Dosage des et lactones dans les graisses alimentaires

Autor(en): **Martin, E. / Berner, Ch.**

Objekttyp: **Article**

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

Band (Jahr): **63 (1972)**

Heft 1

PDF erstellt am: **24.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-982787

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.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

brome de 0,4 ppm en utilisant pour la lecture spectrophotométrique des cuves de 4 cm et en doublant la prise de produit.

— La méthode décrite a été appliquée au cas des fèves de cacao mais il est évident qu'elle peut être appliquée à d'autres produits.

Résumé

La méthode colorimétrique de *P. Jaulmes* pour le dosage du brome a été adaptée aux conditions de la lecture spectrophotométrique. Elle a été appliquée au dosage du brome dans des fèves de cacao. Cette méthode permet de déterminer une teneur en brome de 0,4 ppm.

Zusammenfassung

Die kolorimetrische Brombestimmung nach *P. Jaulmes* wird an die Spektrophotometrie angepaßt. Sie wurde für die Brombestimmung in Kakaobohnen angewendet und gestattet die Erfassung eines Bromgehalts ab 0,4 ppm.

Bibliographie

1. *P. Jaulmes, Mme S. Brun-Cordier* et *J. C. Cabanis,* Trav. Soc. Pharm. Montpelier, **20**, fasc. II, 84 (1960).

Dosage des γ et δ lactones dans les graisses alimentaires

Dr *E. Martin* et *Ch. Berner*

Laboratoire cantonal de chimie, Genève

1. Introduction

Les lactones sont des constituants aromatiques importants, rencontrées dans différents produits naturels. *Boldingh* et *Taylor* (1) ont démontré la présence dans le beurre de différentes δ lactones et dans des proportions plus faibles de γ lactones. *G. Jurriens* et *J. M. Oele* (2) ont noté par chromatographie sur colonne et en couche mince les hydroxyacides libres et estérifiés de la graisse de beurre. Il était intéressant pour nous de mettre au point une méthode de séparation rapide. Les lactones ont été séparées par extraction liquide-liquide puis dosées par chromatographie en phase gazeuse.

2. Principe

La graisse mise en solution dans l'éther de pétrole est débarrassée des acides gras libres par extraction de ces derniers à l'aide d'un solution aqueuse de bicar-

bonate de sodium. Les γ et δ lactones sont ensuite extraites de la solution éthérée sous forme d'acide-alcools à l'aide d'une solution de soude caustique. La solution aqueuse ainsi obtenue est acidifiée à l'aide d'acide sulfurique. Les γ et δ lactones libres sont extraites avec de l'éther de pétrole. Après évaporation de l'éther de pétrole, le résidu est repris par de l'iso-octane et chromatographié en phase gazeuse.

3. Réactifs

— Ether de pétrole Ph. Helv. V.
— Solution aqueuse à 10 % de $NaHCO_3$ en poudre très pur Merck.
— Solution aqueuse à 2 % de NaOH pro anal. Merck et 20 % de Na_2SO_4 Ph. Helv. V.
— H_2SO_4 95—97 % pro anal. Merck.
— Iso-octane pour spectroscopie Merck.
— Solution étalon de γ et δ lactones de C_8 à C_{12} dans l'iso-octane, contenant 60 μg de chaque lactone par ml d'iso-octane.

4. Appareillage

— Entonnoirs à décanter de 500 ml.
— Ballons de 250 ml, à fond plat et col rodé.
— Evaporateur rotatif.
— Chromatographe en phase gazeuse Perkin Elmer 900 avec enregistreur Perkin Elmer 165. Les colonnes utilisées ont les caractéristiques suivantes:

Phase stationnaire: Néopentylglycolsuccinate 8 %;
Support: chromosorb W 80/100 lavé à l'acide;
Longueur: 2 mètres;
Diamètre: 1/8 ″;
Gaz vecteur: N_2, 30 ml/minute;
Température constante: 180 ° C;
Détecteur à ionisation de flamme;
Injecteur: température 300 ° C;
Manifold: température 300 ° C.

5. Mode opératoire

Tarer deux béchers de 250 ml, forme haute, et peser dans chacun d'eux 50,00 g de graisse. Faire fondre la graisse en chauffant légèrement les deux béchers. Verser le contenu de chaque bécher dans un entonnoir à décanter de 500 ml. Rincer chaque bécher avec 50 ml d'éther de pétrole qui sont versés dans l'entonnoir à décanter. Dans un des entonnoirs à décanter, ajouter 1 ml de solution étalon de γ et δ lactones. Bien mélanger le contenu de chaque ampoule de façon à obtenir une solution homogène. Verser dans chaque ampoule 100 ml de solution de bicarbonate de sodium et agiter 2 minutes. Laisser les phases se séparer. Eliminer la couche bicarbonatée (inférieure); cette phase contient les

acides gras libres sous forme de sels sodiques. Verser dans chaque ampoule 100 ml de solution de NaOH et Na_2SO_4. Agiter 2 minutes. La couche supérieure est éliminée par siphonage. La phase aqueuse (inférieure) contenant les acides-alcools est lavée avec 3 portions de 50 ml chacune d'éther de pétrole. L'éther de pétrole est éliminé par siphonnage. Verser lentement en agitant dans l'entonnoir à décanter 10 ml d'acide sulfurique concentré. Laisser refroidir. Extraire la phase aqueuse avec 3 portions de 50 ml chacune d'éther de pétrole. Les extraits éthérés combinés sont évaporés sous pression réduite dans l'appareil rotatif. Le résidu est repris par 1 ml d'iso-octane. Injecter dans le chromatographe, dans les conditions décrites sous appareillage, 1 µl de solution ainsi obtenue.

6. Résultats

En ce qui concerne la chromatographie en phase gazeuse, nous avons fait des essais avec différentes colonnes. Ainsi, une colonne de carbowax 20 M à 7 % sur chromosorb W 80/100 donne de bons résultats pour les γ lactones (pics symétriques). Par contre les δ lactones sur cette même colonne traînent (pics asymétriques). Avec une colonne de néopentylglycolsuccinate à 8 % sur chromosorb W 80/100 les pics sont symétriques aussi bien pour les γ lactones que pour les δ lactones.

Sur la figure 1 nous avons reproduit le chromatogramme obtenu avec cette colonne dans les conditions citées au § 4. Chaque pic représente environ 60 ng de lactone.

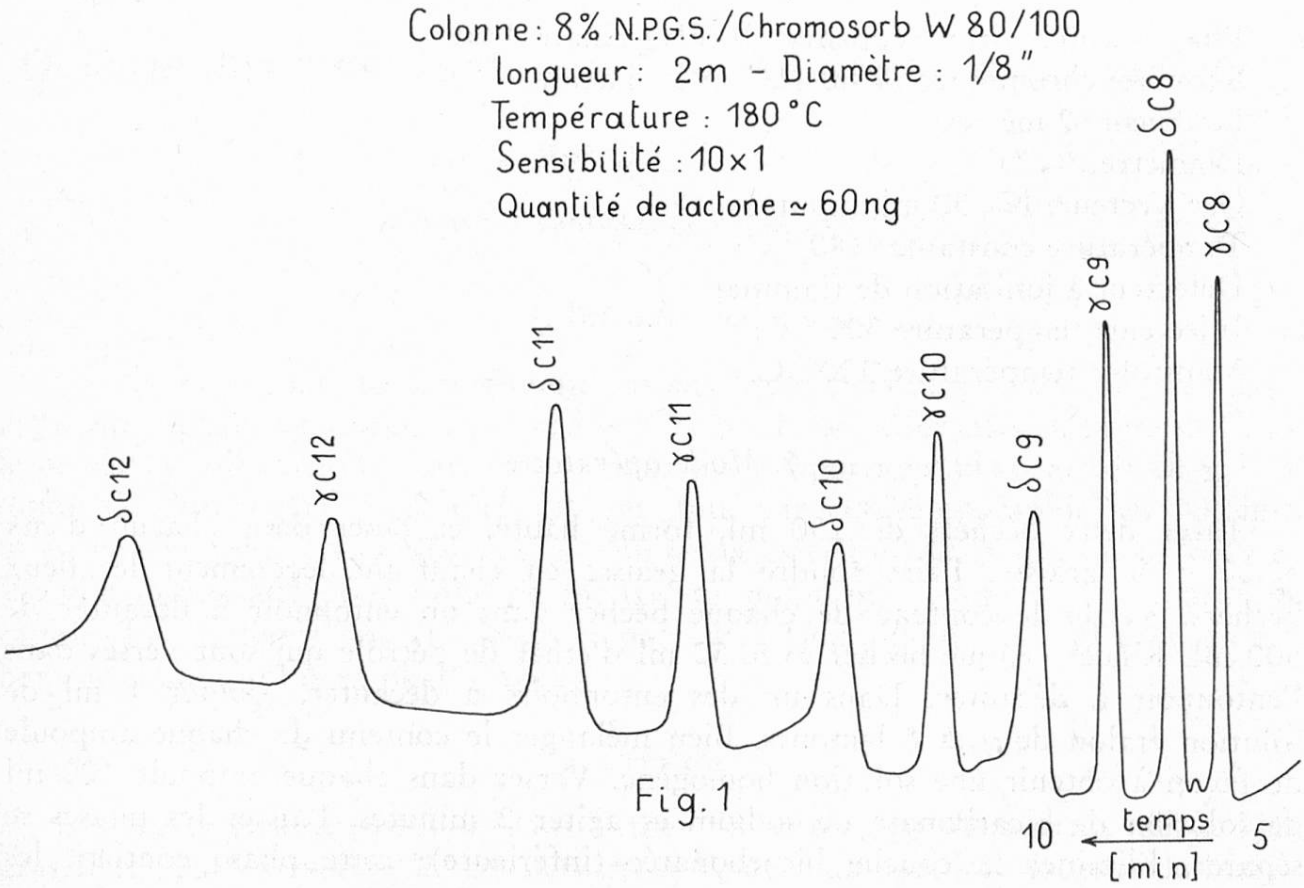


Fig. 1

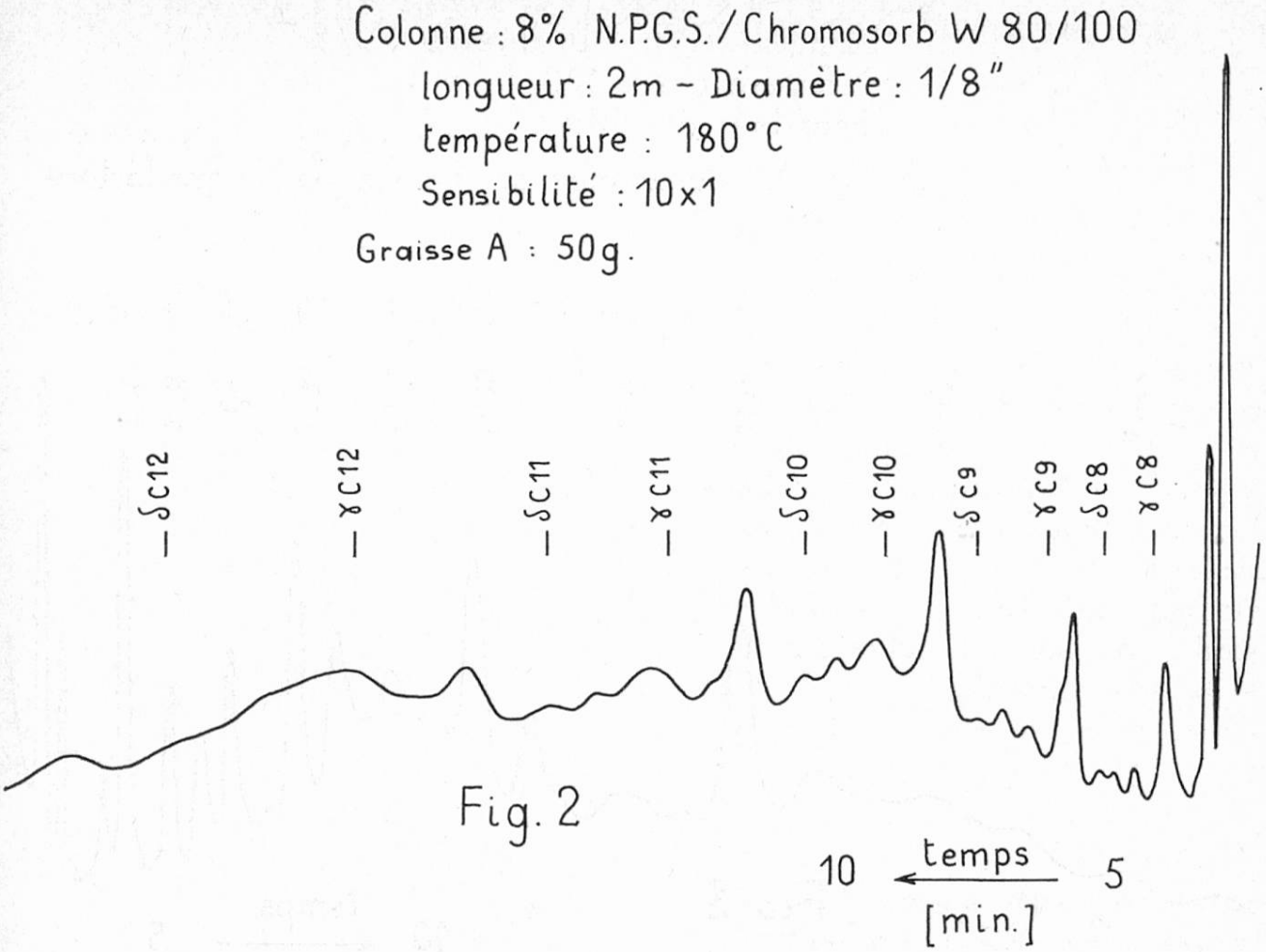


Fig. 2

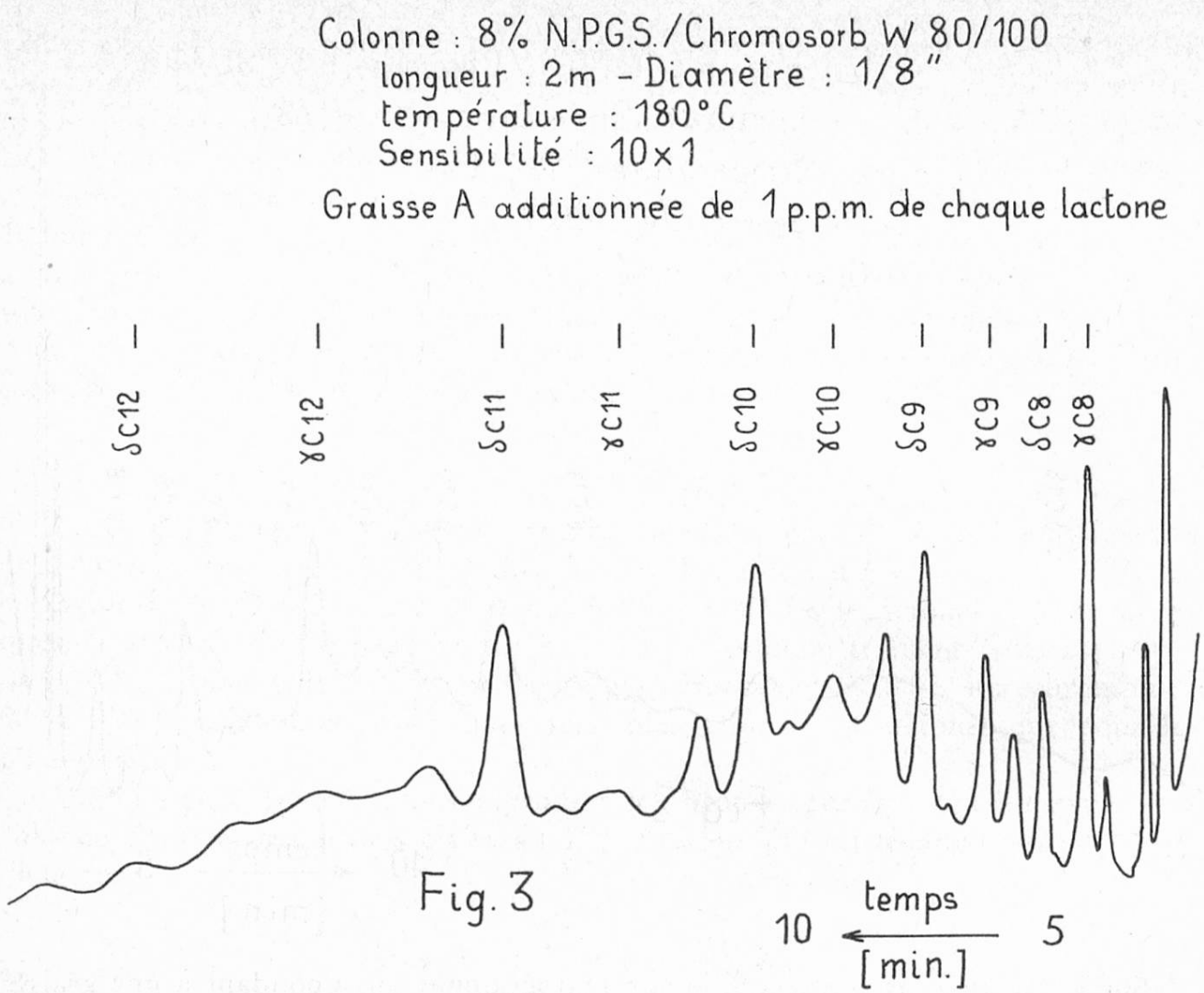
Sur la figure 2 est représenté le chromatogramme correspondant à une graisse et sur la figure 3 le chromatogramme de la même graisse additionnée de γ et δ lactones de C_8 à C_{12} à une concentration de 1 ppm pour chaque lactone.

Dans le tableau 1 nous avons rassemblé les valeurs des rendements obtenus pour chaque lactone introduite dans une graisse végétale à une concentration de 1 ppm.

Tableau 1 Rendements d'extraction obtenus (%)

	δ lactones	γ lactones
C_8	67	69
C_9	65	63
C_{10}	100	12
C_{11}	45	0
C_{12}	46	0

Les rendements sont satisfaisants pour les δ lactones de C_8 à C_{12}. Il en est même pour les γ lactones de C_8 à C_9. Le rendement tombe à 12 % pour la γ



décalactone. Il est pratiquement nul pour la γ undécalactone et la γ dodécalactone.

Résumé

Une méthode de séparation et de dosage des γ et δ lactones de C_8 à C_{12} dans les graisses a été mise au point. Ces lactones sont séparées de la graisse par extraction liquide-liquide. Le dosage est effectué par chromatographie en phase gazeuse avec étalon interne sur colonne de néopentylglycolsuccinate. Des teneurs en δ lactones de C_8 à C_{12} et en γ lactones de C_8 à C_9 inférieures à 1 ppm peuvent être aisément déterminées.

Zusammenfassung

Es wurde eine Methode zur Trennung und Bestimmung von γ- und δ-Lactonen von C_8—C_{12} in den Speisefetten ausgearbeitet. Die Lactone werden durch flüssig-flüssig Extraktion vom Fett getrennt; die Bestimmung erfolgt durch Gaschromatographie mit inneren Standards. So läßt sich ein Gehalt von unter 1 ppm von δ-Lactonen von C_8—C_{12} und γ-Lactonen von C_8—C_9 bestimmen.

Bibliographie

1. *Boldingh J.* et *R. J. Taylor:* Nature **194**, 909—913 (1962).
2. *Jurriens G.* et *J. M. Oele:* J.A.O.C.S. **42**, 857—861 (1965).