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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 48 (1957)

Heft: 2

Artikel: Recherche par chromatographie sur papier de la vanilline et de l'éthylvanilline dans les denrées alimentaires

Autor: Deshusses, J. / Desbaumes, P.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-983767

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: 16.07.2025

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

MITTEILUNGEN
AUS DEM GEBIETE DER
LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE
VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN
Offizielles Organ der Schweizerischen Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE
ET D'HYGIÈNE
PUBLIÉS PAR LE SERVICE FÉDÉRAL DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE À BERNE
Organe officiel de la Société suisse de chimie analytique et appliquée

ABONNEMENT:
Schweiz Fr. 17.— per Jahrgang (Ausland Fr. 22.—) Preis einzelner Hefte Fr. 3.— (Ausland Fr. 4.—)
Suisse fr. 17.— par année (étranger fr. 22.—) Prix des fascicules fr. 3.— (étranger fr. 4.—)

BAND - VOL. 48 1957 HEFT - FASC. 2

Recherche par chromatographie sur papier de la vanilline et de l'éthylvanilline dans les denrées alimentaires

Par *J. Deshusses* et *P. Desbaumes*
(Laboratoire cantonal de chimie, Genève)

La chromatographie sur papier permet aujourd'hui de surmonter aisément les difficultés que le chimiste rencontrait autrefois lorsqu'il devait identifier l'éthylvanilline dans les produits vanillés ou vanillinés, difficultés qui rendaient l'identification peu sûre.

La chromatographie sur papier des extraits de vanille a d'abord été étudiée par *Gailey* [1]). Il proposa comme solvant l'isobutanol saturé par une solution d'ammoniaque 1,2-n et comme révélateur, la 2,4-dinitrophénylhydrazine.

D'autres solvants que l'isobutanol ont été utilisés notamment par *Ney* [2]), *Bergner* et *Sperlich* [3]) mais ils ne nous ont pas donné des résultats aussi satisfaisants que l'isobutanol.

En France, *Maurel* et *Lalement* [4]) on apporté un perfectionnement à la méthode de *Gailey* en soumettant d'abord l'extrait de vanille à une défécation au sous-acétate de plomb puis en séparant la coumarine et l'héliotropine de la vanilline et de l'éthylvanilline au moyen d'une solution diluée d'ammoniaque.

Maurel et *Lalement* ont obtenu les indices R_f suivants: vanilline 0,40, éthylvanilline 0,58, héliotropine 0,90. *Lagnau* [5]) en utilisant la technique des auteurs précités signale la présence d'un corps non identifié formant une tache intermédaire entre celles de la vanilline et l'éthylvanilline et d'un autre formant une tache entre celle de l'éthylvanilline et de l'héliotropine.

Mestres [6]) confirme les observations de *Lagnau* sur l'existence d'un corps dont le R_f est de 0,78; il pense que ce corps doit provenir des glucides de la vanilline attendu que le caramel donne une tache identique par son aspect et son R_f.

Il appartenait à *Stoll* et *Bouteville* [7]) de différencier sans anbiguïté le corps non identifié dont la tache se situe entre la vanilline et l'éthylvanilline grâce à l'emploi du sulfate d'hydrazine comme révélateur et à l'examen du chromatogramme exposé aux rayons ultra-violets. Enfin, *Chovin, Stoll* et *Bouteville* [8]) purent identifier avec la para-oxy-benzaldéhyde, le corps non signalé jusqu'ici dans la vanille naturelle.

Il nous a paru d'un grand intérêt d'appliquer la technique des chimistes français à l'analyse des produits vanillés vendus en Suisse.

Nous pouvons confirmer la valeur de cette méthode car aucune maison, suisse ou étrangère, ne nous a contesté les résultats de nos analyses lorsque nous avons trouvé de l'éthylvanilline dans les extraits de vanille qu'elle vendait en Suisse.

Identification de la vanilline et de l'éthylvanilline par chromatographie sur papier

Méthode. La méthode choisie est la chromatographie par voie ascendante.

Papier. Papier Whatmann no I. La feuille est roulée en cylindre selon la technique usuelle.

Solvant. Isobutanol puriss. Fluka saturé d'ammoniaque à 2 %.

Durée de l'expérience. Une nuit. L'expérience est arrêtée lorsque la hauteur du front du liquide est de 21 cm.

Révélateur. Solution de sulfate d'hydrazine à 1 % dans HCl-n.

Indice R_f. Les indices observés sont les suivants:

vanilline	0,26 ± 0,02
para-oxybenzaldéhyde	0,36 ± 0,03
éthylvanilline	0,41 ± 0,02
Isovanilline	0,60 ± 0,03
oxyméthylfurfural	0,77 ± 0,03
2,3-diméthoxybenzaldéhyde (aldéhyde vératrique)	0,83 ± 0,02

Les indices R_f que nous avons constatés pour la vanilline et l'éthylvanilline sont notablement plus bas que les R_f signalés par les auteurs français.

L'oxyméthylfurfural donne une tache jaune comme les autres aldéhydes mais la couleur tourne au brunâtre après un certain temps alors que celle des autres taches ne se modifie pas.

Mode opératoire

A 3 cm du bord inférieur de la feuille de papier filtre, déposer la solution alcoolique obtenue selon les méthodes décrites plus bas. La tache doit avoir au plus 5 mm de diamètre. A 3 cm de cette tache, déposer les solutions de référence: vanilline, éthylvanilline, p-oxybenzaldéhyde. Chaque tache ne doit pas contenir plus de 20 microgrammes de substance. Rouler la feuille en cylindre puis la mettre dans le solvant selon la technique habituelle. Après une nuit, retirer le cylindre de papier et le sécher à l'air. Pulvériser le révélateur sur la feuille de papier puis laisser sécher. Les aldéhydes forment des taches jaunes sur fond blanc. Examiner le chromatogramme exposé aux rayons ultra-violets. Noter la fluorescence des taches: celle de la para-oxybenzaldéhyde est caractéristique et permet de différencier nettement cette aldéhyde de la vanilline et de l'éthylvanilline.

Extraction de la vanilline et de l'éthylvanilline des denrées alimentaires

Principe de la méthode

La vanilline, l'éthylvanilline et les autres substances aromatiques sont extraites des denrées liquides préalablement privées d'alcool puis déféquées avec de l'acétate basique de plomb, par de l'éther.

La vanilline et l'éthylvanilline sont ensuite séparées de la solution éthérée par de l'ammoniaque à 2 %. Après acidification de la solution ammoniacale, les aldéhydes sont extraites par de l'éther, après évaporation du solvant, le résidu est repris par de l'alcool. La solution alcoolique est soumise à la chromatographie selon la méthode décrite ci-dessus.

Les denrées solides sont traitées d'abord par de l'alcool à 50 %. L'extrait privé d'alcool, puis déféqué avec du sous-acétate de plomb est soumis à une extraction à l'éther comme il est indiqué plus haut.

Réactifs

NaOH-n
Solution d'acétate basique de plomb Ph.H. V
Solution aqueuse saturée de phosphate monosodique
Solution d'ammoniaque à 2 %
Ether oxyde

1. Poudre de vanille

La poudre de vanille contenant normalement 2 % de vanilline, une prise de 1 à 2 g suffit pour l'analyse.

Peser 1 à 2 g de poudre, la faire macérer une demi-heure dans 20 ml d'alcool à 50°. Centrifuger. Recueillir le liquide dans une capsule de porcelaine, réduire de moitié le volume du liquide en chauffant la capsule sur un bain-marie. Après refroidissement, rétablir le volume primitif par addition d'eau, déféquer au moyen d'une quantité suffisante d'acétate basique de plomb, laisser au repos une demi-heure. Centrifuger puis décanter le liquide clair, éliminer l'excès de sels de plomb par addition de phosphate de sodium — centrifuger — décanter la solution claire dans un entonnoir à séparation. Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique dilué, puis un volume d'éther égal à la solution aqueuse. Secouer l'appareil; après repos, séparer l'éther, le verser dans un entonnoir à séparation, secouer l'éther avec 10 ml d'ammoniaque à 2 %. Laisser reposer, séparer la phase ammoniacale, la rendre acide par addition d'acide sulfurique dilué. Extraire la vanilline de la solution acide au moyen de 5 à 10 ml d'éther. Séparer l'éther, le verser dans un petit ballon à fond rond. Evaporer avec précaution l'éther. En principe, reprendre le résidu de l'évaporation de l'éther avec 2 à 3 ml d'alcool à 96°. Utiliser 10 mm^3 de la solution alcoolique pour l'analyse chromatographique.

Remarque. Les poudres de vanille importées en Suisse ne renferment que très rarement 2 % de vanilline. Il est donc prudent de dissoudre le résidu d'abord dans 1 ml d'alcool et de faire un essai en portant 10 mm^3 sur un papier filtre et en ajoutant sur la tache une gouttelette de la solution de sulfate d'hydrazine. Si la coloration obtenue est très forte, on peut alors ajouter 1 à 2 ml d'alcool.

2. Sucre vanillé

Ces produits contenant en général 0,2 à 0,3 g % de vanilline, il faut partir d'une prise de 2 à 5 g.

Peser 2 à 5 g de sucre vanillé, ajouter à la prise 20 ml d'alcool à 50 %. Laisser macérer 15 minutes puis centrifuger. Décanter le liquide clair dans une capsule de porcelaine, réduire le volume du liquide de moitié pour chasser l'alcool en chauffant la capsule sur un bain-marie. Laisser refroidir, rétablir le volume primitif avec de l'eau distillée, déféquer le liquide avec l'acétate basique de plomb. Poursuivre l'analyse comme dans le cas d'une poudre de vanille.

Finalement, dissoudre le résidu de la distillation de l'éther dans 0,05 à 0,1 ml d'alcool à 96°. Prendre 10 à 20 mm^3 pour la chromatographie.

3. Sucre vanilliné

Peser 0,5 g de sucre vanilliné; extraire la vanilline au moyen de 5 ml d'éther, séparer l'éther puis l'évaporer lentement. Dissoudre le résidu dans 5 ml d'alcool

à 96°. Utiliser au maximum 10 mm³ de cette solution alcoolique pour l'analyse chromatographique.

4. Poudre pour crème, pour pouding, pour glace

Peser 5 g de poudre. Ajouter à la prise 50 ml d'alcool à 50°. Laisser macérer une demi-heure environ. Centrifuger — décanter la solution et la déféquer au moyen de la solution d'acétate de plomb. Centrifuger, décanter la solution; éliminer l'excès de sel de plomb par le phosphate de sodium. Centrifuger, décanter la solution claire puis l'additionner de quelques gouttes d'acide sulfurique dilué. Poursuivre l'analyse comme dans le cas d'une poudre de vanille.

Finalement, dissoudre le résidu de l'évaporation de la solution éthérée dans 0,05 à 0,1 ml d'alcool; utiliser 10 à 20 mm³ de la solution pour l'analyse chromatographique.

5. Essence de vanille, essences artificielles de rhum, de kirsch, de cacao, de pistache, etc.

Ces liquides alcooliques contenant en général une forte quantité de vanilline, on peut, sans dififculté, chromatographier directement la solution après l'avoir diluée avec de l'alcool.

Diluer 1 ml d'essence dans 20 ml d'alcool à 96°. Utiliser 10 à 20 mm³ de la solution pour l'analyse chromatographique. Au cas où ces essences contiendraient des substances gênant par trop l'analyse chromatographique, utiliser la méthode suivante:

Ajouter 30 ml d'eau à 20 ml d'essence. Verser le liquide dans une capsule de porcelaine. La chauffer sur bain-marie de façon à réduire le volume de moitié. Laisser refroidir, rétablir le volume primitif par addition d'eau, déféquer la solution à l'aide de la solution d'acétate basique de plomb. Poursuivre l'analyse comme dans le cas d'une poudre de vanille.

6. Yoghourts

La quantité de vanilline que contiennent les yoghourts à la vanille est variable du fait qu'on utilise pour leur aromatisation soit des poudres de vanille, soit des sucres vanillés ou vanillinés. En conséquence, il est prudent de prendre 100 g au moins de yoghourt pour l'analyse dans le cas de yoghourts faiblement aromatisés.

Peser 100 g de yoghourt, ajouter 100 ml d'eau, homogénéiser la masse par brassage puis déféquer au moyen de la solution d'acétate basique de plomb. Centrifuger, séparer le liquide clair puis poursuivre l'analyse comme dans le cas d'une poudre de vanille.

Dissoudre finalement le résidu de l'évaporation de l'éther dans 0,05 à 0,1 ml d'alcool à 96°. Utiliser 10 mm³ à 20 mm³ de la solution alcoolique pour l'analyse chromatographique.

7. Glaces

Peser 100 g de glace, ajouter 50 ml d'eau, laisser fondre, homogénéiser la masse par brassage puis déféquer à l'aide de la solution d'acétate basique de plomb. Centrifuger, séparer le liquide clair et poursuivre l'analyse comme dans le cas de la poudre de vanille.

Finalement, dissoudre le résidu de l'évaporation de la solution éthérée dans 0,05 à 0,1 ml d'alcool à 96° et prendre 10 à 20 mm^3 de la solution alcoolique pour l'analyse chromatographique.

8. Purée de fruits (crème de marrons à la vanille)

A 50 g de purée, ajouter 50 ml d'alcool à 96°, homogénéiser la masse, laisser au repos une heure puis centrifuger. Verser le liquide alcoolique clair dans une capsule de porcelaine, la porter sur un bain-marie de façon à réduire le volume du liquide de moitié pour chasser l'alcool. Laisser refroidir, rétablir le volume primitif avec de l'eau, déféquer au moyen de la solution d'acétate basique de plomb. Centrifuger — décanter le liquide clair, poursuivre l'analyse comme dans le cas d'une poudre de vanille.

Finalement, dissoudre le résidu de l'évaporation de la solution éthérée dans 0,05 à 0,1 ml d'alcool à 96°, prendre 10 à 20 mm^3 de la solution alcoolique pour l'analyse chromatographique.

9. Chocolats

Faire dissoudre à chaud 50 g de chocolat dans 150 ml d'eau. Laisser refroidir puis déféquer au moyen de la solution d'acétate basique de plomb; centrifuger, séparer le liquide clair, éliminer l'excès de sel de plomb par addition de phosphate de sodium, centrifuger. Verser le liquide dans un entonnoir à séparation. Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique puis un volume d'éther égal à celui de la solution aqueuse. Secouer l'appareil. Après repos, recueillir la phase éthérée dans un entonnoir à séparation. Ajouter 5 ml d'une solution aqueuse saturée de bisulfite de sodium. Agiter l'appareil. Après repos, séparer la solution bisulfitique; à cette dernière, ajouter de l'acide sulfurique, chauffer légèrement la solution pour chasser l'anhydride sulfureux. Après refroidissement de la solution, extraire les aldéhydes au moyen d'un volume égal à celui de la solution acide. Séparer l'éther, le sécher au moyen de sulfate de sodium anhydre. Verser l'éther dans un petit ballon à fond rond, évaporer prudemment l'éther, dissoudre le résidu dans 0,05 ml d'alcool à 96°; utiliser 20 mm^3 de la solution alcoolique pour la chromatographie.

10. Jus de fruits, boissons non alcooliques additionnées d'un jus de fruit

Neutraliser 50 ml de liquide au moyen de soude caustique normale. Dans le cas des boissons gazéifiées, chasser au préalable le gaz carbonique par un léger chauffage sur bain-marie.

Déféquer le liquide au moyen de la solution d'acétate basique de plomb. Laisser au repos 1 heure. Centrifuger — séparer le liquide clair, éliminer l'excès de plomb par la quantité requise de solution de phosphate de sodium — centrifuger. Recueillir le liquide clair et poursuivre l'analyse comme dans le cas d'une poudre de vanille.

Finalement, le résidu obtenu par évaporation de la solution éthérée est dissous dans 0,1 ml d'alcool à 96°; prendre 10 à 20 mm^3 de cette solution pour la chromatographie.

11. Vins, vermouths, apéritifs

Verser 50 ml de liquide dans une capsule de porcelaine, chauffer de liquide sur un bain-marie de façon à réduire le volume de moitié. Laisser refroidir, rétablir le volume primitif avec de l'eau distillée.

Neutraliser avec de la soude caustique puis déféquer au moyen de la solution d'acétate basique de plomb. Centrifuger et séparer le liquide clair, éliminer l'excès de plomb par addition de phosphate de sodium. Centrifuger. Décanter le liquide clair dans un entonnoir à séparation, verser quelques gouttes d'acide sulfurique dilué. Agiter le liquide avec un volume égal d'éther. Séparer l'éther et poursuivre l'analyse comme dans le cas des poudres de vanille.

Finalement, dissoudre le résidu de l'évaporation à l'éther dans 0,1 ml d'alcool à 96°. Prendre 20 mm^3 de cette solution pour la chromatographie.

Remarque. En partant d'un volume plus considérable de vin (500 ml), nous avons trouvé de la vanilline et de la p-oxybenzaldéhyde dans tous les vins. La quantité de ces aldéhydes est cependant si faible que nous n'avons pu les caractériser pour le moment que par l'indice R_f et la fluorescence des taches sous les rayons ultra-violets.

La méthode d'extraction a été modifiée sur un point. Les aldéhydes ont été séparées de la solution éthérée au moyen de quelques ml d'une solution aqueuse saturée de bisulfite de sodium. Ce dernier réactif nous a paru présenter l'avantage d'entraîner moins d'impuretés avec les aldéhydes que l'ammoniaque. Après acidification de la solution bisulfitique avec l'acide sulfurique et léger chauffage pour chasser l'anhydride sulfureux, les aldéhydes ont été extraites de la solution au moyen d'éther.

12. Eaux-de-vie

Distiller 200 ml d'eau-de-vie dans un appareil muni d'une petite colonne de Vigreux. Arrêter la distillation après avoir obtenu 100 ml de distillat.

Dans le cas des eaux-de-vie ne contenant pas d'extrait (kirsch, etc.), séparer directement les corps aromatiques au moyen d'éther sans défécation préalable. Poursuivre l'analyse comme dans le cas des poudres de vanille.

Finalement, dissoudre le résidu de l'évaporation de la solution éthérée dans 0,1 ml d'alcool et utiliser 20 mm^3 pour la chromatographie; il est nécessaire parfois d'utiliser plus de 20 mm^3 de liquide pour obtenir une tache nette de vanilline.

Dans le cas des eaux-de-vie renfermant un fort extrait (rhum), il est préférable de séparer les aldéhydes de la solution éthérée au moyen d'une solution aqueuse concentrée de bisulfite.

Observations

Il n'est pas inutile, pensons-nous, de résumer les observations que nous avons faites au cours de ce travail, certaines d'entre elles ne manquant pas d'intérêt.

L'absence jusqu'ici d'une méthode propre à déceler la présence d'éthylvanilline a certainement favorisé la fraude consistant en une addition de cette aldéhyde à des produits déclarés «à la vanille pure», «à la vanille naturelle», etc. aussi nous n'avons pas été très surpris de constater que cette fraude n'était pas rare en Suisse.

Cependant, dans une foule de produits, nous n'avons jamais décelé l'éthylvanilline: poudres de vanille importées de France, sucres vanillinés de marques suisses, Tinctura vanillae Ph.H.V., prélevées dans les pharmacies.

En revanche, les «essences de vanille» de marques suisses ou étrangères, les sucres vanillés sont fréquemment additionnés d'éthylvanilline.

Dans un cas, l'analyse chromatographique d'un sucre vanillé de marque suisse, révélait l'absence presque complète de p-oxybenzaldéhyde alors qu'il contenait 1,12 % de vanilline. Nous en avons conclu que la poudre de vanille qui avait servi à la préparation de ce sucre vanillé, avait été fortement renforcée par de la vanilline, ce que l'enquête confirma, et qu'en conséquence, ce sucre ne pouvait porter la mention «à la vanille naturelle».

Tous les vermouths que nous avons analysés présentaient sur les chromatogrammes, les taches correspondantes à la vanilline et à la para-oxybenzaldéhyde. La vanille, en effet, entre dans la composition de plantes officinales utilisées pour la préparation des vermouths [9]).

Nous avons eu la curiosité de soumettre à l'analyse chromatographique d'autres plantes officinales entrant dans la composition des macérations destinées aux vermouths pour savoir si elles renfermaient de la vanilline.

Les plantes suivantes ne contiennent pas de vanilline: Rhizoma calami, Rhizoma zedoariae, Radix angelicae, Herba achilleae moschatae, Herba dictamni, Herba millefolii, Herba absinthii, Flos sambuci, Fructus coriandri Mogador.

En revanche, le Cortex cascarillae renferme de faibles traces de vanilline et de p-oxybenzaldéhyde.

Mach [10]) semble être le premier à signaler de la vanilline dans les graines de vigne. La présence de cette aldéhyde expliquerait selon *v. Babo* et *Mach* [11]) le goût de vanilline que présentent parfois certains vins rouges. Plus récemment, *Hennig* [12]) a isolé la vanilline des vins.

En partant de 500 ml de vin, nous avons trouvé chromatographiquement la vanilline dans tous les vins rouges et blancs que nous avons analysés: vins rouges espagnols et portugais, vins du Beaujolais, vin blanc genevois, fendant valaisan, Chasselas vaudois.

Tous ces vins, à côté de la vanilline, contenaient de la p-oxybenzaldéhyde, mais comme la quantité de ces 2 aldéhydes est extrêmement faible dans les vins, nous n'avons pu caractériser la p-oxybenzaldéhyde que par l'indice R_f de la tache formée et par sa fluorescence sous les rayons ultra-violets. Nous comptons reprendre ce problème pour mieux identifier la p-oxybenzaldéhyde.

Nous avons caractérisé chromatographiquement la vanilline et la p-oxybenzaldéhyde dans deux kirschs distillés dans le canton de Genève.

Nous avons trouvé également la vanilline dans les rhums mais comme cette eau-de-vie peut être additionnée d'un bonificateur, il ne nous est pas possible de déterminer si le rhum d'origine contient cette aldéhyde ou si elle est apportée par le bonificateur car les bonificateurs que nous avons examinés, de même que les essences artificielles de rhum, contenaient tous de la vanilline.

Résumé

1. La chromatographie sur papier permet de séparer sans erreur l'éthylvanilline de la vanilline et de la para-oxybenzaldéhyde en utilisant l'isobutanol saturé d'ammoniaque à 2 % comme solvant, et une solution de sulfate d'hydrazine à 1 % dans de l'acide chlorhydrique normal. Le chromatogramme est ensuite examiné sous les rayons ultra-violets.
2. Les auteurs décrivent une méthode pour extraire la vanilline, la para-oxybenzaldéhyde et l'éthylvanilline des denrées alimentaires (poudre de vanille, sucre vanillé, glaces, yoghourts, jus de fruits, sirops, purée de fruits, chocolats, vins, etc.).
3. Par chromatographie sur papier les auteurs ont non seulement caractérisé la vanilline, mais également la para-oxybenzaldéhyde dans tous les vins qu'ils ont analysés, de même que dans certains kirschs. La para-oxybenzaldéhyde semble donc accompagner fréquemment la vanilline dans les produits naturels.

Zusammenfassung

1. Mit Hilfe von Papierchromatographie lässt sich Aethylvanillin von Vanillin und p-Oxybenzaldehyd mit Sicherheit trennen. Als Laufmittel dient dabei ein mit 2%igem Ammoniak gesättigtes Isobutanol; zum Sichtbarmachen wird eine 1%ige Lösung von Hydrazinsulfat in Normal-Salzsäure verwendet. Die Prüfung des Chromatogramms erfolgt im Ultraviolettlicht.

2. Die Autoren geben eine Methode an, die ermöglicht, Vanillin, p-Oxybenzaldehyd und Aethylvanillin aus Lebensmitteln, wie Vanillepulver, Vanillezucker, Glace, Joghurt, Fruchtsäfte, Sirupe, Fruchtmark, Schokolade, Wein usw., zu extrahieren.
3. Es wurde in vielen Fällen neben Vanillin auch das Vorhandensein von p-Oxybenzaldehyd nachgewiesen, ganz speziell in allen untersuchten Weinen und in gewissen Kirschproben. Es scheint, dass p-Oxybenzaldehyd häufig als Begleitstoff von Vanillin in natürlichen Produkten auftritt.

Summary

The paper chromatographic separation of ethylvanilline from vanilline and p-hydroxybenzaldehyde is described. Isobutanol saturated with 2 % ammonia was the solvent. The spots were detected by spraying the paper with a solution of 1 % hydrazine sulphate in 1 N hydrochloric acid, followed by examination with ultraviolet radiation.

Description of a method for extracting vanilline, p-hydroxybenzaldehyde and ethylvanilline from various foodstuffs.

By means of these methods vanilline and p-hydroxybenzaldehyde were shown to be present in all the wine samples examined.

Bibliographie

1) *Gailey*, Chemist Analyst **39**, 59 (1950).
2) *Ney*, Deutsche Lebensmittel-Rundschau 1954, p. 254.
3) *Bergner* et *Sperlich*, Deutsche Lebensmittel-Rundschau 1951, p. 134.
4) *Maurel* et *Lalement*, Ann. Fals. **45**, 257 (1952).
5) *Lagnau*, Ann. Fals. **46**, 432 (1953).
6) *Mestres*, Ann. Fals. **47**, 82 (1954).
7) *Stoll* et *Bouteville*, Ann. Fals. **47**, 183 (1954).
8) *Chovin*, *Stoll* et *Bouteville*, Ann. Fals. **47**, 187 (1954).
9) *Valvassori*, Rivista Italiana Essenze, décembre 1954, p. 639.
10) *Mach*, cité par Wehmer: Die Pflanzenstoffe, t. **2**, p. 745 (1931).
11) *v. Babo* et *Mach*, Handbuch des Weinbaues und der Kellerwirtschaft, 4e éd. t. **2**, p. 23 (1910).
12) *Hennig*, cité par Jaulmes: Analyse des vins, p. 416 (1951).