *Z. physiol. Chem.* **239**, 207 (1936).
- 72 *Martin J. B., Doty D. M.*, *Anal. Chem.* **21**, 965 (1949).
- 73 *Jean M.*, *Anal. chim. acta* **14**, 172 (1956).
- 74 *Taussky H. A., Shorr E.*, *J. Biol. Chem.* **202**, 675 (1953).
- 75 *Lowry O. H., Lopez J. A.*, *J. Biol. Chem.* **162**, 421 (1946).
- 76 *Field K., Laws E. Q.*, *Analyst* **82**, 667 (1957).
- 77 *Sims R. P. A.*, *Analyst* **86**, 584 (1961).
- 78 *Soep H.*, *J. of Chromatography* **6**, 122 (1961).

Dosage de l'acide Ethylène-diamine-tétracétique (EDTA)

dans les denrées, dans les vins notamment

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

(Laboratoire cantonal de chimie, Genève)

Les propriétés chélatrices de l'acide éthylène-diamine-tétracétique (EDTA), bien connues des chimistes analystes, ont récemment attiré l'attention des techniciens sur l'emploi possible de cet acide dans l'industrie des denrées alimentaires.

Les études publiées jusqu'ici montrent que les réactions indésirables provoquées dans certaines denrées par des traces de métaux (de fer et de cuivre en particulier) peuvent être freinées efficacement par une addition d'EDTA. C'est ainsi qu'un mélange d'EDTA et d'acide sorbique permettrait de stabiliser les mayonnaises et les sauces pour les salades, que l'action des antioxydants serait renforcée par la présence d'EDTA, que le noircissement des pommes de terre serait supprimé durant leur traitement industriel par un mélange de bisulfite de sodium et d'EDTA et que l'addition d'EDTA aux vins permettrait de supprimer les «casses» si redoutées des vignerons¹.

L'Ordonnance réglant le commerce des denrées alimentaires, du 26 mai 1936, ne mentionne pas l'EDTA parmi les substances chimiques dont l'emploi

est licite pour conserver ou stabiliser les denrées alimentaires. En conséquence, serait supprimé durant leur traitement industriel par un mélange de bisulfite de sodium et d'EDTA et que l'addition d'EDTA aux vins permettrait de supprimer les «casses» si redoutées des vignerons¹.

Après avoir étudié les méthodes de *Séris* et de *Lambez* et collaborateurs, nous avons adopté le nitrate de cobalt, proposé par *Séris*, comme réactif de l'EDTA, la polyvinylpyrrolidone, proposée par *Lambez*, pour décolorer les liquides et mis au point la méthode suivante:

Recherche et dosage de l'EDTA dans les vins

Principe de la méthode

Le vin est d'abord additionné de chlorure de baryum puis il est décoloré, dans des conditions déterminées, avec de la polyvinylpyrrolidone. La solution claire est additionnée de nitrate de cobalt avec lequel l'EDTA forme du chélate de cobalt (II) qu'on transforme en chélate de cobalt (III) au moyen de perhydrol. Le chélate de cobalt (III) colore la solution en rose, ce qui permet un dosage colorimétrique de l'EDTA.

Bibliographie

G. *Séris*, Ann. Fals. **47**, p. 29 (1954).

Y. *Lambez*, J. *Storck* et B. *Terlain*, Ann. Pharm. Franç. **18**, 285 (1960).

Réactifs

Ammoniaque 6-n

Acide sulfurique 10-n

Solution de chlorure de baryum 10 ‰

Solution de nitrate de cobalt 1 ‰

Solution saturée de sulfate d'ammonium

Polyvinylpyrrolidone (Polyvidone) à 25 ‰

Perhydrol 30 ‰

Mode opératoire

Filtrer le vin s'il présente un trouble. Introduire 50 ml de vin dans un petit becher. Evaporer sur bain-marie jusqu'au volume de 15 ml. Transvaser le liquide dans un tube à centrifuger en portant le volume à 20 ml environ avec l'eau de rinçage. Ajouter 2 ml d'ammoniaque 6-n et 2 ml de chlorure de baryum à 10 ‰. Mélanger et laisser au repos une nuit après avoir bouché le tube.

Centrifuger pendant 5 minutes à 4000 t/m. Décanté le liquide sur un papier filtre dans un erlenmeyer à bouchon rôdé. Ajouter à la solution 2 ml d'acide sulfurique 10-n, 8 ml de la solution de polyvidone à 25 ‰ et 30 ml de la solution saturée de sulfate d'ammoniaque.

Agiter l'erlenmeyer énergiquement pendant une à deux minutes. Transvaser la solution dans un tube à centrifuge. Centrifuger pendant 5 minutes à 4000 t/m. Décanté à travers un filtre dans un becher.

Si la solution n'est pas acide (pH 2 à 3), ajouter un peu d'acide acétique glacial jusqu'à acidité convenable. Introduire dans la solution 1 ml de nitrate de cobalt à 1 %. Placer le becher durant 15 minutes sur un bain-marie pour former le chélate de cobalt (II).

Refroidir à 40° puis ajouter 2,5 ml de perhydrol à 30 %. Porter à l'ébullition quelques instants. Le cobalt passe à la valence III et une coloration rose se produit. La coloration atteint son maximum après retour à la température ambiante. Elle est stable durant plus de 12 heures et suit la loi de *Lambert-Beer*.

A ce stade des opérations, on peut déceler avec certitude 10 mg d'EDTA par litre de vin en comparant la teinte avec un essai à blanc dont la coloration légèrement jaune contraste nettement avec celle que présente la solution de vin contenant l'EDTA.

Si la réaction n'est pas nettement positive ou si l'on veut doser l'EDTA, procéder de la façon suivante:

Evaporer la solution sur un bain-marie jusqu'à obtention d'un volume de 20 ml (une partie de ce volume est constituée par des cristaux de sulfate d'ammonium). Transvaser le tout dans un tube à centrifuger. Centrifuger pendant 10 minutes à 6000 t/m. Filtrer la solution sur un filtre à filtration lente.

A ce stade des opérations, on peut déceler à l'œil la présence de 5 mg d'EDTA par litre de vin.

Porter la solution au volume de 5 ml, utiliser une cuve de 1 cm et mesurer la densité optique à 530 m μ en comparant avec un essai à blanc. Calculer la concentration de l'EDTA soit par étalonnage interne soit au moyen d'une courbe d'étalonnage faite dans les mêmes conditions. Sensibilité limite de la méthode: 2 ppm.

Dosage de l'EDTA dans les jus de fruits

Le procédé de dépigmentation et de purification décrit pour le vin ne convient pas pour les jus de fruits. Il faut utiliser, à la place de la polyvidone, du charbon adsorbant granulé et procéder de la façon suivante:

Mesurer 20 ml de jus, ajouter une pointe de spatule (0,25 g) de charbon adsorbant granulé, brasser puis laisser en contact pendant 1 heure, filtrer sur papier à filtration lente.

Rechercher l'EDTA dans le filtrat par la méthode décrite pour le vin.

Résultats des analyses de vins, jus de pomme et de conserves de légumes prélevés dans le commerce

Nous n'avons décelé l'EDTA dans aucun des échantillons de vins et de jus de pomme prélevés dans le commerce genevois.

Nous avons étendu notre méthode à la recherche de l'EDTA dans les conserves de légumes et constaté l'absence de l'EDTA dans les poudres de pomme

de terre et dans les conserves de légumes blanchis (cardon, artichaut, scorsonère).

Résumé

Nous avons mis au point une méthode de recherche et de dosage de l'EDTA dans les denrées alimentaires.

Cette méthode consiste à former le chélate de cobalt III qui teinte le milieu en rose, ce qui permet un dosage colorimétrique, après décoloration du vin par la polyvinylpyrrolidone et les jus de fruits par du charbon adsorbant granulé dans des conditions bien déterminées.

- 1 *H. L. Aamoth et F. J. Butt*: Maintening food quality with chelating agents. *Annals N.Y. Acad. of Sc.* 1960, p. 526.
S. W. Souci et E. Mergenthaler: *Fremdstoffe in Lebensmitteln*, Munich, 1958.

Summary

Description of a method of detection and determination of EDTA in foodstuffs. Principle: formation of the rose-coloured cobalt III chelate, which is determined colorimetrically after decolorization of wines with polyvinylpyrrolidone and of fruit juices with decolorizing carbon.

Zusammenfassung

Es wird eine Methode ausgearbeitet zum Nachweis und zur Bestimmung der Aethylen-diammin-tetraessigsäure in Lebensmitteln. Sie besteht in der Bildung eines rosa-gefärbten Kobalt-III-Chelates, welches eine kolorimetrische Bestimmung erlaubt, nach Entfärbung von Wein mit Polyvinylpyrrolidon, von Fruchtsäften mit Aktivkohle unter gut definierten Bedingungen.