

Afd. 20^a Additieven.

Verslag 80 G6. 80.89

Onderwerp: Het aantonen en bepalen van vanille in botervet.

Doel:

Het verbeteren van de bestaande analysemethode.

Samenvatting:

Bij de bestaande methode werd vanille met methanol uit het monster geëxtraheerd. Na filtratie werd het gehalte dan U.V. spectrofotometrisch bepaald. Meegeëxtraheerd vet veroorzaakte een te hoge extinctie. Bij de nieuwe methode wordt het vet uit de methanol verwijderd door toevoeging van water en natriumchloride en uitschudden met pentaan.

Conclusie:

Vanille kan bepaald worden in botervet.

Het onderzoek, beschreven in dit verslag, heeft geleid tot het opstellen van Intern Voorschrift nr. G.47. "Bepaling van het gehalte aan Vanille in Botervet".

Verantwoordelijk: Dr W.G. de Ruig

Samensteller: J.M. Weseman

1980-01-25 J.M. Weseman.

Het aantonen en bepalen van vanille in botervet.

1. Inleiding:

In een botervetmonster, waaraan een bepaalde hoeveelheid vanille werd toegevoegd, is het gehalte bepaald.

De teruggevonden hoeveelheid vanille bleek te groot, waarna het bestaande voorschrift is herzien.

2. Bepalingsmethoden:

2.1. Oude methode

Het botervet wordt met methanol geschud. Na filtreren wordt in het filtraat het vanillegehalte spectrofotometrisch bepaald bij een golflengte van 310 nm.

2.2. Nieuwe methode

Het botervet wordt met methanol geschud en vervolgens wordt met water verdund. Een gedeelte van het methanol-waermengsel wordt met natriumchloride geschud en na filtreren wordt het filtraat geschud met pentaan. In het heldere methanol-waermengsel wordt het vanillegehalte spectrofotometrisch bepaald bij een golflengte van 312 nm.

3. Analyseontwikkeling:

3.1. Vanille toegevoegd aan botervet

Aan twee charges botervet werd vanille toegevoegd.

Voor charge 79A 1606 is de natuurlijke en voor charge 79A 1607 is de synthetische vanille gebruikt. Charge 79A 1606 bevat theoretisch 96,8 mg/kg en charge 79A 1607 236,7 mg/kg vanille.

3.2. Resultaat m.b.v. oude analysemethode

Het vanillegehalte is bepaald op de manier, beschreven onder punt 2.1. De volgende waarden zijn gevonden:

Tabel 1

Monster charge	Gevonden vanille mg/kg	Toegevoegd mg/kg	Gevonden Toegev. x 100%
79A 1606	136 - 138	96,8	140 - 142
79A 1607	287 - 286	236,7	121 - 121

3.3. Absorptiespectra van vanille, botervet en vanille in botervet

Toen bleek dat het teruggevonden gehalte aan vanille te hoog was, zijn van vanille, botervet en vanille in botervet absorptiespectra opgenomen en met elkaar vergeleken (zie bijlage 1).

Botervet blijkt gedeeltelijk oplosbaar te zijn in methanol en heeft absorptie-maxima bij 280, 302 en 316 nm. Vanille heeft, in het oplosmiddel methanol, maxima bij 280 en 310 nm. Nu is gebleken dat de specifieke absorptie-maxima van de vanille niet terug te vinden zijn in het spectrum wanneer ook een restant van het botervet aanwezig is. Botervet blijkt voor een achtergrondabsorptie te zorgen die niet gering is. Uit een aanvullend proefje is gebleken dat deze achtergrondabsorptie niet evenredig is met de in bewerking genomen hoeveelheid botervet.

3.4. Het verwijderen van het botervet uit de meetoplossing

Voor de gehaltebepaling van benzoëzuur en sorbinezuur (voorschrift nr. D32 24.8.1961) wordt het botermonster geschud met methanol en water in aanwezigheid van een weinig zwavelzuur. Na afkoelen tot 0°C wordt het mengsel gefiltreerd en in het filtraat benzoëzuur of sorbinezuur bepaald. Er is geprobeerd op nagenoeg dezelfde wijze vanille te bepalen (geen zwavelzuur gebruikt). In de meetoplossing bleek toch nog botervet aanwezig te zijn. Daarom is het methanol-watermengsel uitgeschud met pentaan. Het resultaat was gunstig. Er ontstond een heldere methanol-waterlaag en het botervet werd geheel verwijderd door de pentaan.

Bij herhalingen van de analyse bleek dat het methanol-watermengsel melkachtig-troebel kan zijn en dan moeilijk te filtreren is.

Centrifugeren geeft geen beter resultaat. Er moest danook naar een oplossing gezocht worden.

Na het schudden van het methanol-watermengsel, met natriumchloride was dit beter te filtreren. Het filtraat werd vervolgens uitgeschud met pentaan.

3.5. Ijkklijnen van vanille

Er zijn ijkklijnen gemaakt van vanille in methanol en van vanille in het methanol-watermengsel en vervolgens geschud met natriumchloride en uitgeschud met pentaan.

Resultaat:

Tabel 2

Vanille ug/ml meetoplossing	in methanol E 310 nm	in methanol-water E 312 nm.
2.02	0.120	0.120
4.05	0.258	0.248
8.10	0.520	0.515
12.14	0.770	0.738

(zie ook grafiek bijlage 2)

Hieruit blijkt dat er tijdens de analyseprocedure geen verlies optreedt.

3.6. Gehalte vanille in botervet

De nieuwe werkwijze (zie punt 2.2.) is gevolgd voor het bepalen van het gehalte aan vanille in de charges 79A 1606 en 79A 1607.

Resultaat: Tabel 3

Charge	Gevonden vanille mg/kg	Toegevoegd mg/kg	$\frac{\text{Gevonden}}{\text{Toegev.}} \times 100\%$
79A 1606	95.3 - 93.0	96.8	98 - 96%
79A 1607	226.4 - 229.5	236.7	96 - 97%

Opmerking

Monster 79A 1606, waarin de natuurlijke vanille aanwezig is, is diverse malen geanalyseerd. Door het steeds weer verwarmen van het monster, om het te homogeniseren, is het gehalte aan vanille teruggelopen. Ook ontstond er een bruine aanslag op de bodem.

4. Conclusie:

Vanille kan aangetoond en bepaald worden in botervet. Tijdens het homogeniseren van het monster moet er voor gezorgd worden dat de temperatuur niet te hoog oploopt.

Aangenomen dat een gemeten extinctie van 0.020 nog betrouwbaar is, ligt de detectiegrens bij het volgen van de nieuwe analysemethode bij 0,33 ug/ml in de meetoplossing of omgerekend op het monster, indien 5 gram in bewerking genomen is, 6 mg/kg.

987.0

asfijv neeg eimbaronee fene

nef oed had neeg hglowag ei

nef oed had neeg hglowag ei

nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei
nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei
nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei
nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei	nef oed had neeg hglowag ei

nef oed had neeg hglowag ei

nef oed had neeg hglowag ei

nef oed had neeg hglowag ei

nef oed had neeg hglowag ei

Verzendlijst:

De Ruig.

Weseman.

Sektor PP.

Sektor DP.

Sektor PVS.

Van Doesburgh.

2.80





