

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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 56 (1965)

Heft: 1

Artikel: Dosage du Maltol (méthyl-2-hydroxy-3-pyrone) par chromatographie en phase gazeuse

Autor: Vogel, J. / Deshusses, J.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982187>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. 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. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

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. [Voir Informations légales.](#)

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. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 02.04.2025

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

Dosage du Maltol (méthyl-2-hydroxy-3-pyrone) par chromatographie en phase gazeuse

Par *J. Vogel* et *J. Desbusses*

Laboratoire cantonal de chimie-Genève

Il y a bien des années déjà que l'industrie chimique propose l'emploi du maltol pour stabiliser les arômes utilisés en chocolaterie, en confiserie et biscuiterie, pour «améliorer» la bière et favoriser le bouquetage des vins liquoreux, mais ce n'est que récemment que le Service fédéral de l'hygiène publique a admis l'addition de maltol dans certains types de denrées, dans les poudres pour poudings, crèmes et glaces qui ne sont pas dénommées d'après un fruit ou dans les poudres dites à l'arôme d'un fruit (article 163, alinéa 2 ODA) à raison de 200 mg au plus par kilo, dans certaines liqueurs à l'arôme d'un fruit (article 401, alinéa 8 ODA) à raison de 200 mg au plus par litre et dans certaines boissons lactées auxquelles on peut ajouter 40 mg de maltol par litre.

Dès lors, il nous a paru indispensable de proposer une méthode d'identification et de dosage du maltol plus rapide et plus sensible que celle qui est basée sur la colorimétrie (1). La chromatographie en phase gazeuse que nous avons choisie permet du même coup une identification et un dosage du maltol.

Principe de la méthode

Le maltol est extrait des denrées liquides non grasses au moyen de chloroforme. Le chloroforme, séparé de la phase aqueuse, est évaporé dans le vide. Le résidu est dissous dans 2 ml de chloroforme, 2 microlitres de cette solution sont injectés dans l'appareil. Le dosage se fait en ajoutant à la solution chloroformique un volume déterminé d'une solution étalon de maltol. L'augmentation de la surface du pic obtenu sur le deuxième chromatogramme permet de calculer la quantité de maltol contenue primitivement dans la solution.

Pour les biscuits, l'extraction du maltol se fait par secouage du biscuit réduit en poudre avec de l'acétonitrile. Pour les produits riches en graisse (caramels, toffee etc.) le produit est dissous dans l'eau puis la solution est secouée en présence de nitrométhane.

Après séparation de l'acétonitrile ou du nitrométhane le solvant est évaporé dans le vide et le résidu est repris par 2 ml de chloroforme.

A) Chromatographie

Appareil

Aerograph Hy-Fl modèle 600 c muni d'un détecteur à ionisation de flamme

Colonne	15 % DEGS 3 % PO ₄ H ₃ sur chromosorb 100/120 mesh
Dimensions de la colonne	∅ 1/8 inch, longueur 5 ft
Température	195 °
Gaz porteur	Azote
Débit du gaz	25 ml/minute
Volume du liquide injecté	2 microlitres

Dans les conditions fixées, le maltol présente un temps de rétention de 5,5 minutes.

B) Dosage du maltol dans les denrées alimentaires

Appareils et réactifs

Appareil «Mixer» à couteaux
Perforateur pour solvant plus lourd que l'eau
Appareil mécanique de secouage
Centrifugeuse
Evaporateur rotatif dans le vide
Chloroforme
Acétonitrile
Nitrométhane
Solution étalon de maltol: 1 mg/ml dans le chloroforme et 10 mg/ml dans le chloroforme

Mode opératoire

a) Produits non gras, aqueux ou solubles dans l'eau

La méthode est applicable aux produits tels que bières, sirops, poudres pour flans et glaces, extraits de café solubles etc.

Introduire dans un perforateur contenant un peu de chloroforme rectifié 100 ml du produit à analyser ou 100 ml de solution aqueuse contenant 5 g de produit. Adapter au perforateur un ballon rodé de 250 ml contenant deux billes de verre et environ 100 ml de chloroforme.

Extraire durant 3 heures en portant le chloroforme à ébullition assez vive.

Laisser refroidir. Receuillir le chloroforme dans un Erlenmeyer et sécher en laissant en contact quelques minutes avec un peu de sulfate de sodium anhydre. Filtrer la solution chloroformique dans le ballon rodé de 250 ml. Laver le sulfate

de sodium avec un peu de chloroforme rectifié et ajouter le chloroforme de lavage au filtrat. Evaporer le chloroforme sous le vide en adaptant le ballon à un évaporateur rotatif. Reprendre le résidu par 2 ml chloroforme rectifié. La solution ainsi obtenue est analysée par chromatographie en phase gazeuse dans les conditions précédemment données.

b) Produits secs non solubles

La méthode est applicable aux produits tels que biscuits, biscottes etc. Pulvériser finement le produit à l'aide d'un «mixer» à couteaux. Prélever 5 g de poudre et les introduire dans un flacon rodé à large col de 250 ml. Introduire 50 ml d'acétonitrile rectifié dans le flacon. L'acétonitrile dissout bien le maltol et peu les matières grasses. Placer le flacon sur un appareil secoueur et agiter durant 10 minutes environ. Répéter encore deux fois cette opération. Introduire les extraits, en les filtrant, dans un ballon rodé de 250 ml, ajouter 2 billes de verre puis évaporer le solvant sous le vide en adaptant le ballon à un évaporateur rotatif. Reprendre le résidu par 2 ml de chloroforme rectifié. Effectuer la chromatographie gazeuse sur cette solution.

c) Produits riches en graisse dont la consistance ne permet pas la pulvérisation

La méthode est applicable aux produits tels que caramels, toffee, chocolats. Dissoudre 5 g du produit dans le moins d'eau possible. Introduire la solution dans une ampoule à décanter de 100 ml. Ajouter 25 ml de nitrométhane et agiter énergiquement durant 2 minutes. Il se forme une émulsion tenace ne se séparant plus par décantation. Laisser couler le contenu de l'ampoule dans un tube à centrifuger et centrifuger durant 5 minutes pour séparer les phases. Réintroduire avec précaution le contenu du tube dans l'ampoule à décanter. Laisser couler le solvant organique dans un Erlenmeyer. Introduire dans l'ampoule une nouvelle portion de 25 ml de nitrométhane et répéter l'extraction en centrifugeant ensuite à l'aide du même tube que précédemment. Refaire une troisième extraction dans les mêmes conditions. Les extraits réunis dans l'Erlenmeyer sont séchés en laissant quelques minutes en contact avec un peu de sulfate de sodium anhydre. Filtrer ensuite dans un ballon rodé de 250 ml. Ajouter deux billes de verre et évaporer le solvant sous vide en adaptant le ballon à un évaporateur rotatif. Reprendre le résidu par 2 ml de chloroforme rectifié. Effectuer la chromatographie gazeuse sur cette solution.

Etalonnage et dosage

Pour une quantité injectée de 1 μ g de maltol, on obtient, à sensibilité 10 et atténuation 8, un pic d'une surface de 7,04 cm².

La quantité de maltol présente dans l'échantillon peut être calculée par rapport à un tel étalonnage.

Cependant, il est préférable d'opérer de la manière suivante: après avoir fait une première injection et obtenu un premier chromatogramme, ajouter à 1 ml de la solution chloroformique une quantité connue de maltol sous forme de solution étalon à 1 ou 10 mg/ml suivant la quantité présente estimée d'après le premier chromatogramme. L'augmentation de la surface du pic obtenu sur le second chromatogramme lors de la deuxième injection, compte tenu de l'augmentation de volume due à l'introduction de la solution étalon permet de calculer la quantité de maltol présente dans l'échantillon à analyser (étalonnage interne). Appliquer pour cela la formule suivante:

$$X = \frac{E \cdot S_1}{(I + V) S_2 - S_1}$$

S_1 = surface du pic du maltol obtenu sur le premier chromatogramme.

S_2 = surface du pic du maltol après étalonnage interne.

E = mg de maltol étalon ajouté dans 1 ml de solution à analyser.

V = volume de solution étalon ajoutée dans 1 ml de solution à analyser.

X = quantité de maltol présente dans 1 ml de solution à analyser (en mg).

Résultats

Denrées contenant naturellement du maltol

	Maltol mg/kg
Café de malt en poudre K	292
Succédané de café soluble à base de céréales I P	108
Biscuits au malt	19,7
Chocolat au malt	3,3

Bières

	Maltol mg/l
Brune (Suisse)	3,4
Brune (Suisse)	2,6
Blonde (Suisse)	traces non dosables
Blonde (Suisse)	0,57
Blonde en boîte métallique (Suisse)	traces non dosables
Blonde en boîte métallique (Suisse)	traces non dosables
Blonde en boîte métallique (Allemagne)	traces non dosables
Blonde en boîte métallique (Alsace)	traces (=0,4)
Blonde sans alcool (Suisse)	0
Blonde sans alcool (Suisse)	0
Brune sans alcool (Suisse)	1,25

Denrées diverses

	Maltol mg/kg
Caramels, arôme vanille	0
Toffee	0
Gelée pour entremets, arôme cassis (Angleterre)	0
Gelée pour entremets, arôme fraise (Angleterre)	0
Sirop de cassis	0
Sirop de framboise	traces (0,4)

Résumé

Nous avons mis au point une méthode de dosage du maltol dans différents produits alimentaires par chromatographie en phase gazeuse. La méthode consiste à séparer le maltol par extraction selon des techniques et à l'aide de solvants différents selon la nature du produit à examiner. L'extrait obtenu est soumis à une chromatographie en phase gazeuse dans les conditions précisées dans le mémoire. Exception faite d'un café de malt, les quantités de maltol trouvées dans différentes catégories de produits alimentaires ont toujours été très inférieures à 200 mg/kg ou nulles.

Bibliographie

1. *Th. Merl*: Z. U. L. **60**, p. 216 (1930).
P. A. Durieux: Ind. Alim. et agric. 1954, p. 847; 1956, p. 259.

Zusammenfassung

Es wird eine gas-chromatographische Methode zur Bestimmung des Maltols in verschiedenen Lebensmitteln beschrieben. Das Maltol wird je nach Art des zu prüfenden Produktes mit verschiedenen Lösungsmitteln extrahiert. Der Extrakt wird hierauf unter genau festgelegten Bedingungen einer gaschromatographischen Analyse unterzogen. Abgesehen von einem Malzkaffee, waren die Mengen an Maltol, welche in verschiedenen Lebensmittelkategorien gefunden wurden, stets bedeutend kleiner als 200 mg/kg oder gleich null.

Summary

Description of a method for the determination of maltol by gas chromatography. The maltol is extracted from the foodstuff with a solvent, the solution is evaporated to dryness in vacuo, the extract, dissolved in small quantity of solvent and a part of this solution is then chromatographed (gas chromatography). The solvent used for the extraction varies according to the food examined.

With the exception of a malt coffee all the foodstuffs examined contained less than the permitted maximum of 200 mg maltol per kg; various foodstuffs did not contain any maltol.