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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 89 (1998)

Heft: 3

Artikel: Identification et quantification des gallates dans les huiles d'olive et les beurres, par la chromatographie sur couche mince = Identification and quantification of propyl, octyl, and dodecyl gallates in olive oils and butters by thin layer chromatography

Autor: Azodanlou, Ramin

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-983150

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. 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. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

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. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

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. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 06.07.2025

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

Trav. chim. aliment. hyg. **89**, 355–368 (1998)
Présenté le 6 août 1996. Accepté le 27 avril 1998

Identification et quantification des gallates dans les huiles d'olive et les beurres, par la chromatographie sur couche mince

Identification and Quantification of Propyl, Octyl, and Dodecyl Gallates in Olive Oils and Butters by thin layer Chromatography

Key words: Gallate, Thin layer chromatography, Densitometry, Antioxydants

Ramin Azodanlou
Montreux

Introduction

Les gallates de propyle, d'octyle et de dodécyle pour les huiles végétales et les beurres sont séparées sur couche mince (gel de silice) avec des solvants appropriés (éther de pétrole-benzène-acide acétique; 2:2:1) et révélées par une solution de 1,0% $FeCl_3$ dans l'éthanol. Cette méthode d'identification peut en outre se prêter éventuellement à l'évaluation semi-quantitative de ces substances, soit par appréciation visuelle ou photodensitométrique de l'intensité des tâches obtenues. La simplicité de la méthode et la modicité de l'investissement qu'elle nécessite, expliquent et justifient largement ce succès.

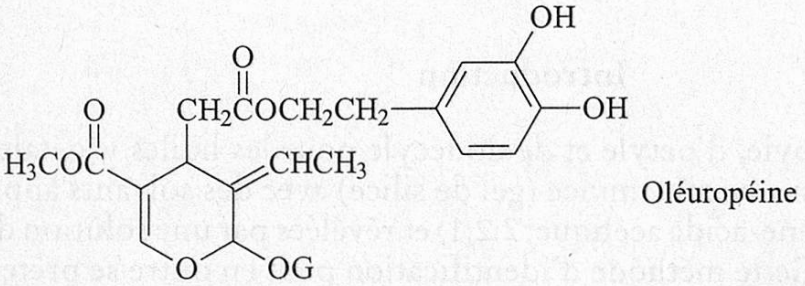
Les composés phénoliques

L'huile d'olive extraite des fruits de l'olivier *(Olea Europea)* peut être consommée sans traitement ultérieur ou raffinage. L'huile d'olive vierge obtenue par simple pression des fruits mûrs ou par centrifugation à froid comprend diverses appellations: vierge extra, vierge ou vierge fine, vierge courante, vierge lampante. Ces diverses catégories, qui correspondent à une certaine qualité sont définies en fonction de l'acidité de l'huile, de son indice de peroxyde et ses qualités organoleptiques (1).

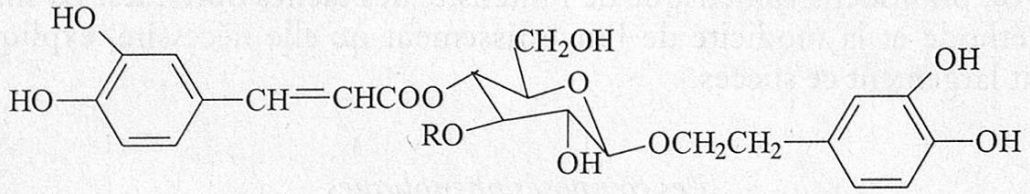
L'huile d'olive se conserve en général plus longtemps que la plupart des autres huiles végétales et sa durée limite d'utilisation optimale (DLUO) est bien souvent

de 18 mois. L'huile d'olive vierge est classé parmi les huiles végétales les plus consommées a être la plus résistante à l'autoxydation et présente le plus fort rapport d'acide gras (monoinsaturés/polyinsaturés) de 4 à 10. Leur nombre de double liaison est le plus bas, on cite souvent en terme de vitesse de formation des hydropéroxydes les valeurs de 1 pour le C18:1, 12 pour le C18:2 et 25 pour le C18:3 (2).

La composition en acide gras ne peut à elle seule expliquer la résistance à l'oxydation, l'huile d'olive est la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles qui contribuent à sa bonne stabilité et lui confèrent son goût si particulier, à la fois amer et fruité. Le principal composé phénolique de l'olivier, l'oléuropéine, est présent dans l'écorce de l'arbre, dans la feuille (5 à 7 mg/g) et dans l'olive à raison de 20 à 100 mg/g d'extrait sec. L'oléuropéine est un glucoside de l'acide élénolique estérifié par le 3,4-dihydroxyphényléthanol communément appelé hydroxytyrosol. On trouve aussi en qualités moindres (1–10 mg/fruit) des dérivés des acides cinnamiques tel le verbascoside qui possède dans sa structure l'acide caféique et l'hydroxytyrosol. D'autres composés plus mineurs sont présents tels des glucosides flavonoïdes, par exemple la rutine qui possède une action vitaminique et antihypertensive ainsi que des lutéolines-7 et -5 glucosides qui sont des tetrahydroxyflavones. En fait ces glucosides sont nombreux et bien peu sont identifiés à ce jour (3, 4).



Oléuropéine



Verbascoside

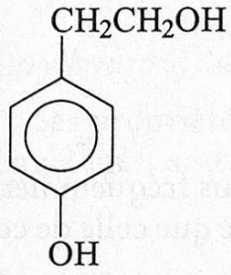
Les polyphénols ne sont pas libres mais éthérifiés ou estérifiés dans les glucosides. En fait, au cours de la maturation du fruit, ou lors de la production de l'huile, se produisent des réactions d'oxydation et d'hydrolyse, dues au pH de l'acide du milieu et des enzymes comme la polyphénoloxydase présente dans la pulpe des olives. Ces réactions naturelles ont pour conséquence l'apparition de phénols libres.

Ainsi les substances phénoliques que l'on va retrouver dans l'huile seront différentes de celle que renferme le fruit. Par exemple l'oléuropéine va libérer

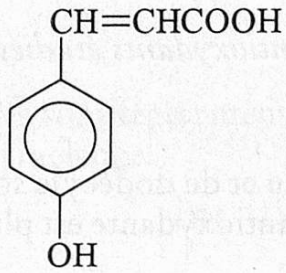
l'hydroxytyrosol, tandis que la verbascoside libérera l'acide caféique ainsi que l'hydroxytyrosol, etc.

Les phénols libres présents dans l'huile ou les eaux de végétation des olives (margarines) sont extrêmement nombreux: phénols acides mono- di- tri-hydroxylés, phénols neutres (esters, éthers, etc.). Les plus connus sont le tyrosol (-4 hydroxyphényléthanol), l'hydroxytyrosol (-3,4 dihydroxyphényléthanol), l'acide caféique (3,4-dihydrocynnamique), l'acide syringique (-4 hydroxy-3,5 diméthoxybenzoïque), acide protocatéchique, etc. (5, 6).

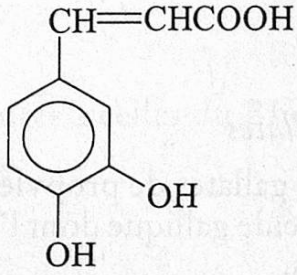
Formules chimiques des principaux composés phénoliques présents dans les huiles d'olive vierges ou les eaux de végétation des olives.



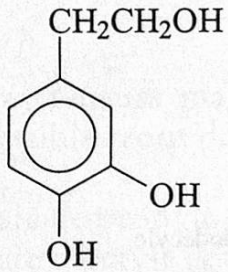
Tyrosol



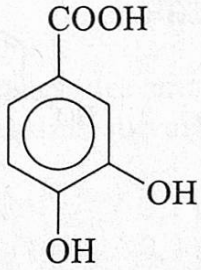
Acide p-coumarique



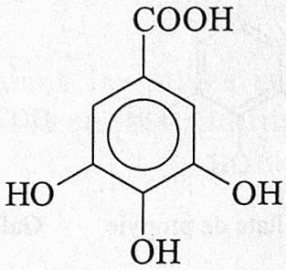
Acide caféique



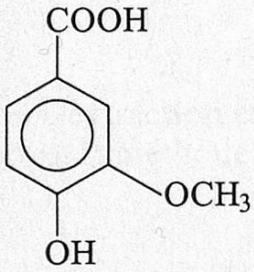
Hydroxytyrosol



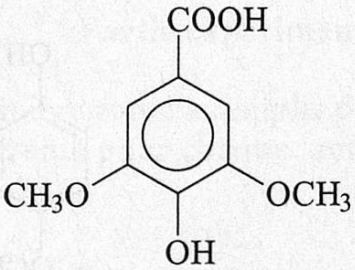
Acide protocatéchique



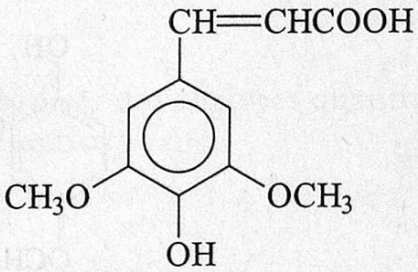
Acide gallique



Acide vanillique



Acide siringique



Acide sinaptique

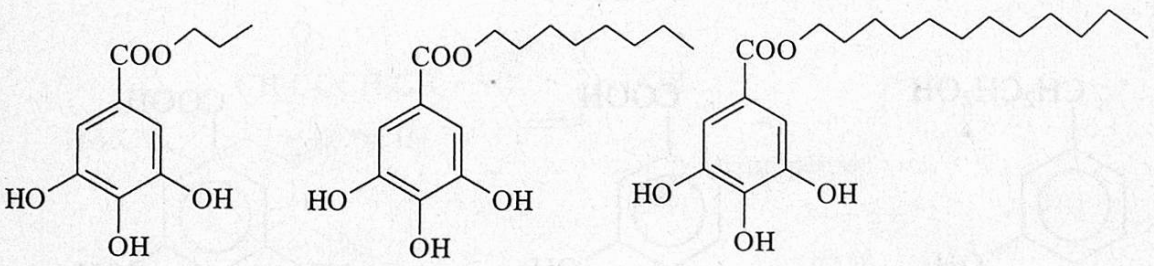
Chimi et al. publient en 1988 une étude sur les pouvoirs antioxydants comparés de quelques phénols naturels des huiles d'olive vierge et du BHT. Les cinq substances testées se classent dans l'ordre: hydroxytyrosol > acide caféique > BHT > oléuropéine > tyrosol (7). Une étude de *Papadopoulos* et *Boskou* publiée en 1991 portant sur onze composés phénoliques naturels confirme les résultats de *Chimi* et al. (8). Le BHT qui est un antioxydant de synthèse très utilisé à un facteur de protection inférieur à celui de l'acide caféique et 2 à 3 fois plus faible que celui de l'hydroxytyrosol. Dans la mesure où certaines études montrent que les antioxydants, le BHA et le BHT présentent une certaine toxicité chez l'animal d'expérience, les composés naturels pourraient être utilisés pour stabiliser certains corps gras sensibles (9).

Les antioxydants étudiés

Les gallates

Les gallates de propyle, d'octyle et de dodécyle sont utilisés plus fréquemment que l'acide gallique dont l'activité antioxydante est plus importante que celle de ces dérivés.

Les gallates sont d'autant plus solubles dans les huiles et corps gras que leur chaîne aliphatique est plus longue. Les gallates sont efficaces à des teneurs de 50 à 100 mg/kg.



Gallate de propyle Gallate d'octyle Gallate de dodécyle

Butylhydroxyanisol (BHA)

Le produit commercial est un mélange de tert-butyl-2 méthoxy-4 phénol (ou tert-butyl-3 hydroxy-4 anisol) dit 3-BHA et de tert-butyl-3 méthoxy-4 phénol (ou tert-butyl-2 hydroxy-4 anisol) dit 2-BHA.

3-BHA 2-BHA

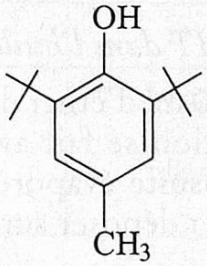
Quoique moins actif que le 3-BHA, le 2-BHA à également un rôle de synergiste vis-à-vis du 3-BHA.

Le principal intérêt du BHA réside dans sa grande stabilité vis-à-vis de la chaleur, d'où son emploi dans les huiles de friture comme par exemple pour les pommes chips. S'il est un bon antioxydant pour les graisses animales, comme le saindoux, son utilisation seule n'est par contre pas adaptée aux huiles végétales contenant déjà des antioxydants naturels.

L'activité du BHA peut être augmentée par des effets de synergie s'il est utilisé en mélange avec des gallates ou l'acide nordihydroguiaiarétique (NDGA), ou encore et plus légèrement avec le BHT. Le BHA présente le même risque de catalyse de l'oxydation que les gallates et le NDGA.

Butylhydroxytoluène (BHT)

Ses propriétés antioxydants sont légèrement supérieures à celles du BHA avec lequel il est souvent utilisé en mélange.



BHT

Les teneurs maximum admises des antioxygènes dans les huiles et graisses comestibles sont données ci-dessous suivant l'ordonnance sur les additifs de juin 1995.

Gallate de propyle (E 310):	0,1 g/kg
Gallate d'octyle (E 311):	0,1 g/kg
Gallate de dodécyle (E 312):	0,1 g/kg
Butylhydroxyanisol (BHA) (E320):	0,2 g/kg
Butylhydroxytoluène (BHT) (E321):	n'est pas admis

Partie expérimentale

L'extraction est la première étape à remplir pour réaliser des analyses quantitatives, la méthode est différente pour chaque famille d'antioxydant.

Extraction des gallates

Méthode d'isolation des gallates dans l'huile végétale

10 g d'huile sont dissous dans 50 ml d'éther de pétrole, la solution est transvasée dans une ampoule de 200 ml. L'extraction se fait avec 2 × 40 ml d'éthanol (72%), évaporé à 40 °C puis lavée avec 20 ml d'acétate d'éthyle et séchée sur du sulfate de sodium. Le résidu, repris par 1 ml d'acétate d'éthyle est prêt à être déposé sur plaque de CCM (7).

Méthode d'isolation des gallates dans le beurre

10 g de beurre sont dissous dans 50 ml d'éther de pétrole, la solution est transvasée dans une ampoule de 200 ml. L'extraction se fait avec 2 × 40 ml d'éthanol (72%), évaporé à 40 °C environ, puis l'extrait est filtrée sur un filtre plissé, lavé avec 20 ml d'acétate d'éthyle puis il est séchée sur du sulfate de sodium. Le résidu, repris par 1 ml d'acétate d'éthyle est prêt à être déposé sur plaque de CCM.

Méthode d'isolation de BHA et BHT dans l'huile végétale

10 g d'huile sont dissous dans 50 ml d'éther de pétrole, le tout est transvasé dans une ampoule de 200 ml. L'extraction se fait avec 3 × 30 ml d'acétonitrile saturé d'éther de pétrole, l'extrait est ensuite évaporé à 40 °C environ. Reprendre par quelques gouttes de chloroforme et déposer sur plaque de CCM.

Méthode d'isolation de BHA et BHT dans le beurre

10 g d'huile sont dissous dans 50 ml d'éther de pétrole, le tout est transvasé dans une ampoule de 200 ml. L'extraction se fait avec 3 × 30 ml d'acétonitrile saturé d'éther de pétrole; l'extrait est filtré sur un filtre plissé, puis il est évaporé à 40 °C environ. Reprendre par quelques gouttes de chloroforme et déposer sur plaque de CCM.

Analyse qualitative et quantitative des gallates

Pour réaliser des analyses quantitatives, après extraction des antioxydants par un solvant, on procède par une élution par chromatographie sur couche mince suivie par densitométrie.

Les gallates identifiés par CCM

Les plaques sont constituée de cellulose acétylé, 20 × 20 cm, épaisseur 0,1 mm, sans indicateur de fluorescence (Macherey-Nagel Düren). La migration utilisée (pour les gallates avec le solvant: toluène- isopropanol-acide acétique- acide formique (15:2:1:2)) se fait en 30 minutes. Une autre méthode de séparation se fait à l'aide du par solvant éther de pétrole-benzène-acide acétique (2:2:1) sur des plaques de gel de silice avec plâtre, 20 × 20 cm, épaisseur 0,25 mm (sil G-25 HR), sans indicateur de fluorescence (Macherey-Nagel Düren). La migration se fait en 2 × 45 minutes.

Tableau 1. Résultat des analyses des antioxydants par la chromatographie sur couche mince

Solvant: toluène- isopropanol-acide acétique- acide formique (15:2:1:2).

Produit (Fluka)	1*	2*	3*	4*	Rf × 100
Gallate de propyle	brun	bleu	jaune	bleu	21
Gallate d'octyle	brun	bleu	jaune	bleu	61
Gallate de dodécyle	brun	bleu	jaune	bleu	72

Solvant: éther de pétrole-benzène-acide acétique (2:2:1).

Produit (Fluka)	1*	2*	3*	4*	Rf × 100
Gallate de propyle	brun	bleu	jaune	bleu	13
Gallate d'octyle	brun	bleu	jaune	bleu	18
Gallate de dodécyle	brun	bleu	jaune	bleu	24

Solvant: éther de pétrole-d'acétate d'éthyle (10:1).

Produit (Fluka)	1*	2*	3*	Rf × 100
Butylhydroxyanisole (BHA)	violet	bleu	–	17
Butylhydroxytoluène (BHT)	rose	bleu	rose	58

* Couleurs donnés par les révélateurs.

Après migration, les taches sont révélées par les révélateurs 1, 2, 3 et 4 les plaques utilisées pour BHA et BHT sont des plaques de gel de silice (Kieselgel 60) 20 x 20 cm, épaisseur 0,25 mm, sans indicateur de fluorescence (Merck 5715), la migration se fait en 40 minutes.

Des mélanges de plusieurs antioxydants choisis selon leurs R_F ont été systématiquement déposés sur chaque plaque afin de vérifier la reproductibilité des conditions opératoires. En outre les corrélations entre la composition et le R_F ont été contrôlées en faisant migrer simultanément sur la même plaque les antioxydants considérés.

Evaluation quantitative par la densitométrie

Etalonnage standard des gallates

On prépare au préalable des solutions connues de gallate de propyle, d'octyle et de dodécyle, de concentrations différentes allant de 10 à 100 ppm. On dépose des spots de 20 µl avec l'appareil «Camag» sur les plaques de gel de silice avec plâtre, 20 × 20 cm, épaisseur 0,25 mm (sil G-25 HR), sans indicateur de fluorescence (Macherey-Nagel Düren). La migration se fait en 2 × 45 minutes avec l'éluant éther

de pétrole-benzène-acide acétique (2:2:1), le révélateur est une solution de 1% $FeCl_3$ dans l'éthanol.

Après élution des spots, l'intensité des taches est évaluée par le densitomètre «Camag», en utilisant une lampe de tungstène avec une longueur d'onde d'absorption maximale à 580 nm. On trace une droite d'étalonnage standard qui permettra de mesurer quantitativement les gallates (voir schéma et tableau 2). L'analyse des gallates peut se faire aussi par HPLC ou GC, en comparaison avec la méthode de CCM suivie d'une densitométrie.

Analyse des gallates par HPLC

Les antioxydants (propyle de gallate, octyle de gallate et dodécyle de gallate) une fois extraits, sont dilués dans l'acétonitrile. Les antioxydants sont séparés par HPLC et mesurés par le détecteur ultraviolet à 280 nm.

Le chromatographe de partage à haute performance (HPLC) de modèle Hewlett Packard 1050, équipé d'un intégrateur et d'un enregistreur est utilisé pour l'analyse. 5 µl de solution sont injectés, dans la boucle (loop), le détecteur mesure l'absorption à 280 nm. L'éluant choisit est de l'acétonitrile contenant 1% d'acide acétique. Le débit est de 1 ml/min, la pression de 55 bar. L'appareil est équipé d'une colonne de «Sigma-Aldrich» ODS-25 µm (150 mm × 4,6 mm).

Analyse des gallates par GC

Les antioxydants (propyle de gallate, octyle de gallate et dodécyle de gallate), une fois extraits, sont dilués dans le méthanol. La chromatographie en phase gazeuse est de modèle Hewlett Packard 5890, équipé d'un intégrateur et d'un enregistreur. Le détecteur est à ionisation de flamme à hydrogène; 1 µl d'antioxydants dissous dans le méthanol est injecté. L'appareil est équipé d'une colonne de «Supelcowax» 10 (30 m × 50 µm) et 1 µm d'épaisseur de film. La température est modifiée en cours d'analyse au moyen d'un système de programmation de température: la température initial de la colonne est de 100 °C pendant 5 min, puis la température varie de 5 °C/min pour atteindre 200 °C et stabilisée pendant 15 min.

Résultats et discussion

Extraction des antioxydants

Une extraction la plus complète possible est la première condition à remplir pour réaliser des analyses quantitatives, et dans le cas des antioxydants il n'est pas possible de disposer d'une méthode universelle. Le propyle de gallate est beaucoup plus polaire que le BHT et il n'est pas possible de trouver une méthode qui fournisse

Tableau 2. Valeurs standardes données par le densitomètre «*camag*», à différentes concentrations des gallates dans l'huile végétale

	Propyle gallate				Octyle gallate				Dodécyle gallate			
ppm	1er essai	2e essai	3e essai	moyenne	1er essai	2e essai	3e essai	moyenne	1er essai	2e essai	3e essai	moyenne
10	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
20	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
30	1,149	1,150	1,152	1,150	–	–	–	–	–	–	–	–
40	1,231	1,231	1,230	1,231	1,542	1,547	1,552	1,547	1,378	1,380	1,379	1,379
50	1,305	1,305	1,304	1,305	1,653	1,652	1,653	1,653	1,481	1,480	1,480	1,480
60	1,375	1,375	1,376	1,375	1,756	1,755	1,755	1,755	1,585	1,585	1,584	1,585
70	1,444	1,445	1,444	1,444	1,874	1,875	1,875	1,875	1,685	1,688	1,682	1,685
80	1,515	1,516	1,515	1,515	1,999	1,998	2,001	1,999	1,795	1,793	1,790	1,793
90	1,585	1,586	1,585	1,585	2,094	2,095	2,096	2,095	1,905	1,906	1,904	1,905
100	1,656	1,657	1,655	1,656	2,205	2,203	2,202	2,203	2,010	2,010	2,009	2,010

de bons rendements d'extraction pour ces deux produits simultanément. La démarche utilisée est la dissolution de la phase grasse dans un solvant non polaire et suivie de l'extraction avec un solvant polaire, puis enfin la concentration de la phase polaire. Les solvants les plus utilisés sont l'acétonitrile ou des mélanges eau/alcool. L'inconvénient principal de cette méthode est la consommation de grands volumes de solvants.

Matériel et réactifs choisis pour la CCM

Les différents essais effectués en laboratoire ont permis d'arriver aux résultats suivants:

Une meilleure séparation se fait par le solvant éther de pétrole-benzène-acide acétique (2:2:1) avec les plaques gel de silice avec plâtre (sil G-25 HR).

Après migration, les taches sont révélées par les révélateurs 1, 2, 3 et 4, c'est le révélateur 4 qui est retenu. Le solvant éther de pétrole-acétate d'éthyle (10:1) est retenu pour la séparation des antioxydants BHA et BHT.

Après migration, les taches sont révélées par les révélateurs 1, 2 et 3, c'est le révélateur 1 qui est retenu.

Les révélateurs :

1 = 2,6 dibromoquinone-4-chlorimide (réactif de Gibbs).
2 = Acide phosphomolybdique.
3 = Acide sulfanilique diazoté.
4 = 1,0% $FeCl_3$ dans l'éthanol.

Les R_F obtenus au cours de plusieurs chromatographies successives ont été suffisamment reproductibles pour qu'on puisse donner leurs valeurs moyennes. Les couleurs de certaines taches varient d'ailleurs après la révélation, parfois très rapidement, les couleurs constituent une aide pour l'identification. D'une façon générale, le chauffage des plaques accélère considérablement ces changements de couleur, mais il tend à assombrir les taches et à uniformiser plus ou moins leur aspect. Son effet est plutôt négatif. Les taches révélées sous l'action de la chaleur avec des dépôts de 2 µl apparaissent souvent à la température ambiante pour des dépôts de 20 µl. La nécessité du chauffage est donc due davantage à la faible abondance de ces constituants plutôt qu'à des difficultés de réaction lors de la révélation.

Dans les conditions de l'analyse la migration est d'autant plus importante que la chaîne est plus longue, conduisant aux R_F les plus élevés (dodécyle > octyle > propyle).

Dosage par densitométrie

A la suite de 3 essais, nous confirmons la reproductibilité de la droite d'étalonnage standard qui permettra de mesurer quantitativement les gallates (voir fig. 1 et tableau 2).

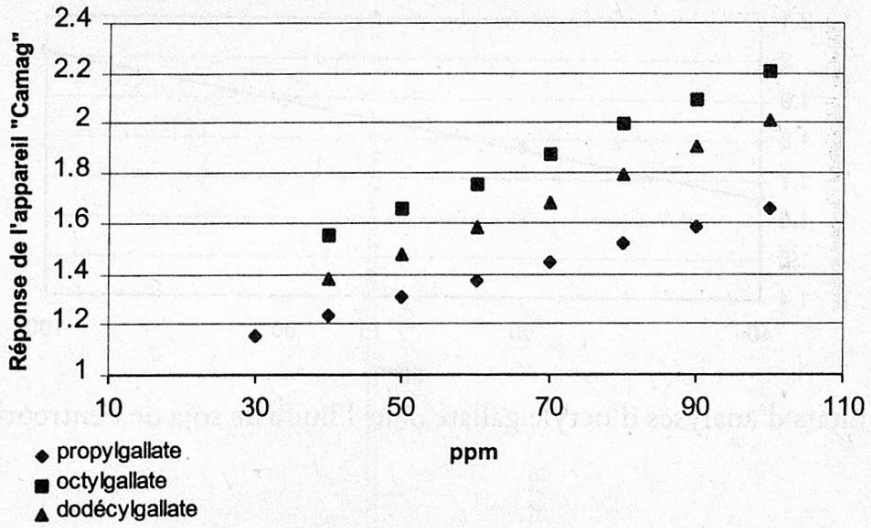


Fig. 1. Standard absolue des gallates

Il nous est donc possible d'analyser les gallates à différentes concentrations dans l'huile végétale.

Cependant, nous n'avons pas bien réussi à solubiliser l'antioxydant dans l'huile végétale vierge pour établir la droite.

Nous avons, alors, fait appel à l'entreprise «Florin» (54 Hofackerstrasse, 4132 Muttenz) pour nous fournir l'antioxydant à des concentrations bien connues dans l'huile (voir fig. 2 et tableau 3). Après avoir reporté les résultats d'analyse par densitométrie sur la droite d'étalonnage, nous pouvons certifier que la méthode par la densitométrie est une méthode fiable et parfaitement reproductible. L'évaluation quantitative par la densitométrie est avantageuse par sa simplicité et par son côut bas en comparaison avec les méthodes d'analyse comme le HPLC ou le GC.

Tableau 3. Valeurs données par le densitomètre «*camag*», à différentes concentrations de l'octyl de gallate dans l'huile de soja de l'entreprise «*Florin*»

	Octyle de gallate			
ppm	1er essai	2e essai	3e essai	moyenne
20	–	–	–	–
40	1,650	1,652	1,648	1,650
60	1,781	1,777	1,780	1,779
80	1,888	1,891	1,893	1,891
100	2,010	2,010	2,011	2,010

Analyse des gallates par HPLC

On obtient ainsi 3 pics bien séparés des trois antioxydants, propyle gallate, octyle gallate et dodécyle gallate de temps de rétention respectifs: t_R(PG) 1,672, t_R(OG) 2,081, t_R(DG) 3,030.

C'est résultats permettent d'identifier et de quantifier ces 3 antioxydants (fig. 3).

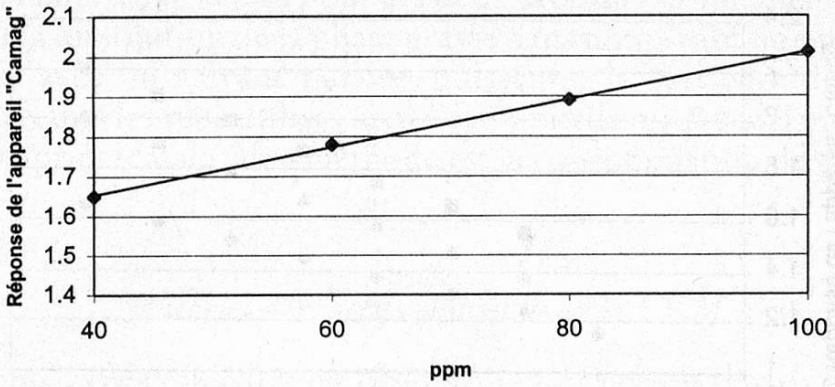


Fig. 2. Résultats d'analyses d'octyle gallate dans l'huile de soja de l'entreprise *«Florin»*

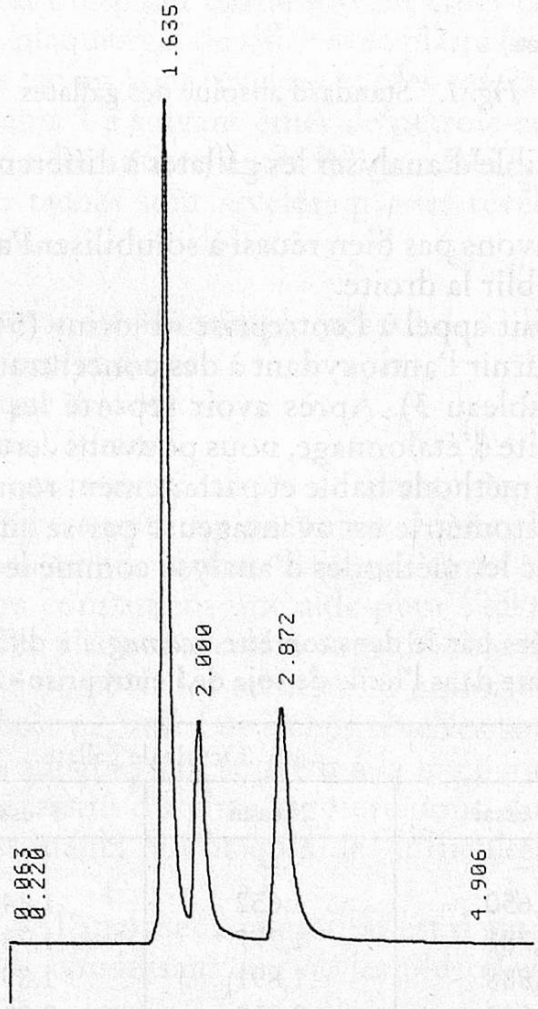


Fig. 3. Chromatogramme par HPLC d'une solution de 0,1 mg/l des gallates

Analyse des gallates par GC

On obtient ainsi 3 pics bien séparés des trois antioxydants, propyle gallate, octyle gallate et dodécyle gallate de temps de rétention respective: t_R(PG) 9,928, t_R(OG) 19,878, t_R(DG) 33,649.

Ces résultats permettent d'identifier et de quantifier ces 3 antioxydants (fig. 4).

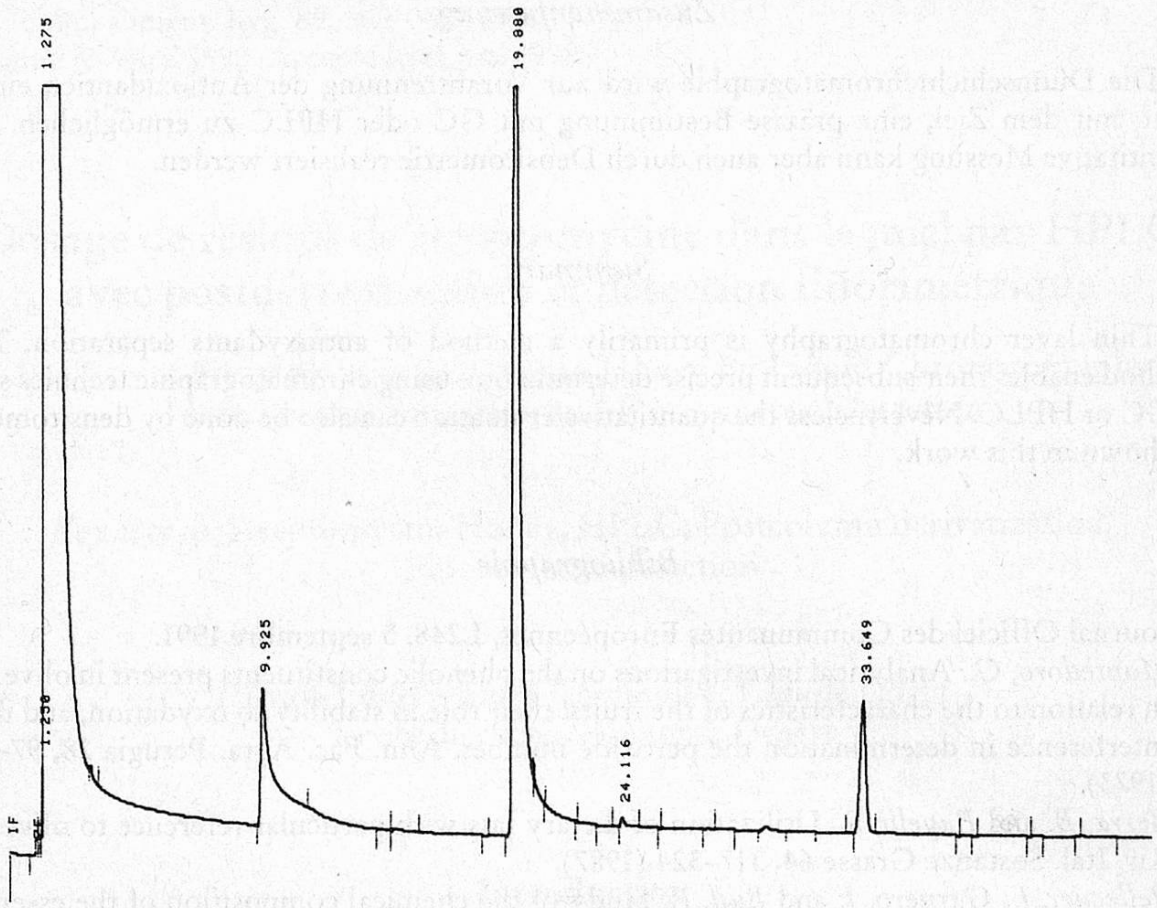


Fig. 4. Chromatogramme par GC d'une solution de 0,1 mg/l des gallates

Conclusion

La simplicité, le coût modique de la chromatographie sur couche mince, suivie par la densitométrie pour quantifier les gallates dans les huiles végétales et les beurres expliquent et justifient largement ce succès par rapport à d'autres méthodes (HPLC et GC). En effet, la densitométrie est une méthode d'analyse qui demande des moyens moins coûteux tels que les plaques gel de silice avec plâtre (sil G-25 HR) et le densitomètre «Camag». Cela peut éventuellement être très intéressant dans les pays en voie de développement pour effectuer des contrôles.

Résumé

La chromatographie sur couche mince est utilisée comme méthode de séparation des antioxydants dans le but de permettre un dosage précis ultérieur par des techniques chromatographiques comme GC ou HPLC. Néanmoins l'évaluation quantitative peut se faire par la densitométrie comme cela a été démontré dans ce travail.

Zusammenfassung

Die Dünnschichtchromatographie wird zur Vorabtrennung der Antioxidantien eingesetzt, mit dem Ziel, eine präzise Bestimmung mit GC oder HPLC zu ermöglichen. Die quantitative Messung kann aber auch durch Densitometrie realisiert werden.

Summary

Thin layer chromatography is primarily a method of antioxydants separation. This method enables their subsequent precise determination using chromatographic technics such as GC or HPLC. Nevertheless the quantitative evaluation can also be done by densitometry as shown in this work.

Bibliographie

1. Journal Officiel des Communautés Européennes, L248, 5 septembre 1991.
2. *Montedoro, G.:* Analytical investigations on the phenolic constituents present in olive oils in relation to the characteristics of the fruits, their role in stability to oxydation, and their interference in determination the peroxide number. Ann. Fac. Agra. Perugia **28,** 97–116 (1973).
3. *Berra, B.* and *Rapelli, S.:* Utilization of dietary fats with particular reference to olive oil. Riv. Ital. Sostanze Grasse **64,** 317–324 (1987).
4. *Pellecuer, J., Garnero, J.* and *Buil, P.:* Study of the chemical composition of the essential oil of satureia montana Linnaeus (Labiatae). Riv. Ital. EPSOS **63,** 344–349 (1981).
5. *Tiscornia, E.* and *Forina, M.:* Chemical composition of olive oil and its variations induced by refining. Riv. It. Sost. Grasse **59,** 519–556 (1982).
6. *Rannalli, A.:* Effects of grating on the yield of olive oil extracted by percolation-centrifugation system. Riv. Ital. Grasse **69,** 205–212 (1992); *Rannalli, A.:* Caratenoids in virgin oils. Ital. J. Food Sci. **4,** 53–57 (1992).
7. *Chimi, H., Sadik, A., Le Tutour, B.* et *Rahmani, M.:* Contribution à l'étude comparative des pouvoirs antioxydants dans l'huile d'olive du tyrosol de l'hydroxytyrosol, de l'acide caféique, de l'oléuropéine et du B.H.T. Rev. Franç. corp. gras **35,** 339–344 (1988).
8. *Papadopoulos, G.* and *Boskou, D.:* Composition of fatty acids at the 2-position of hydrogenated olive oil tryglycerides. J. Am. Oil Chem. Soc. **68,** 669–671 (1991).
9. *Stijve, T.* and *Diserens, J.M.:* Gas chromatographic of butylated hydroxytoluene (BHT), butylated hydroxyanisole (BHA), and tert-butylhydroquinone (TBHQ) in milk products. Dtsch. Lebensm.-Rundsch. **79,** 108–111 (1983).

Ramin Azodanlou
14, Avenue Nestlé
CH-1820 Montreux