

# Détermination du cis-anéthole par chromatographie en phase gazeuse

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

Objektyp: **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: **29.06.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982788>

## **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.

# Détermination du cis-anéthole par chromatographie en phase gazeuse

Dr E. Martin et Ch. Berner

Laboratoire cantonal de chimie, Genève

## 1. Introduction

Le cis- et le trans-anéthole se laissent facilement séparer et doser par chromatographie en phase gazeuse. Ainsi Y. R. Naves, P. Ardizio et C. Favre ont dosé le cis-anéthole et le trans-anéthole sur colonne C de Perkin Elmer à 180 ° C et débit d'hydrogène de 30 ml/minute (1). Une colonne de Reoplex 100 sur celite a également été utilisée (2). Il est possible aussi de doser le cis-anéthole dans un mélange des deux isomères par spectrométrie infra-rouge (3, 4). Cette dernière méthode ne permet cependant pas de doser avec précision des teneurs en cis-anéthole inférieures à 1 %. Il était intéressant pour nous de déterminer les conditions chromatographiques, d'étudier les interférences possibles avec des substances naturelles et de déterminer directement ou après séparation le cis-anéthole dans divers produits du commerce.

## 2. Principe

Les huiles essentielles et les anétholes ne nécessitent aucune séparation préalable. Ils sont simplement mis en solution dans du chloroforme. Les solutions ainsi préparées sont injectées dans le chromatographe. Les herbages sont extraits avec de l'iso-octane et l'extrait clair obtenu après filtration est chromatographié. Enfin les apéritifs anisés sont extraits avec du pentane et les extraits, après concentration, sont injectés dans le chromatographe.

## 3. Appareillage

3.1 Chromatographe Perkin Elmer 900 avec détecteur à ionisation de flamme et enregistreur Perkin Elmer 165. Les colonnes utilisées sont en acier et ont les caractéristiques suivantes:

Longueur: 2 m.

Diamètre:  $\frac{1}{8}$ ''.

Deux remplissages ont été testés:

— 2,5 % SE 52 sur chromosorb G.

— 7 % Carbowax 20 M sur chromosorb W 80/100.

Température d'utilisation des colonnes:

— SE 52: 100 ° C.

— Carbowax 20 M: 120 ° C.

Température de l'injecteur: 300 ° C.

Température du Manifold: 300 ° C.  
Gaz vecteur: N<sub>2</sub>, 30 ml/minute.

3.2 Evaporateur rotatif.

3.3 Entonnoirs à décanter de 250 ml.

#### 4. Réactifs

- Chloroforme Ph. Helv. V rectifié.
- Iso-octane pour spectroscopie Merck.
- Pentane-fraction purum rectifiée 34—37 ° C.

#### 5. Mode opératoire

- 5.1 Huiles essentielles et anétholes: 40 à 50 mg de produit à analyser sont dissous dans 20 ml de chloroforme et 1 µl de cette solution est injecté dans le chromatographe.
- 5.2 Herbes servant à la fabrication d'apéritifs anisés: 1 g de poudre est agité avec 10 ml d'iso-octane pendant 2 minutes dans un tube muni d'un bouchon vissé (type Sovirel). La suspension ainsi obtenue est filtrée sur papier. 1 µl du filtrat clair est injecté dans le chromatographe.
- 5.3 Apéritifs anisés: Transférer 10 ml d'apéritif dans un entonnoir à décanter de 250 ml. Ajouter 90 ml d'eau distillée et saturer le mélange ainsi obtenu avec du chlorure de sodium. Extraire à 3 reprises avec chaque fois 15 ml de pentane fraction. Les extraits pentaniques combinés sont concentrés à l'appareil rotatif. Le résidu est repris par 1 ml d'iso-octane. Injecter 1 µl de solution ainsi obtenue dans le chromatographe. La figure 1 représente le chromatogramme obtenu avec l'apéritif anisé I.

#### 6. Résultats - Commentaires

Les résultats sont exprimés en % de cis-anéthole dans le mélange des deux isomères. Ils sont calculés au moyen de la formule suivante:

$$\% \text{ cis-anéthole} = \frac{h_c T_c f_c \times 100}{h_c T_c f_c + h_t T_t f_t}$$

où h est la hauteur (en mm) d'un pic, T son temps de rétention (en minutes) et f le facteur d'atténuation correspondant. L'indice c caractérise l'isomère cis et l'indice t l'isomère trans.

Les résultats ont été rassemblés dans le tableau 1. L'examen de ces résultats fait ressortir que la teneur en cis-anéthole est généralement inférieure à 0,6 %.

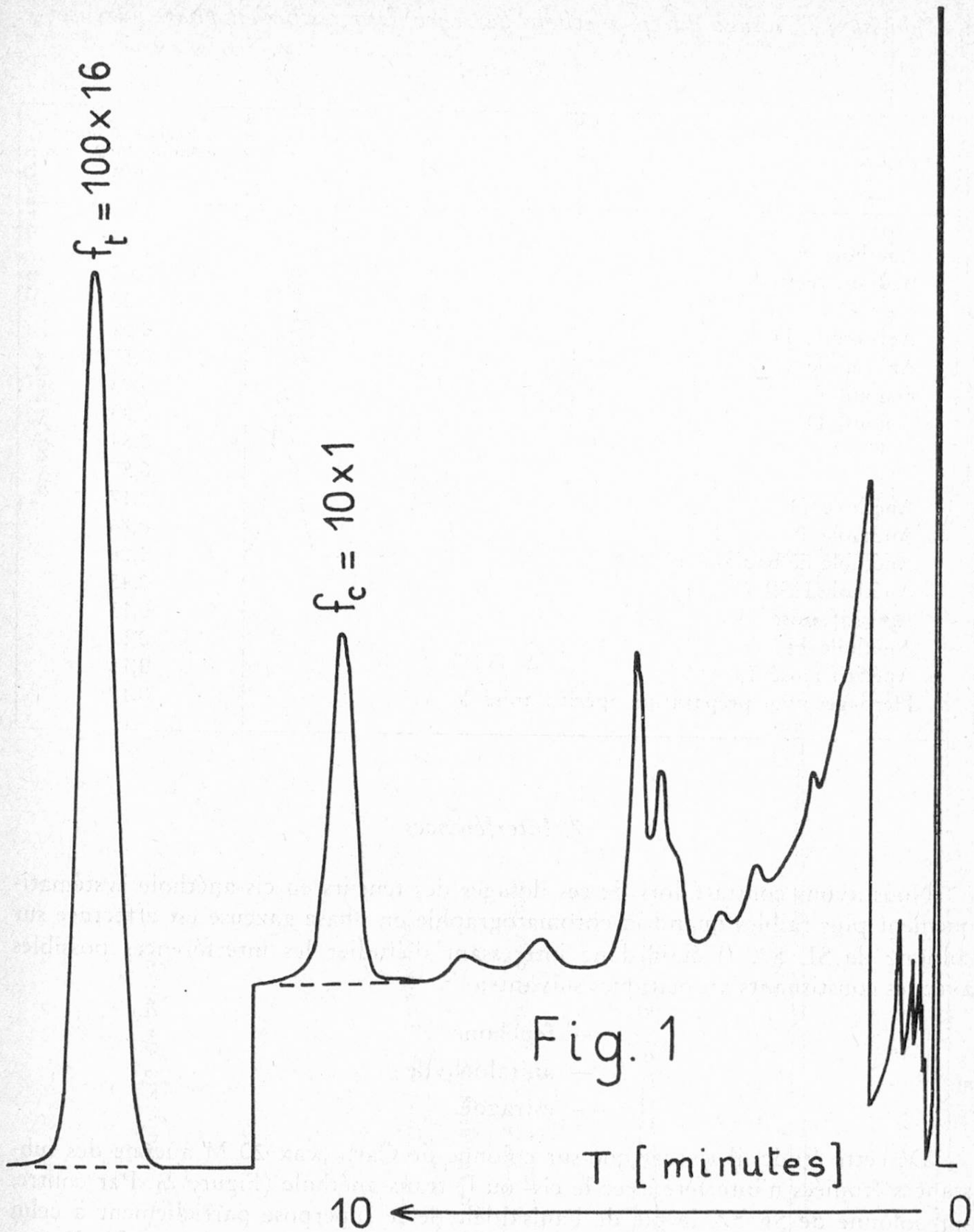


Tableau 1 Dosage du cis-anéthole par chromatographie en phase gazeuse

Résultats

Nature	% cis-anéthole colonne Carbowax 20 M
Anéthole A	0,13
Badiane rectifiée B	0,62
Anis C	0,20
Anis étoilé D	0,51
Anis étoilé C	0,57
Fenouil C	3,95
Fenouil D	0,83
	0,84
	0,87
Anéthole D	0,17
Anéthole E	0,76
Anéthole de badiane F	0,06
Anéthole USP G	0,45
Apéritif anisé H	0,15
Anéthole H	0,14
Apéritif anisé I	0,18
Herbages pour préparation apéritif anisé I	0,17

7. Interférences

Nous avons constaté lors de ces dosages des teneurs en cis-anéthole systématiquement plus faibles quand la chromatographie en phase gazeuse est effectuée sur colonne de SE 52. Il était donc intéressant d'étudier les interférences possibles avec les constituants aromatiques suivants:

- fenchone
- anisaldéhyde
- estragol.

De cette étude, il ressort que sur colonne de Carbowax 20 M aucune des substances étudiées n'interfère avec le cis- ou le trans-anéthole (Figure 2). Par contre, sur colonne de SE 52, le pic de l'anisaldéhyde se superpose partiellement à celui du trans-anéthole (Figure 3). Il en résulte pour la teneur en cis-anéthole une valeur d'autant plus faible que la teneur en anisaldéhyde est plus élevée. Etant donné que l'anisaldéhyde est présente dans les huiles essentielles de fenouil et d'anis ainsi que dans l'anéthole de synthèse (5), nous préférons effectuer la chromatographie en phase gazeuse sur colonne de Carbowax 20 M.

T<sub>anisaldéhyde</sub> : 36,1 minutes

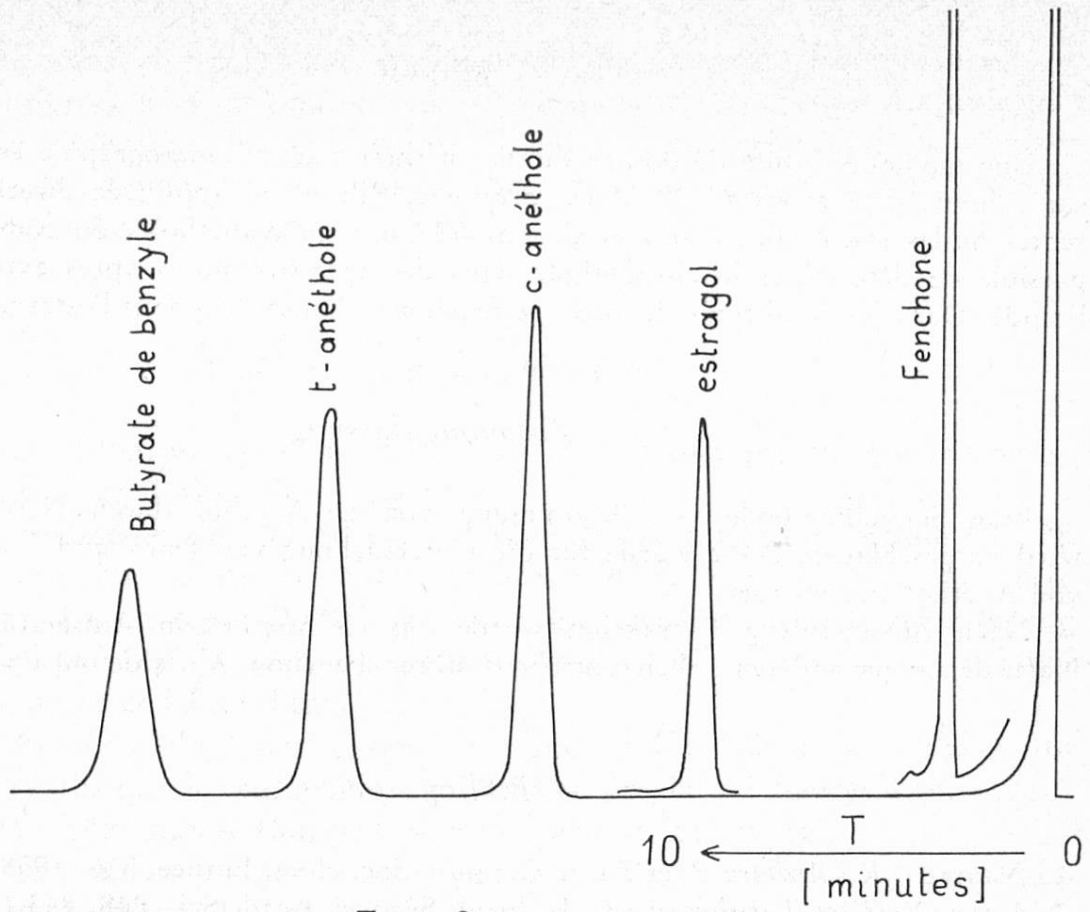


Fig. 2

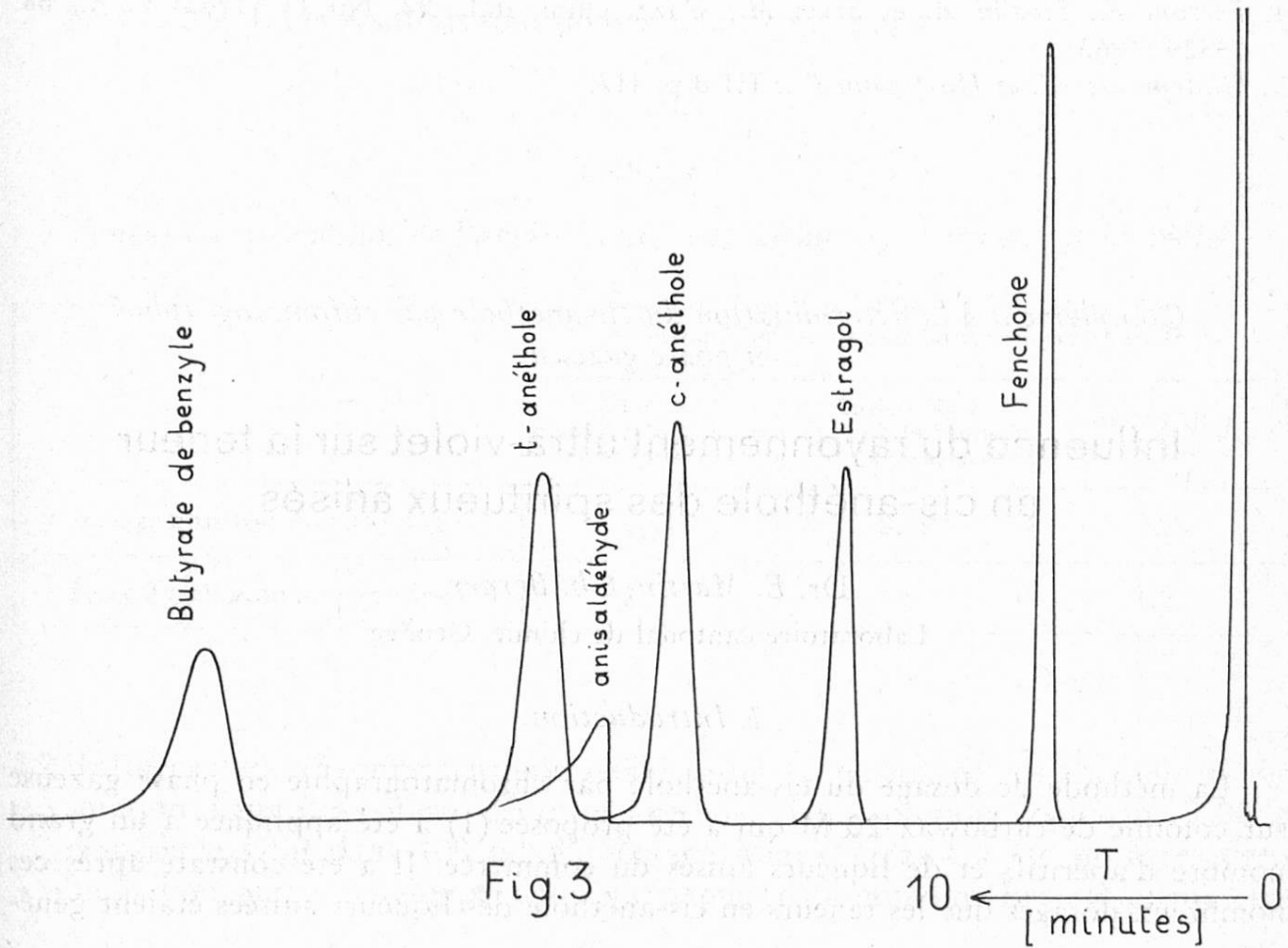


Fig. 3

## Résumé

Une méthode rapide de dosage du cis-anéthole par chromatographie en phase gazeuse sur colonne de Carbowax 20 M est proposée. Elle a été appliquée directement à différentes huiles essentielles d'anis et de fenouil ainsi qu'à anétholes du commerce. Il a été possible de déterminer le cis-anéthole dans des apéritifs anisés après extraction liquide-liquide. Dans les conditions décrites, la fenchone, l'anisaldéhyde et l'estragol ne gênent pas.

## Zusammenfassung

Eine Schnellmethode zur Bestimmung von cis-Anethol durch Gaschromatographie wird vorgeschlagen. Diese wurde für die Untersuchung von Anis- und Fenchelölen, sowie von Anethol angewendet.

Nach flüssig-flüssig Extraktion wurde das cis-Anethol in Anisgetränken bestimmt. Nach der angewendeten Arbeitsvorschrift stören Fenchon, Anisaldehyd und Estragol nicht.

## Bibliographie

1. Naves Y. R., Ardizio P. et Favre C.: Bull. Soc. chim. France, 566 (1958).
2. Naves Y. R. et Tucakov J.: C. R. hebdomadaire des Séances Acad. Sci., **248**, 843 (1959).
3. Naves Y. R.: Helv. chim. Acta, **43**, 230 (1960).
4. Ferroni E., Ficalbi A. et Secci M.: Gazz. chim. ital., **92**, No 11 (1962) C. A., **58**, 13829 (1963).
5. Gildemeister E. et Hoffmann Fr.: III d p. 417.

### *Complément à la détermination du cis-anéthole par chromatographie en phase gazeuse*

## Influence du rayonnement ultra-violet sur la teneur en cis-anéthole des spiritueux anisés

Dr. E. Martin, Ch. Berner  
Laboratoire cantonal de chimie, Genève

### *1. Introduction*

La méthode de dosage du cis-anéthole par chromatographie en phase gazeuse sur colonne de carbowax 20 M qui a été proposée (1) a été appliquée à un grand nombre d'apéritifs et de liqueurs anisés du commerce. Il a été constaté après ces nombreux dosages que les teneurs en cis-anéthole des liqueurs anisées étaient géné-