

**Zeitschrift:** Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène  
**Herausgeber:** Bundesamt für Gesundheit  
**Band:** 71 (1980)  
**Heft:** 2

**Artikel:** Recherche d'émulsifiants interdits en Suisse  
**Autor:** Martin, E. / Duret, M. / Vogel, J.  
**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-983513>

### **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:** 02.02.2025

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

## Recherche d'émulsifiants interdits en Suisse

*E. Martin, M. Duret et J. Vogel*

Laboratoire cantonal de chimie, Genève

### Introduction

L'emploi des polysorbates ou «Tweens» comme émulsifiants dans diverses denrées alimentaires est admis aux USA (1). Il en va de même pour les esters d'acide gras du sorbitane ou «Spans» (2).

En Suisse et dans les pays de la Communauté économique européenne les Tweens et les Spans ne sont pas admis dans les denrées alimentaires (3, 4). C'est la raison pour laquelle certaines denrées alimentaires en provenance des USA sont contrôlées.

Les méthodes utilisées pour ce contrôle ont en partie été élaborées au sein de la sous-commission pour les émulsifiants du Manuel suisse des denrées alimentaires. Elles sont encore à l'état de projet et n'ont donc pas été publiées.

En ce qui concerne la description détaillée de ces 2 familles d'émulsifiants nous renvoyons les lecteurs à l'ouvrage sur les additifs (5).

### Méthodes d'identification

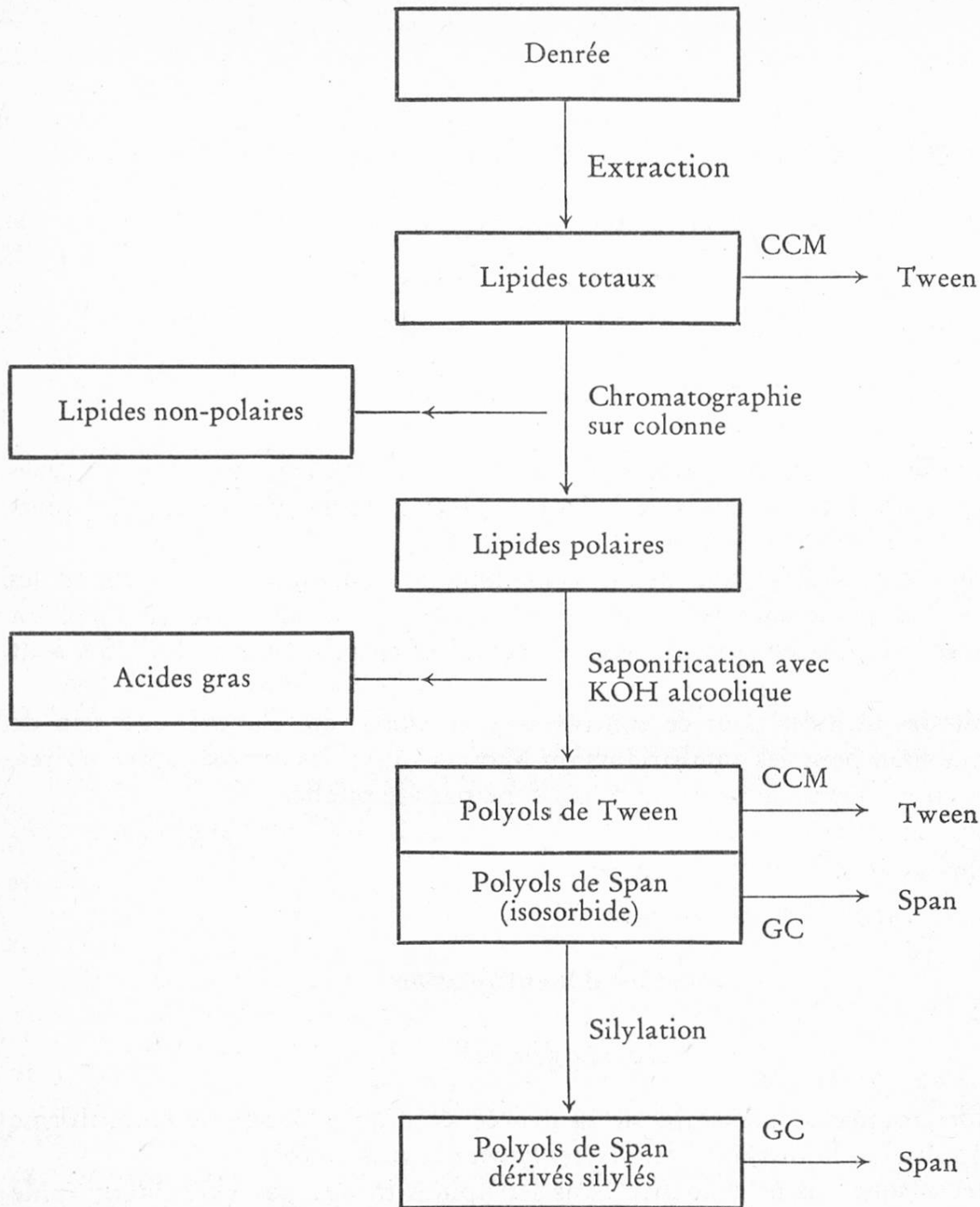
#### *Aperçu général*

Les lipides totaux sont extraits de la denrée avec un mélange de chloroforme et de méthanol selon la méthode de *Dieffenbacher* et *Bracco* (6).

Les Tweens sont mis en évidence dans les lipides totaux par chromatographie sur couche mince.

Pour les Spans il est nécessaire d'éliminer de l'extrait lipidique la fraction des lipides non-polaires par chromatographie sur colonne selon une méthode AOAC (7). Dans la fraction des lipides polaires ainsi obtenue la mise en évidence des Spans par chromatographie sur couche mince n'est en général pas sûre en raison du manque de spécificité des révélateurs proposés. Les lipides polaires sont donc saponifiés et les polyols formés sont chromatographiés sur couche mince. Cela permet de confirmer la présence des Tweens. La chromatographie gazeuse de ces polyols et de leur dérivé silylé permet de mettre en évidence la présence des Spans. La méthode est résumée dans le schéma d'analyse.

### Schéma de l'analyse



### Réactifs

- Chloroforme rectifié
- Méthanol p. a.
- Benzène p. a.
- Ethanol 96<sup>0</sup>/<sub>0</sub>
- Acide acétique glacial
- Acide ortho-phosphorique min. 85<sup>0</sup>/<sub>0</sub>
- Hexane rectifié

- Ether de pétrole rectif. 40—60 °C
- Solvant de Folch: chloroforme-méthanol (2+1, v/v)
- Ether diéthylique rectifié
- Chloroforme-méthanol (1+1, v/v)
- Ethanol 96<sup>o</sup>/o + eau (3+1, v/v)
- Solution alcoolique 0,5 n KOH: 14 g de KOH sont dissous dans 500 ml d'éthanol à 96<sup>o</sup>/o
- Pyridine pure conservée sur KOH.
- N-Méthyl-N-triméthylsilyl-heptafluorbutyramid (MSHFBA), Fournisseur: Hans Mohler & Co, Laborbedarf, Basel
- Triméthylchlorsilan (TMCS)
- MgCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 1 m.
- Iodure de potassium p. a.
- Nitrate de bismuth (III) basique
- Chlorure de baryum BaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O
- Silicagel 60 Merck no 7734 — granulométrie 0,063—0,200 mm.  
Ce silicagel est conditionné selon la méthode AOAC no 28 124 (7).
- Plaques pour la CCM prêtes à l'emploi Merck Silicagel 60 avec ou sans indicateur de fluorescence.
- Echangeur d'ions Dowex 50 W x 8, 20—50 mesh, préalablement lavé avec un mélange éthanol à 96<sup>o</sup>/o + eau (3+1, v/v).
- Réactif de Dragendorff modifié (8), spécifique pour les composés polyoxyéthyléniques (taches rouge-orange sur fond jaune).  
*Solution 1.* Faire une suspension de 0,85 g de nitrate de bismuth dans 110 ml d'acide acétique glacial, ajouter 20 g d'iodure de potassium et diluer à 500 ml avec de l'eau distillée. Garder dans un flacon en verre brun à l'obscurité. Cette solution est stable.  
*Solution 2.* Préparer une solution de chlorure de baryum à 20<sup>o</sup>/o (poids/poids). Cette solution est stable.  
Préparation du réactif de Dragendorff: Mélanger dans l'ordre
  - 10 ml de solution 1
  - 1 ml d'acide ortho-phosphorique
  - 10 ml d'éthanol
  - 5 ml de solution 2
 Le réactif ainsi préparé est utilisable 48 heures.
- Echantillon de Tween 60 et Span 60.

### *Appareillage*

- Homogénéisateur Polytron<sup>R</sup> type PT 10 20 3500
- Colonne chromatographique: longueur 290 mm, diamètre 19 mm, clef Teflon<sup>R</sup>, RN 24 au sommet et disque de porosité 2; réservoir de 250 ml, RN 24 au sommet, RN 24 à la base et clef Teflon<sup>R</sup>.
- Appareil pour la saponification (9)
- Tubes à essais de 35 ml à fermeture à vis type Sovirel<sup>R</sup>.

## Mode opératoire pour les gâteaux

### *Extraction des lipides totaux*

Dans un tube à centrifuger de 230 ml peser 10 g de gâteau homogénéisé. Faire la prise de façon à obtenir 1—2 g de lipides totaux. Ajouter dans l'ordre les réactifs suivants: 50 ml de chloroforme, 100 ml de méthanol et 0,5 ml de solution 1 m de  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ .

Le mélange est homogénéisé au Polytron 2 min. Ajouter 50 ml de chloroforme. Homogénéiser à nouveau 2 min avec le Polytron. Centrifuger 10 min à 2000 t/m. Transférer avec précaution la couche supérieure dans un entonnoir à décanter de 500 ml en veillant à ce que les matières solides restent dans le tube à centrifuger. Au besoin filtrer.

Homogénéiser le résidu solide durant 2 min avec 50 ml de chloroforme. Centrifuger 10 min à 2000 t/m et transférer la phase liquide dans l'entonnoir à décanter. Au besoin filtrer.

Aux 2 extraits réunis ajouter  $90 \pm 2$  ml d'eau. Agiter vigoureusement. L'émulsion qui se forme est plus ou moins stable. Pour accélérer la destruction de l'émulsion on peut ajouter environ 100 mg de NaCl.

Faire couler la phase inférieure dans un ballon à col rodé de 250 ml. Ré-extraire la couche supérieure avec 50 ml de solvant de Folch.

Jeter la couche supérieure et joindre la couche inférieure à celle récoltée précédemment dans le ballon de 250 ml. Concentrer sous pression réduite sans dépasser  $50^\circ C$ .

### *Chromatographie sur colonne*

#### *Préparation du silicagel*

Verser dans un poudrier préalablement taré approximativement 10 g de silicagel et fermer immédiatement. Peser au mg près et soustraire la tare. Oter le couvercle et sécher 2 heures à  $200^\circ C$ . Retirer de l'étuve, fermer immédiatement et laisser refroidir à la température ambiante 30 minutes. Soulever momentanément le bouchon pour équilibrer la pression interne avec la pression atmosphérique. Peser. Chauffer à nouveau 5 min à  $200^\circ C$ , refroidir et peser à nouveau. Répéter le cycle de séchage de 5 min jusqu'à ce que 2 pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 10 mg. Calculer la teneur en eau ( $= a$ ).

Ajuster la teneur en eau du silicagel de départ à 5% de la façon suivante:

Eau à ajouter = g de silicagel de départ  $x (5 - a) / 95$ .

Peser une certaine quantité de silicagel dans un poudrier qui ferme bien et ajouter la quantité d'eau nécessaire pour que la teneur finale soit de  $5 \pm 0,1\%$ . Fermer et agiter 1 heure. Déterminer la teneur en eau comme décrit précédemment et au besoin réajuster.

#### *Préparation de l'échantillon de lipides totaux*

(Pour éviter le réarrangement partiel des glycérides, chauffer avec précaution. Au cours de la distillation du solvant sous pression réduite ne jamais dépasser

50°C). Peser 0,9—1,1 g de lipides dans une fiole cône de 25 ml. Ajouter 5 ml de chloroforme. Agiter doucement pour faciliter la mise en solution.

### *Préparation de la colonne*

Dans un becher de 150 ml peser 30 g de silicagel conditionné à 5% d'eau. Ajouter 50 ml d'éther de pétrole. Remuer doucement avec une baguette de verre jusqu'à ce qu'il n'y ait plus dégagement de bulles d'air. Un meilleur dégazage est obtenu en chauffant le mélange à 35—40°C. Placer pour cela le becher dans un cristalliseur contenant de l'eau à 40°C. Placer un entonnoir au sommet de la colonne et transférer toute la bouillie dans la colonne. Ouvrir la clef et laisser le niveau d'éther de pétrole descendre jusqu'à 2 cm au-dessus du silicagel. Transférer le silicagel restant dans le becher avec un peu d'éther de pétrole. L'ultime résidu de silicagel se détache très facilement (léger choc) du becher après évaporation de l'éther de pétrole. Enlever l'entonnoir. Rincer les parois de la colonne avec un peu d'éther de pétrole. Quand le niveau d'éther de pétrole arrive à 2 cm au-dessus du silicagel fermer la clef. Ajouter avec précaution à l'aide d'une pipette Pasteur la solution de lipides. Rincer la fiole cône avec 3 portions de 5 ml de chloroforme que l'on transfère dans la colonne à l'aide de la pipette Pasteur. Ouvrir la clef et ajuster le débit à 2 ml/min. *Ne jamais laisser le haut de la colonne venir à sec et maintenir le débit de 2 ml/min tout au long de la séparation.*

### *Séparation des lipides non-polaires*

Mettre en place l'entonnoir à décanter. Ajouter 300 ml de benzène. Récolter l'éluat dans une fiole cône. A la fin du passage des 300 ml de benzène rincer l'extrémité inférieure de la colonne avec un peu de benzène pour éliminer les lipides qui y seraient restés après évaporation du solvant. Cet éluat contient les lipides non-polaires. Il ne nous intéresse pas. On l'élimine donc. Mettre en place un ballon à col rodé de 250 ml et ajouter 150 ml de mélange chloroforme-méthanol (1+1, v/v) dans le réservoir. Récolter l'éluat. Il contient les lipides polaires ainsi que les émulsionnants tels que les Tweens et les Spans. A la fin du passage rincer l'extrémité de la colonne avec un peu de mélange chloroforme-méthanol (1+1, v/v). Concentrer cet éluat, jusqu'à quelques ml, sous pression réduite et en ne dépassant pas 50°C. Transférer la solution concentrée à l'aide d'une pipette Pasteur dans un ballon à col rodé de 50 ml préalablement taré. Rincer le ballon de 250 ml avec 3 portions de 2 ml de solvant de Folch. Concentrer la solution sous pression réduite comme décrit précédemment. Peser le ballon et son contenu. Déterminer le poids du résidu.

### *Saponification des lipides polaires*

Transférer au maximum 200 mg de lipides polaires dans un ballon de 15 ml à col rodé. Ajouter quelques billes de verre et 3 ml de KOH 0,5 n alcoolique. Porter à l'ébullition et maintenir le reflux 1 heure.

La solution encore chaude est transférée le plus rapidement possible (pour éviter la solidification) à l'aide d'une pipette Pasteur dans un tube à essais de

35 ml à fermeture à vis (type Sovirel<sup>R</sup>). Rincer le ballon avec 2 portions de 0,5 ml d'eau que l'on transfère aussi dans le tube à centrifuger. Ajouter 3 ml d'hexane. Agiter fortement le contenu du tube pendant 5 min. Centrifuger 1 min à 2000 t/m. Aspirer à l'aide d'une pipette Pasteur la couche supérieure contenant l'insaponifiable et l'éliminer. Répéter encore 2 fois cette extraction.

A la phase aqueuse (couche inférieure) ajouter 4 g d'échangeur d'ions Dowex, 4 ml d'hexane. *Agiter régulièrement 1 heure*. Centrifuger 1 minute. Aspirer la couche supérieure contenant les acides gras et l'éliminer. Répéter encore 2 fois cette extraction. La couche inférieure hydro-alcoolique contient les polyols de Span et de Tween. Transférer cette solution à l'aide d'une pipette Pasteur dans un ballon de 50 ml à col rodé préalablement taré. Rincer l'échangeur d'ions avec 2 portions de 5 ml du mélange éthanol + eau (3+1). Concentrer sous pression réduite à l'évaporateur rotatif en *ne dépassant pas 50°C*. Sécher au dessiccateur. Peser le résidu de polyols.

### *Chromatographie sur couche mince des lipides totaux et recherche des Tweens*

#### *Préparation des solutions*

Solution de lipides totaux: Dans un tube à essais de 2 ml portant un trait de jauge à 1 ml peser 200—300 mg de lipides totaux. Compléter au trait avec du chloroforme (solution a).

Solution témoin de Tween 60 dans le solvant de Folch, contenant 20 µg/µl (solution b).

#### *Préparation de la plaque*

Sur une plaque de largeur appropriée au nombre d'analyses à effectuer faire 2 dépôts de solution a (5 µl chacun). Sur un des deux dépôts ajouter 1 µl de solution b. Déposer également 1 µl de solution b à côté des 2 dépôts de solution a.

#### *Migrations*

Afin de séparer les triglycérides, effectuer 2 migrations consécutives dans une cuve saturée contenant de l'éther diéthylique. Faire migrer chaque fois jusqu'au sommet de la plaque. Entre les 2 migrations sécher à la température ambiante. Tracer une ligne d'arrêt juste au-dessous de la zone des triglycérides de telle sorte que ces derniers soient exclus du champ de migration. Les triglycérides sont facilement repérables si l'on examine la plaque par transparence.

Saturer la plaque 15 min dans une cuve contenant le mélange suivant: chloroforme + méthanol + eau (65+25+4, vol.). Après migration sécher la plaque 15 min à 103—105°C.

#### *Révélation*

Pulvériser le réactif de Dragendorff modifié (8). Les Tweens donnent une série de taches rouge-orange aux  $R_f$  0,6—0,7—0,8—0,9.

## *Chromatographie sur couche mince des polyols de Tween*

### *Préparation des solutions*

Reprendre le résidu de polyols avec 0,1—0,2 ml de mélange alcool + eau (3+1, v/v) (solution c).

Solution témoin: On peut soit préparer les polyols de Tween 60 selon le mode opératoire donné ci-devant soit utiliser directement la solution témoin de Tween 60 déjà préparée (solution b).

### *Préparation de la plaque*

Sur une plaque de largeur appropriée faire 1 dépôt de 10  $\mu$ l de solution c. Déposer 1  $\mu$ l de solution b à côté du dépôt de solution c.

### *Migration*

Saturer la plaque 15 min dans une cuve contenant le mélange chloroforme + méthanol + eau (65+25+4, vol.). Après migration sécher la plaque 15 min à 103—105 °C.

### *Révélation*

Pulvériser le réactif de Dragendorff modifié (8). Les polyols de Tween donnent une tache unique rouge-orange qui se situe à un  $R_f$  de 0,6 pratiquement au même niveau que la tache inférieure des Tween.

## *Chromatographie en phase gazeuse des polyols de Span*

### *Préparation des solutions*

Pour l'analyse injecter directement la solution c.

Solution témoin d'isosorbide (fournisseur: ICI Switzerland AG - Zürich): Dans un ballon jaugé de 10 ml peser approximativement 10 mg d'isosorbide, dissoudre et compléter au trait avec de l'éthanol.

### *Conditions chromatographiques*

- Colonne en verre 2 m  $\times$  6 mm diamètre externe  $\times$  2 mm diamètre interne.
- Remplissage de la colonne: 7% Carbowax 20M sur chromosorb W 80/100 mesh.
- Volume injecté 1  $\mu$ l.
- Gaz vecteur  $N_2$  = 30 ml/min.
- Détecteur à ionisation de flamme.
- Température isotherme 195 °C.
- Température de l'injecteur et du détecteur 275 °C.
- Atténuation 64.

Dans ces conditions l'isosorbide a un temps de rétention de 22 minutes.



## *Chromatographie en phase gazeuse des dérivés silylés des polyols de Span (isosorbide)*

### *Préparation des solutions*

Pour l'analyse on transfère dans un flacon à silylation 100  $\mu$ l de solution c. Chasser l'eau et l'alcool par évaporation sous vide. Ajouter au résidu:

- 0,3 ml de pyridine
- 0,3 ml de MSHFBA
- 0,1 ml de TMCS

Fermer immédiatement avec un septum. Chauffer 30 min à 80 °C. Laisser refroidir.

Silyler dans les mêmes conditions un témoin de 100  $\mu$ g d'isosorbide.

### *Conditions chromatographiques*

- Colonne en verre 2 m x 6 mm diamètre externe x 2 mm diamètre interne.
- Remplissage de la colonne: 5% OV-17 sur Varaport 30 80—100 mesh, volume injecté 1  $\mu$ l.
- Gaz vecteur N<sub>2</sub> = 30 ml/min.
- Détecteur à ionisation de flamme.
- Température programmée de 130 °C à 275 °C à raison de 6 °C/min.
- Température de l'injecteur et du détecteur 300 °C.
- Atténuation 80.

Dans ces conditions l'isosorbide silylé a un temps de rétention de 9 minutes.

### **Résultats et commentaires**

La méthode a été appliquée avec succès à diverses denrées alimentaires élaborées au laboratoire et dans lesquelles des émulsifiants de type Span 60 et Tween 60 ont été incorporés. Les essais ont été effectués sur les denrées alimentaires suivantes:

- crème glacée
- sauce à salade
- margarine
- gâteau.

En ce qui concerne le gâteau, les recherches ont été effectuées sur le produit cru et cuit. Avec une addition de 0,31% de Span 60, nous avons constaté une perte de l'ordre de 50% dans le produit cuit par rapport au produit cru. Dans le gâteau cuit, une addition de 0,04% de span 60 n'est pas décelée alors qu'une addition de 0,08% de span 60 est mise en évidence. L'addition de 0,04% de Tween 60 est décelée dans le gâteau cuit.

Dans la margarine, il a été possible de déceler une addition de 0,4% de Tween 60. Dans la sauce à salade, l'addition de 0,05% de Tween 60 est mise en évidence.

Dans la crème glacée, il est possible de détecter des additions de 0,05% de Span 60 et de Tween 60.

Les résultats des essais sont rassemblés dans le tableau 2. Dans un seul cas (gâteau cuit I), la GC n'a pas donné de résultat positif malgré la présence de Span.

Dans le cas des polyols de Span, la chromatographie en phase gazeuse des dérivés silylés est généralement plus nette (pics plus étroits, meilleure séparation) que celle des polyols libres.

Tableau 2. Recherches du Span 60 et du Tween 60 dans diverses denrées

| Denrées élaborées au laboratoire             | Méthodes employées |             |                    |
|--|--------------------|-------------|--------------------|
|  | CCM lipides totaux | CCM polyols | GC polyols silylés |
| 1. <i>Gâteau I cuit</i>                      |                    |             |                    |
| — sans émulsifiants                          | 0                  | 0           | 0                  |
| — avec 0,04% de Span 60 et 0,04% de Tween 60 | +                  | +           | 0                  |
| — avec 0,31% de Span 60 et 0,37% de Tween 60 | +                  | +           | +                  |
| 2. <i>Gâteau II cru</i>                      |                    |             |                    |
| — sans émulsifiants                          | 0                  | 0           | 0                  |
| — avec 0,31% de Span 60 et 0,31% de Tween 60 | +                  | +           | +                  |
| 3. <i>Gâteau II cuit</i>                     |                    |             |                    |
| — sans émulsionnants                         | 0                  | 0           | 0                  |
| — avec 0,08% de Span 60 et 0,08% de Tween 60 | +                  | +           | +                  |
| — avec 0,31% de Span 60 et 0,31% de Tween 60 | +                  | +           | +                  |
| 4. <i>Margarine</i>                          |                    |             |                    |
| — sans émulsifiants                          | 0                  | 0           | —                  |
| — avec 0,4% de Tween 60                      | +                  | +           | —                  |
| — avec 1% de Tween 60                        | +                  | +           | —                  |
| 5. <i>Sauce à salade</i>                     |                    |             |                    |
| — sans émulsifiants                          | 0                  | 0           | —                  |
| — avec 0,05% de Tween 60                     | +                  | +           | —                  |
| — avec 0,3% de Tween 60                      | +                  | +           | —                  |
| 6. <i>Crème glacée</i>                       |                    |             |                    |
| — sans émulsifiants                          | 0                  | 0           | 0                  |
| — avec 0,05% de Span 60 et 0,05% de Tween 60 | +                  | +           | +                  |
| — avec 0,2% de Span 60 et 0,2% de Tween 60   | +                  | +           | +                  |

+ = présence décelée

0 = non décelé

— = non recherché

Il est possible aussi de chromatographier sur couche mince les polyols de Span mais la révélation manque de spécificité et de sensibilité. Nous l'avons donc laissée de côté.

### *Résumé*

Une méthode pour la recherche des émulsifiants de type Tween et Span dans les denrées alimentaires est décrite. Les lipides totaux et les émulsifiants sont extraits de la denrée avec un mélange de chloroforme et de méthanol. Les Tweens sont mis en évidence après une chromatographie sur couche mince à l'aide du réactif de Dragendorff. L'extrait lipidique contenant les émulsifiants est chromatographié sur colonne de gel de silice. Après élimination des lipides non-polaires avec le benzène, les émulsifiants sont élués avec un mélange de chloroforme et de méthanol puis saponifiés. Les polyols de saponification, avant et après silylation, sont chromatographiés en phase gazeuse et la mise en évidence de l'isosorbide indique la présence des Spans. La méthode permet de déceler 0,05% de Tween dans les crèmes glacées, les gâteaux, les sauces à salade, 0,05% de Span dans les crèmes glacées et 0,08% dans les gâteaux. Il est possible de déceler 0,4% de Tween dans les margarines.

### *Zusammenfassung*

Eine Methode für den Nachweis von Tween- und Span-Emulgatoren wird beschrieben. Die gesamten Lipide und die Emulgatoren werden aus dem Lebensmittel mit einer Mischung aus Chloroform und Methanol extrahiert. Die Tweens werden aus dem Dünnschichtchromatogramm mit Dragendorff Reagenz sichtbar gemacht. Der Emulgatoren enthaltende Lipidextrakt wird durch eine Kieselgelkolonne fraktioniert. Das Benzol-eluat wird eliminiert. Die Emulgatoren werden mit Chloroform-Methanol eluiert und dann verseift. Die entstehenden Polyolen werden vor und nach Silylierung gaschromatographisch getrennt. Span-Emulgatoren werden durch Isosorbid festgestellt. Die vorgeschlagene Methode ermöglicht, 0,05% Tween in Eiscremen, Kuchen, Salatsaucen, 0,05% Span in Eiscremen, 0,08% Span in Kuchen und 0,4% Tween in Margarinen nachzuweisen.

### *Summary*

A method for the detection of Span and Tween emulsifiers is described. The total lipids and emulsifiers are extracted from the foodstuff with chloroform-methanol. Tweens are identified on thin layer chromatogram with Dragendorff reagent. The lipids and emulsifiers are separated by column chromatography using silicagel. The benzene fraction is eliminated. Emulsifiers are eluted with chloroform-methanol and further saponified. The polyol formed are gaschromatographed before and after silylation. The proposed method permits the detection of 0,05% of Tween in ice-creams, cakes, salad-dressings, 0,05% Span in ice-creams, 0,08% Span in cakes and 0,4% Tween in margarines.

### *Bibliographie*

1. Food Additive Regulation 121.1030, 121.1008, 121.1009.
2. Food Additive Regulation 121.1029.

3. Ordonnance sur les denrées alimentaires du 26 mai 1936 (état le 1er octobre 1976). Office central fédéral des imprimés et du matériel, Berne 1976.  
Projet de modification de ladite ordonnance-liste positive No. 4: émulsifiants.
4. *Ertl, J.*: Directive du Conseil de 18 juin 1974 relative au rapprochement des législations des Etats membres concernant les agents émulsifiants, stabilisants, épaississants et gélifiants pouvant être employés dans les denrées alimentaires. Journal officiel des Communautés européennes No. L 189/1—7 du 12. 7. 74.
5. *Streuli, H.*: Die Konsistenz verändernde Stoffe. In: Kosmetika, Riechstoffe und Lebensmittelzusatzstoffe, H. Aebi, E. Baumgartner, H. P. Fiedler und G. Ohloff, p. 157—234. Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1978.
6. *Dieffenbacher, A.* et *Bracco, U.*: Analytical techniques in food emulsifiers J. Am. Oil Chemists' Soc. **55**, 642—646 (1978).
7. Official Methods of Analysis, Association of Official Analytical Chemists: 12ème édition, Nos. 28.123, 28.124, 28.125, 28.126, 28.127. Washington D. C. 1975.
8. *Mattey, M. E.*: The detection of fat-solvent extractable emulsifiers. BFMIRA Technical Circular No. 509, April 1972.
9. *Hadorn, H.* et *Zürcher, K.*: Beitrag zur gaschromatographischen Untersuchung von Fetten und Oelen. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **58**, 351—384 (1967).

Dr. E. Martin  
M. Duret  
Dr. J. Vogel  
Laboratoire cantonal de chimie  
Institut d'hygiène  
Quai Ernest-Ansermet 22  
CH-1211 Genève 4