

Influence des conditions de stockage sur la teneur en cis-anéthole des sucreries anisées

Autor(en): **Beaud, P. / Ramuz, A.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **66 (1975)**

Heft 3

PDF erstellt am: **09.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982679>

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.

Influence des conditions de stockage sur la teneur en cis-anéthole des sucreries anisées

P. Beaud et A. Ramuz
Laboratoire cantonal, Lausanne

Introduction

Selon certains auteurs, le cis-anéthole présente une toxicité non négligeable. Alors que la teneur en cis-anéthole des huiles essentielles d'anis est relativement faible, elle peut être beaucoup plus élevée dans l'anéthole de synthèse. D'autre part, l'isomérisation du trans-anéthole en cis-anéthole sous l'action d'un rayonnement ultra-violet est un phénomène connu mais son importance est sous-estimée dans de nombreux cas. Les travaux de *E. Martin* et *Ch. Berner* (1) ont montré que ce phénomène a lieu naturellement dans les apéritifs anisés. Cependant, l'utilisation de bouteilles en verre coloré (brun ou vert) offre une protection suffisante contre les rayons ultra-violets.

Après la découverte, dans des sucreries, d'anéthole dont 2,7% étaient sous la forme cis, il nous est apparu intéressant d'étudier l'influence du rayonnement ultra-violet sur cette classe de denrées alimentaires très prisées par les enfants. De nombreuses sortes de sucreries ou chewing gums à la menthe contiennent également de l'anéthole afin d'en augmenter le pouvoir rafraîchissant.

Nous avons choisi pour nos expérimentations des dragées à la menthe contenant 290 ppm d'anéthole. Ces dragées sont conditionnées dans des boîtes incolores et transparentes en polystyrène. Si on se réfère à la publication de *M. Milone* et *L. Stagliano* (2), le polystyrène n'absorbe que très partiellement le rayonnement de longueur d'onde supérieure à 270 nanomètres.

Conditions analytiques

Nous avons renoncé à la méthode trop peu sensible du dosage du cis-anéthole par spectroscopie infra-rouge. L'isomère cis présente des vibrations caractéristiques à 930, 731 et 691 cm^{-1} .

E. Martin et *Ch. Berner* (3) ont proposé une méthode de dosage du cis-anéthole par chromatographie en phase gazeuse. Cette méthode, adaptée à l'analyse des huiles essentielles de fenouil et d'anis, ne peut être utilisée dans notre cas sans quelques modifications. Sur une colonne remplie de Carbowax 20-M, on obtiendrait une superposition des pics de la carvone (présente dans l'huile essentielle de menthe) et du cis-anéthole.

Réactifs

- a) Anéthole — 1-méthoxy-4-propénylbenzène (Fluka), USP XVI, purum.
b) n-Pentane — (Fluka), purum $\geq 99\%$ (GC), distillé.
c) n-Hexane — (Merck), pour analyse $\geq 99\%$, distillé.
d) n-Tridécane — (Fluka), puriss 99,8%.
e) n-Tétradécane — (Fluka), puriss $\geq 99\%$.
f) Sulfate de sodium anhydre — (Merck), pour analyse, calciné à 600°C.
g) cis-Anéthole — préparé par irradiation UV d'une solution de 10 mg d'anéthole par ml de n-hexane.
h) Standard interne — solution de 20 mg de n-tridécane et 20 mg de n-tétradécane par ml de n-hexane.

Appareils

- a) Chromatographe en phase gazeuse Carlo-Erba, modèle GI-450, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme et d'un injecteur avec splitter.
Colonne capillaire en verre Ucon HB-5100, 20 mètres diamètre interne 0,32 mm.

Conditions opératoires:

gaz porteur: 1,1 ml hélium/minute

températures: colonne, de 95 à 120°, 0,5°/minute

injecteur, 200°

détecteur, 200°

- b) Intégrateur digital Infotronics CRS-204.

Extraction

Vingt grammes d'échantillon sont pesés dans un ballon contenant 250 ml d'eau et 10 μ l de solution de standard interne sont ajoutés à l'aide d'une seringue. Le ballon est surmonté d'un extracteur prévu pour l'extraction par un solvant de densité supérieure à 1 contenant 50 ml de n-pentane. La solution est extraite pendant 8 heures à l'obscurité.

La phase organique, séchée à travers une colonne de sulfate de sodium, est concentrée à 0,2 ml sur un bain-marie. Un μ l de l'extrait est injecté dans le chromatographe (rapport du splitter, 1 : 20).

Le cis-anéthole et le trans-anéthole sont identifiés par leurs temps de rétention relatifs au n-tridécane et au n-tétradécane, soit:

cis-anéthole:	$T_{r/13} = 2,95$	$T_{r/14} = 1,85$
trans-anéthole:	$T_{r/13} = 3,60$	$T_{r/14} = 2,25$

La surface des pics des deux isomères, obtenue par intégration, permet le calcul du pourcentage d'isomère cis dans l'anéthole total.

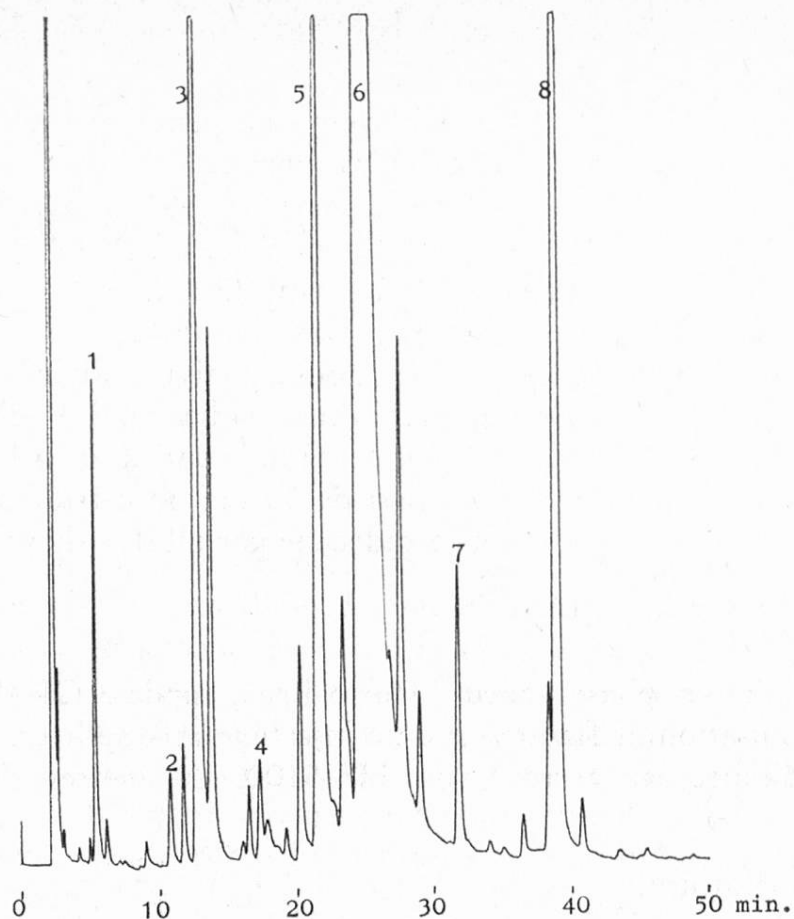


Fig. 1. Chromatogramme d'un extrait des dragées sur colonne capillaire Ucon HB-5100.

1	Limonène/ Eucalyptol	4	n-Tétradécane	7	cis-anéthole
2	n-Tridécane	5	Acétate de menthyle	8	trans-anéthole
3	Menthone	6	Menthol		

Résultats

1. Toutes les déterminations ont été effectuées sur des emballages d'origine fabriqués 15 jours auparavant et conservés à l'obscurité. La teneur en isomère cis de l'anéthole de ces dragées est de 0,33%. Un échantillon de référence a été conservé pendant 150 jours à l'obscurité. La teneur en cis-anéthole n'avait pas augmenté, soit: 0,33%*.

Différentes conditions de stockage susceptibles d'être rencontrées dans la pratique ont été simulées en laboratoire. Pour cela, nous avons exposé des échantillons à des éclairages naturels ou artificiels pendant des périodes comprises entre 30 jours et 150 jours.

Cas A: 5 échantillons ont été placés au fond d'un local dont l'éclairage principal est assuré par des tubes néon avec un faible apport en lumière naturelle.

* Parallèlement nous avons vérifié la qualité de l'anéthole (extrait de l'anis étoilé) utilisé pour la confection de ces dragées à la menthe. Il contenait 0,30% de cis-anéthole.

Cas B: 5 échantillons ont été placés directement derrière une fenêtre. Aucune précaution n'a été prise pour stopper les rayons solaires.

Cas C: 3 échantillons ont été placés en plein air, sans protection contre les rayons solaires.

Remarque: A titre de comparaison, nous avons exposé un échantillon pendant 10 heures au rayonnement intense d'une lampe UV sans filtres. Après ce traitement, l'anéthole renfermait 5,4% d'isomère cis.

Le pourcentage de cis-anéthole a été déterminé selon la méthode décrite ci-dessus.

Tableau 1

Variation du pourcentage de cis-anéthole dans l'anéthole total en fonction de la durée d'exposition

Temps d'exposition (jours)	Cas A	Cas B	Cas C
0	0,33	0,33	0,33
30	0,34	1,0	5,2
60	0,34	4,1	—
90	0,41	5,1	10,9
120	0,43	5,4	—
150	0,70	6,2	13,8

2. Il était intéressant d'examiner l'influence du matériel d'emballage sur des dragées enveloppées dans un papier d'aluminium plastifié coloré (acétate de cellulose). Ce papier est couramment utilisé pour l'emballage des chewing gums.

Un seul cas a été étudié, celui d'échantillons exposés en plein air (cas C).

Tableau 2

Teneur en cis-anéthole des dragées enveloppées dans du papier d'aluminium plastifié

Temps d'exposition (jours)	% cis-anéthole
0	0,33
60	0,33
150	0,34

Conclusions

Dans nos expérimentations, nous n'avons pas tenu compte des conditions météorologiques, soit principalement les rapports entre les heures d'obscurité,

d'ensoleillement et de ciel nuageux. De ce fait, vu la grande variation de ces conditions dans la région lémanique, il est impossible de tirer une relation précise entre l'augmentation du cis-anéthole et la durée d'exposition.

Néanmoins nous avons réussi à démontrer en simulant des cas réels d'exposition que:

1. L'isomérisation du trans-anéthole en cis-anéthole n'est pas qu'une réaction en solution. Elle a lieu dans des cas réels, dans des substrats aussi complexes que certaines denrées alimentaires solides (sucrieries).
2. La teneur en cis-anéthole dépend fortement des conditions de stockage après la fabrication.
3. La nature de l'emballage est très importante. Il est indispensable de stocker les denrées anisées dans des emballages opaques afin d'éviter la formation de l'isomère toxique cis-anéthole.

Remerciement

Nous adressons tous nos remerciements à Monsieur Dr. *Luigi Stagliano* pour les précieux renseignements qu'il a bien voulu nous transmettre.

Résumé

L'influence du rayonnement UV sur la réaction d'isomérisation trans-cis-anéthole a été étudiée dans des sucrieries anisées. L'importance du phénomène dépend essentiellement du type d'emballage utilisé. Il est indispensable que celui-ci absorbe le rayonnement UV pour la conservation de telles denrées.

Zusammenfassung

Der UV-Lichteinfluß auf die Isomerisationsreaktion von trans- in cis-Anethol wurde in anisierten Zuckerwaren geprüft. Der Ablauf dieser Reaktion hängt hauptsächlich von der gebrauchten Verpackungsart ab. Für die Haltbarkeit dieser Lebensmittel ist es absolut notwendig, daß die Verpackung das UV-Licht absorbiert.

Summary

The effect of UV light on the isomerisation of trans- in cis-anethole was studied in anise flavoured candies. The importance of this phenomenon depends essentially on the type of packing used. It is necessary that this latter absorbs the UV light to preserve such food products.

Bibliographie

1. *Martin, E. et Berner, Ch.*: Influence du rayonnement ultraviolet sur la teneur en cis-anéthole des spiritueux anisés. *Trav. chim. aliment. hyg.* **63**, 132—135 (1972).

2. *Milone, M. et Stagliano, L.:* Possibilité de dosage par absorption dans l'ultraviolet d'un monomère dans un polymérisat. *Chim. anal.* **33** (11 bis), (1951).
3. *Martin, E. et Berner, Ch.:* Détermination du cis-anéthole par chromatographie en phase gazeuse. *Trav. chim. aliment. hyg.* **63**, 127—132 (1972).

Pierre Beaud
Dr. Aimé Ramuz
Laboratoire cantonal
Rue Dr-César-Roux 19
CH-1005 Lausanne