

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène
Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit
Band: 60 (1969)
Heft: 6

Artikel: Schweiz. Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie : Symposium über Aromastoffe = Société suisse de chimie analytique et appliquée : Symposium sur les substances aromatisantes
Autor: [s.n.]
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982497>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. 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. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. [Mehr erfahren](#)

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. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. [En savoir plus](#)

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. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. [Find out more](#)

Download PDF: 28.01.2026

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

MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER

LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN

Offizielles Organ der Schweizerischen Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

PUBLIÉS PAR LE SERVICE FÉDÉRAL DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE À BERNE

Organe officiel de la Société suisse de chimie analytique et appliquée

ABONNEMENT:

Schweiz Fr. 25.— per Jahrgang (Ausland Fr. 30.—)
Suisse fr. 25.— par année (étranger fr. 30.—)

Preis einzelner Hefte Fr. 4.50 (Ausland Fr. 5.50)
Prix des fascicules fr. 4.50 (étranger fr. 5.50)

Band — Vol. 60

1969

Heft — Fasc. 6

Schweiz. Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie
Société suisse de chimie analytique et appliquée

Symposium über Aromastoffe Symposium sur les substances aromatisantes

Ce symposium s'est tenu le vendredi 17 octobre 1969, dans l'auditoire de chimie de l'Ecole polytechnique fédérale de Zurich, en présence de très nombreux participants, sous la présidence de Monsieur le Dr Rudolf Müller (†). Grâce à Monsieur le Professeur H. Neukom, ce symposium a eu lieu dans des conditions idéales. Les discussions qui suivirent les conférences ont été d'un grand intérêt. Nous adressons nos vifs remerciements aux conférenciers qui ont bien voulu nous faire bénéficier de leur haute connaissance des problèmes traités.

Conférences

Prof. Dr. E. Stahl, Universität des Saarlandes, Saarbrücken:

«*Thermomikro-Schnellabtrennung ätherischer Öle in direkter Kopplung
mit der Dünnschicht-Chromatographie*»

Cette conférence sera publiée dans la revue «Fette - Seifen - Anstrichmittel».

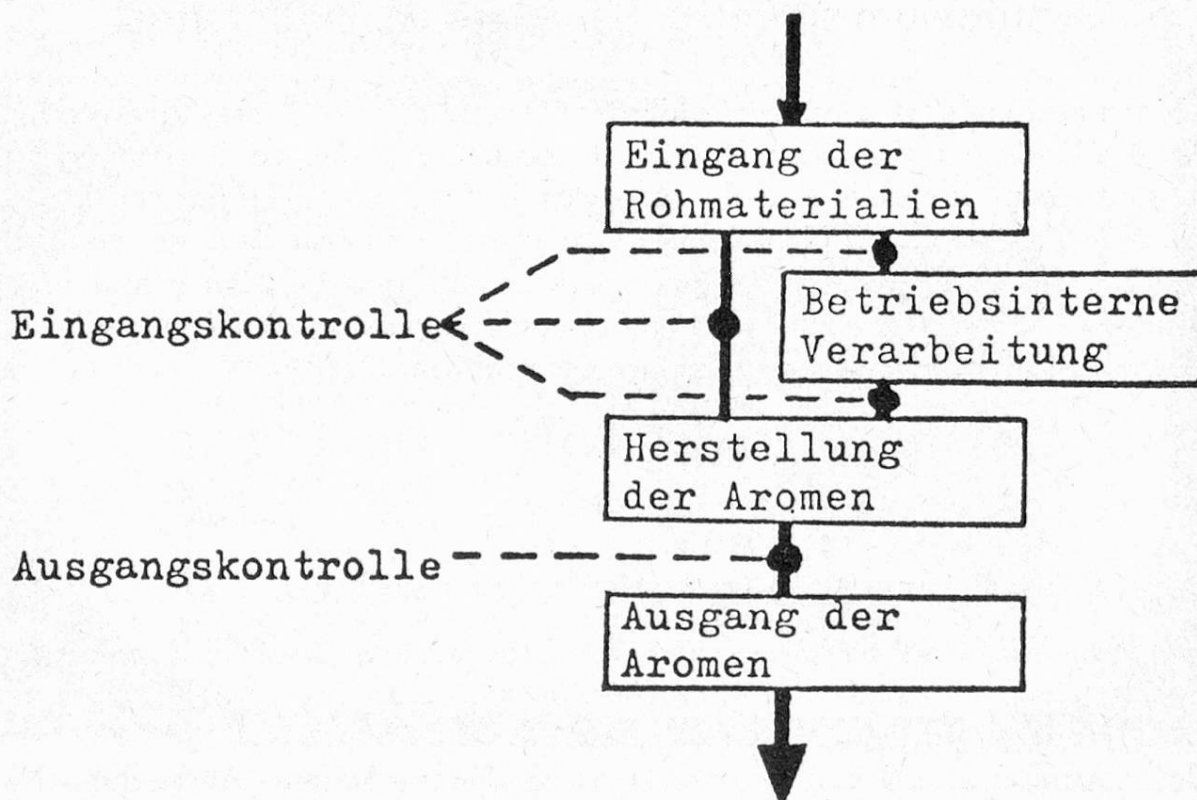
«Anwendung der Gaschromatographie bei der Kontrolle von Aromen»

Im folgenden soll über unsere Arbeiten im Zusammenhange mit der analytischen Kontrolle von Aromen und deren Komponenten berichtet werden. Einleitend muß aber erwähnt werden, daß das primäre Qualitätskriterium für die Kontrolle immer der sensorische, insbesondere der olfaktische und der gustatorische Befund ist. Einige der Aromenfirmen gehen sogar soweit, lediglich das sensorische Kriterium qualitätsbestimmend anzuerkennen. Die Verarbeitung der Aromenkomponenten im eigenen Betrieb verlangt aber immer mehr eine minutiöse Kenntnis der Rohmaterialien und damit verbunden eine sorgfältige Prüfung der eingehenden Produkte. Des weiteren kann für Aromen ein Trend zu einer restriktiveren legislativen Haltung beobachtet werden, und für den Unternehmer stellt sich immer mehr die Aufgabe sich zu versichern, daß die eigenen Produkte den gesetzlichen Vorschriften entsprechen.

Prinzipiell läßt sich eine Kontrolle der eingehenden und der ausgehenden Produkte unterscheiden.

Die Ausgangskontrolle ist sowohl für den Kunden als auch für unsere interne Betriebskontrolle von ausschlaggebender Bedeutung. Sie ist aber insofern einfach für uns, da wir die geforderte Qualität genau kennen und die genaue Zusammensetzung uns detailliert bekannt ist. Die Ausgangskontrolle wird primär sensorisch durchgeführt und gegebenenfalls analytisch erhärtet. Hierbei wird heute praktisch

Figur 1

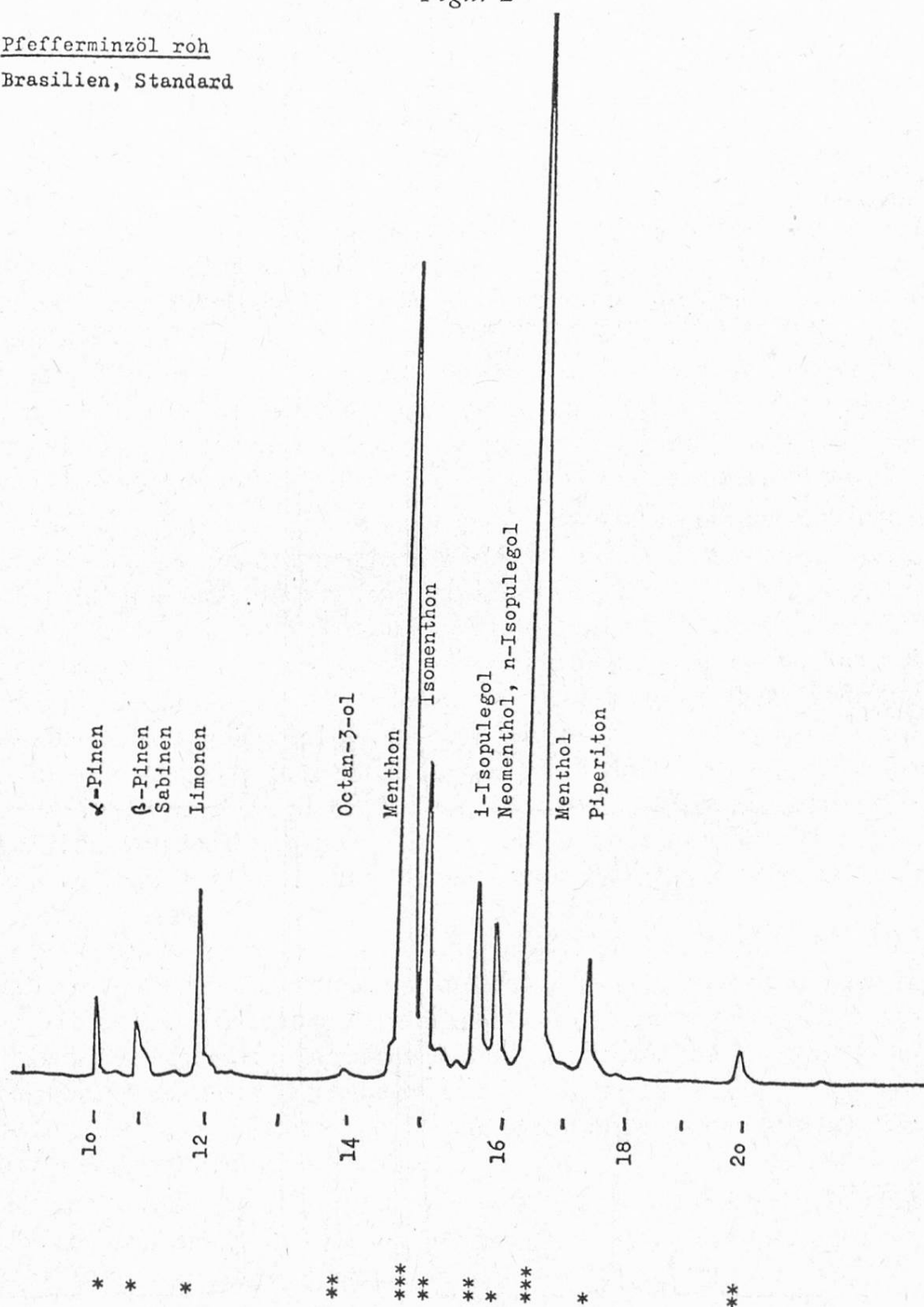


ausschließlich GC verwendet. Die älteren Kriterien, wie Brechung, Dichte, Alkoholgehalt usw. wurden aufgegeben, da sich unserer Meinung nach diese Werte nur zur Charakterisierung von chemisch reinen Verbindungen eignen.

Bei der Eingangskontrolle kann man unterscheiden zwischen Komponenten, die unverarbeitet den Mischbetrieben zugeführt werden und solchen, die intern

Figur 2

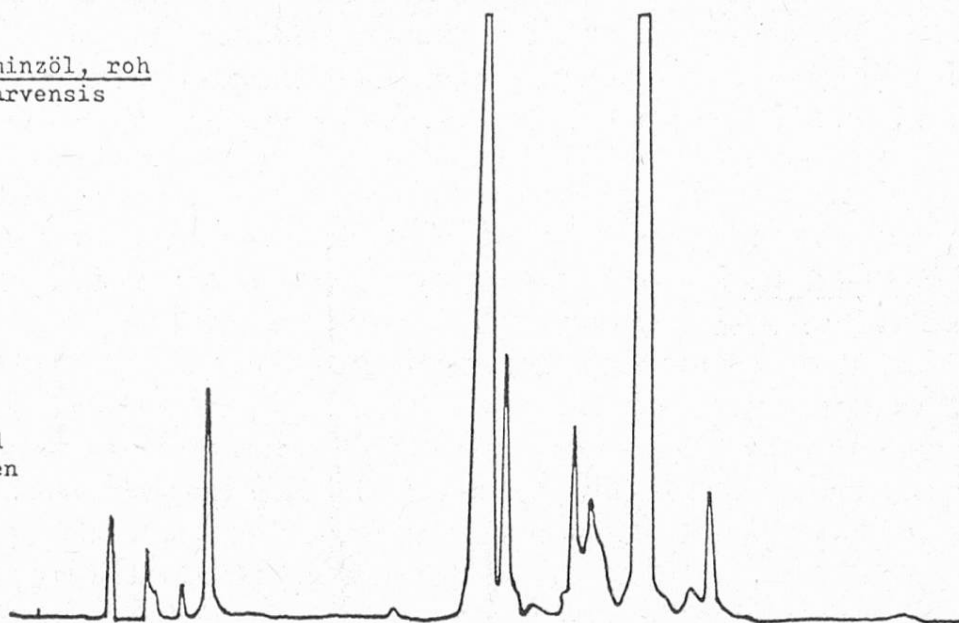
Pfefferminzöl roh
Brasilien, Standard



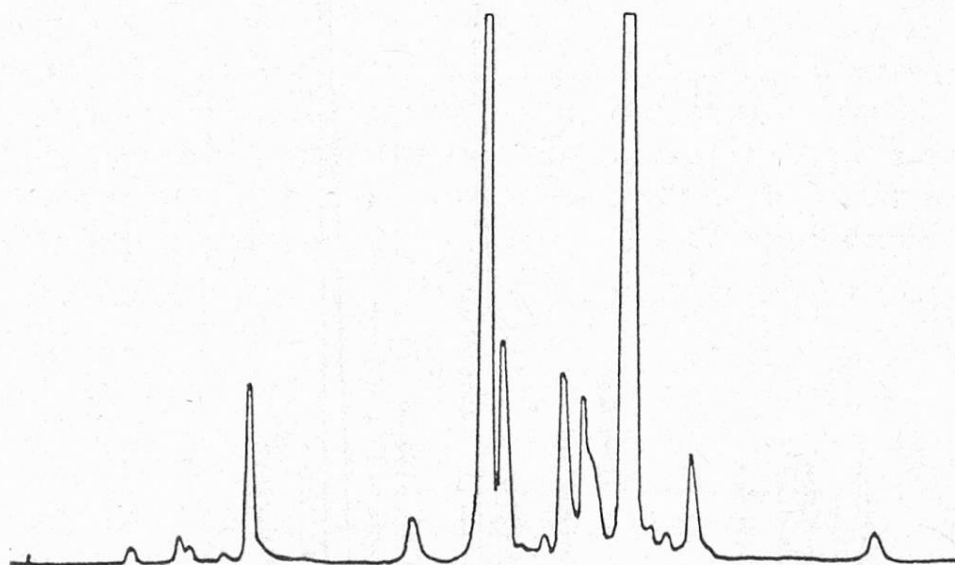
Figur 3

Pfefferminzöl, roh
mentha arvensis

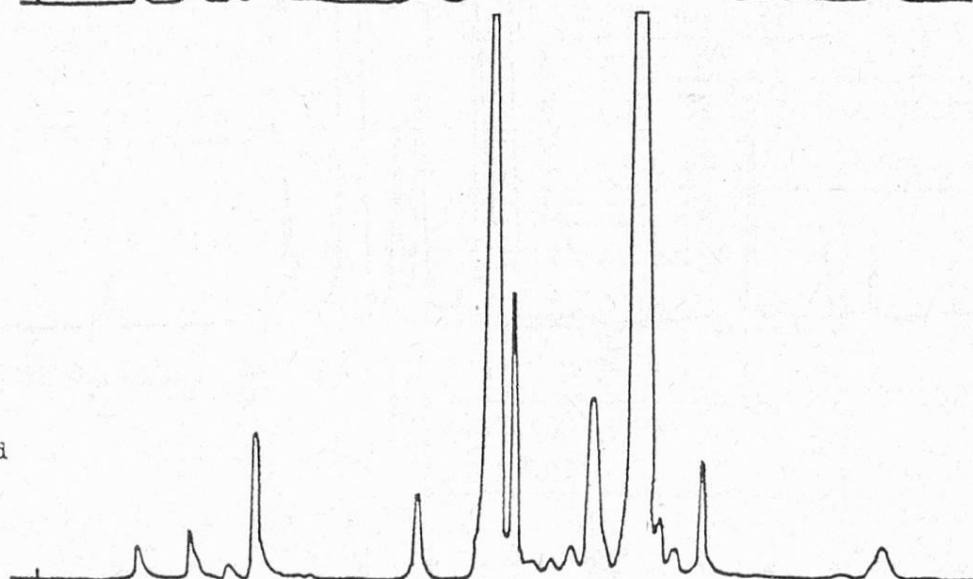
Standard
Brasilien



Standard
Formosa



Standard
China



verarbeitet werden. Hier muß die Kontrolle sehr genau durchgeführt werden, sowohl sensorisch als auch analytisch. Vor einiger Zeit wurde in diesem Zusammenhange unsere Forschungsgesellschaft damit beauftragt, qualitätsrelevantere analytische Kriterien für die Eingangskontrolle aufzustellen. Chemisch reine Verbindungen werden vorzugsweise anhand des IR-Spektrums identifiziert und die Reinheit mit GC kontrolliert. Daneben werden auch die älteren physikalischen Daten, wie Brechung, Dichte, Drehung usw. bestimmt. Destillate oder ätherische Oele werden vorwiegend mittels GC kontrolliert, währenddem Extrakte zusätzlich mit Dünnschichtchromatographie kontrolliert werden.

Im folgenden beschränken wir uns auf drei Gebiete und versuchen aufzuzeigen, wie wir vorgegangen und zu welchen Resultaten wir gekommen sind.

Eingangs möchte ich über Pfefferminzöle sprechen. Die Standardspezifikation setzt ein Toleranzintervall für die Brechung, spezifisches Gewicht und optische Drehung fest.

Nimmt man ein GC auf, so kommt man vorerst zu einem Kurvenzug (Figur 2).

Das graphische Bild des GC vermag allein noch nicht allzuviel auszusagen, es sei denn, man beschränke sich darauf, lediglich auf exakte Konformität mit einer Referenz zu prüfen. Die Erfahrung lehrt aber, daß bei Naturprodukten, wie diesem Pfefferminzdestillat, gewisse Toleranzen eingeräumt werden müssen, wegen der klimatischen Bedingungen des Erntejahres, wegen der geographischen Provenienz und der möglichen Streuung bei Verarbeitungsprozessen. Schwierig ist aber sich festzulegen, welche Abweichungen toleriert werden können.

Hierzu ist die genaue Kenntnis der einzelnen Komponenten nützlich. Die Kovatsindices ergeben einen generellen Einblick, welche chemischen Verbindungen möglich sind, und anhand von spektroskopischen Untersuchungen der isolierten Komponenten läßt sich die genaue chemische Formel festlegen. Die Sterne unter dem Spektrum geben in sehr vereinfachter Form die sensorische Beurteilung bezüglich dem Gesamtaroma wieder. Anhand dieser zusätzlichen Information läßt sich aus dem GC schon sehr viel mehr herauslesen und man kann Qualitätskriterien aufstellen, in dem man insbesondere auf Komponenten mit zwei oder drei Sternen achtet. Die geruchliche und geschmackliche Qualität kann durch keine physikalische Konstante gemessen werden und läßt sich mit Worten nur sehr mangelhaft umschreiben. Hier ist man weitgehend auf das Gedächtnis der sensorischen Spezialisten angewiesen.

Die geographische Provenienz der Pfefferminzöle hat einen beträchtlichen Einfluß auf das Gaschromatogramm, wie aus Figur 3 leicht ersehen werden kann.

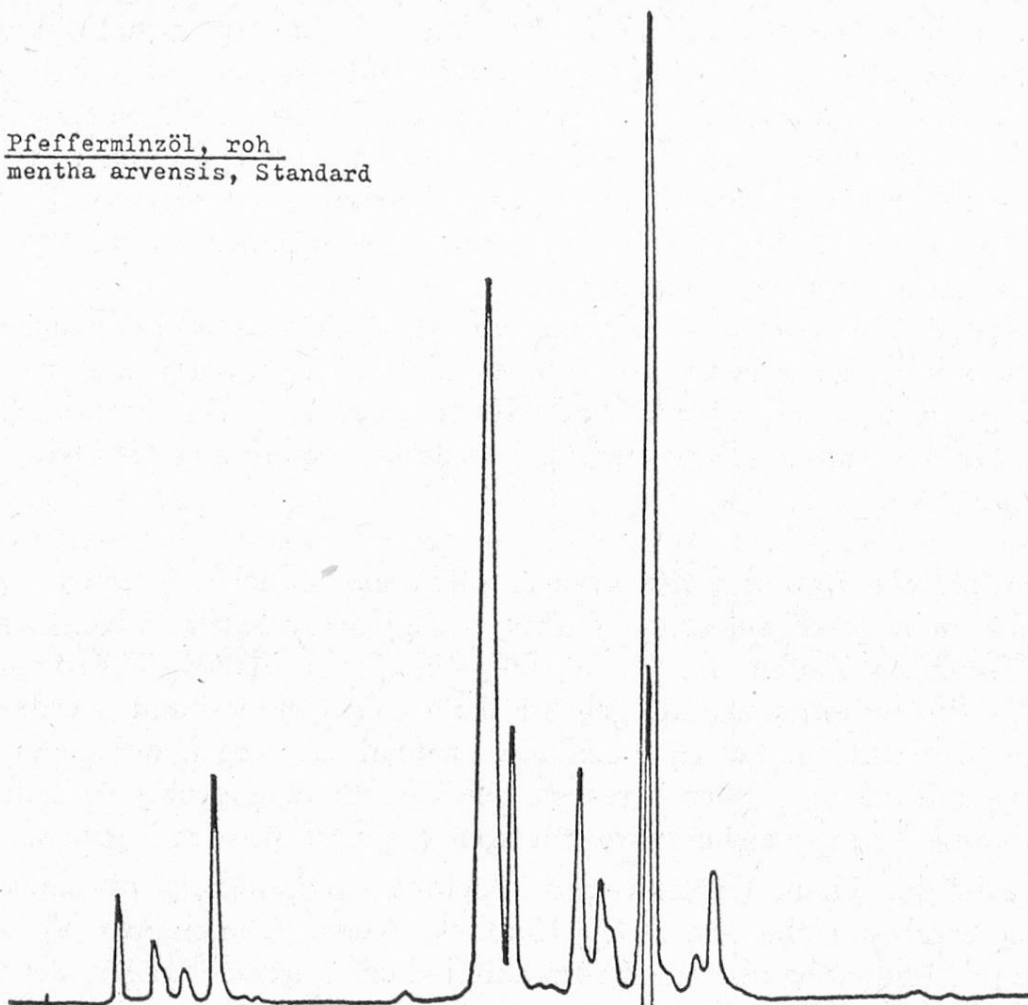
Die pflanzliche Provenienz verändert die Zusammensetzung eines ätherischen Oeles ebenfalls erheblich. In Figur 4 sind die Oele von *mentha arvensis* und *mentha piperita* einander gegenübergestellt.

Die Citrus- oder Agrumenöle bilden einen andern wesentlichen Bestandteil unserer Eingangskontrolle.

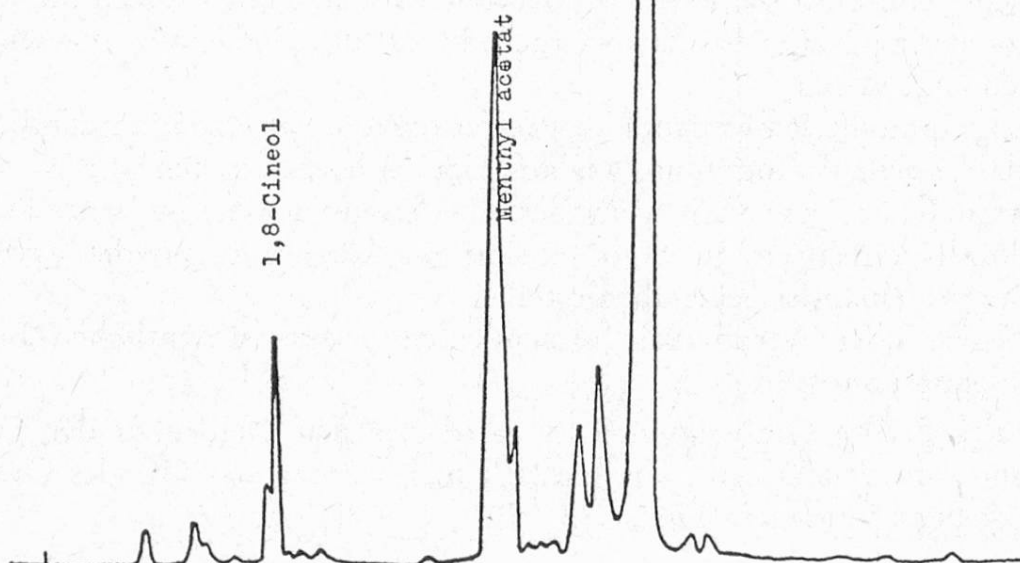
Das kaltgepreßte Orangenschalenöl wird aus den Oeldrusen der Schale gewonnen und von den Fetten befreit. Auch hier vermag das GC des Orangenöles noch sehr wenig auszusagen (Figur 5).

Figur 4

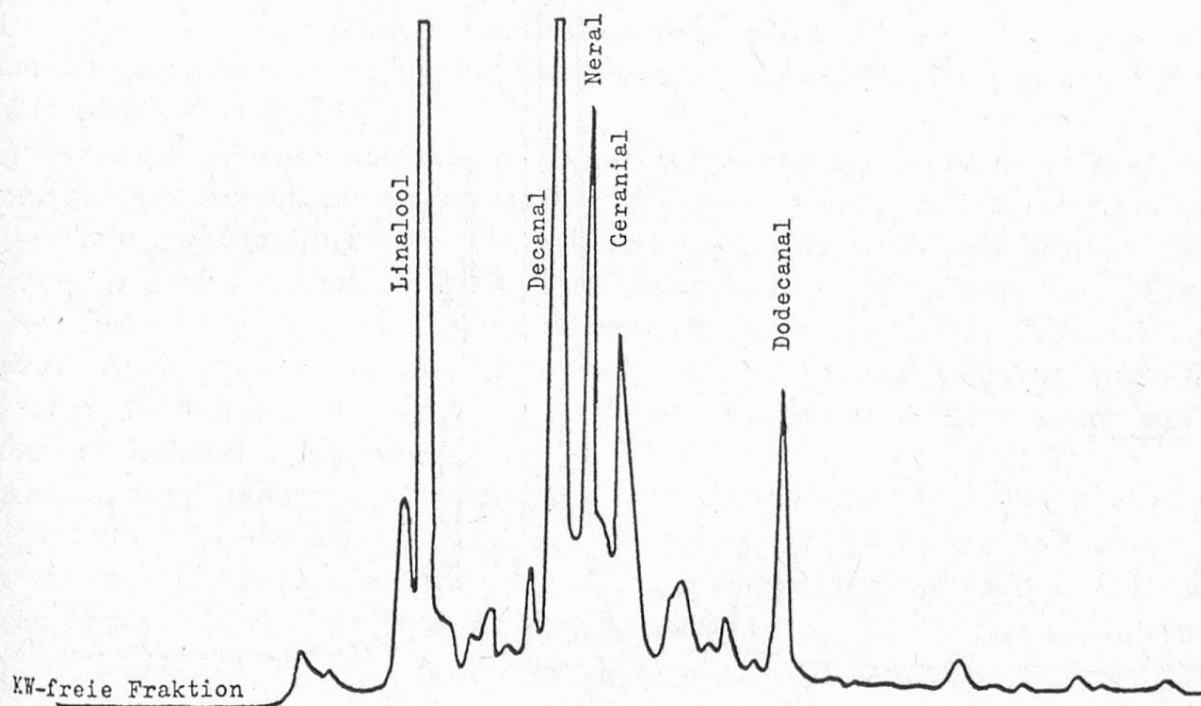
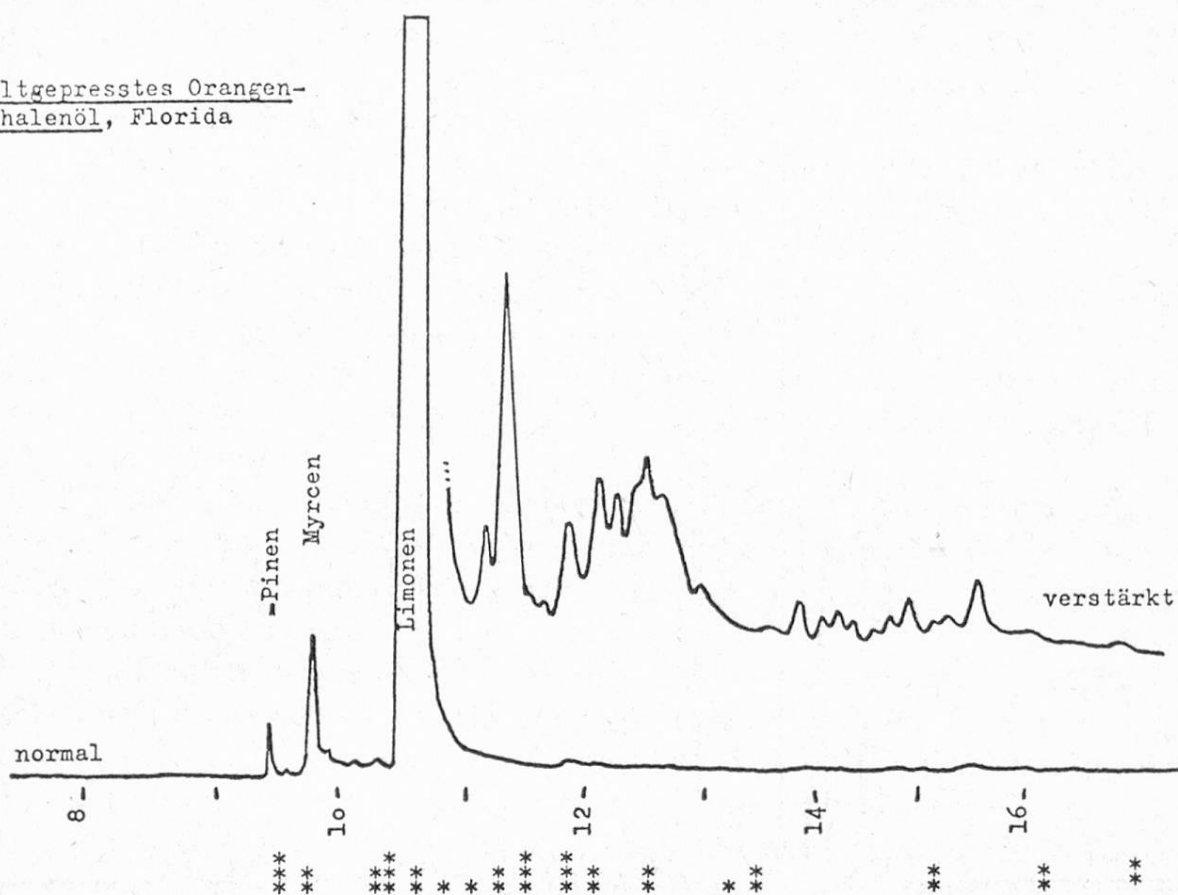
Pfefferminzöl, roh
mentha arvensis, Standard



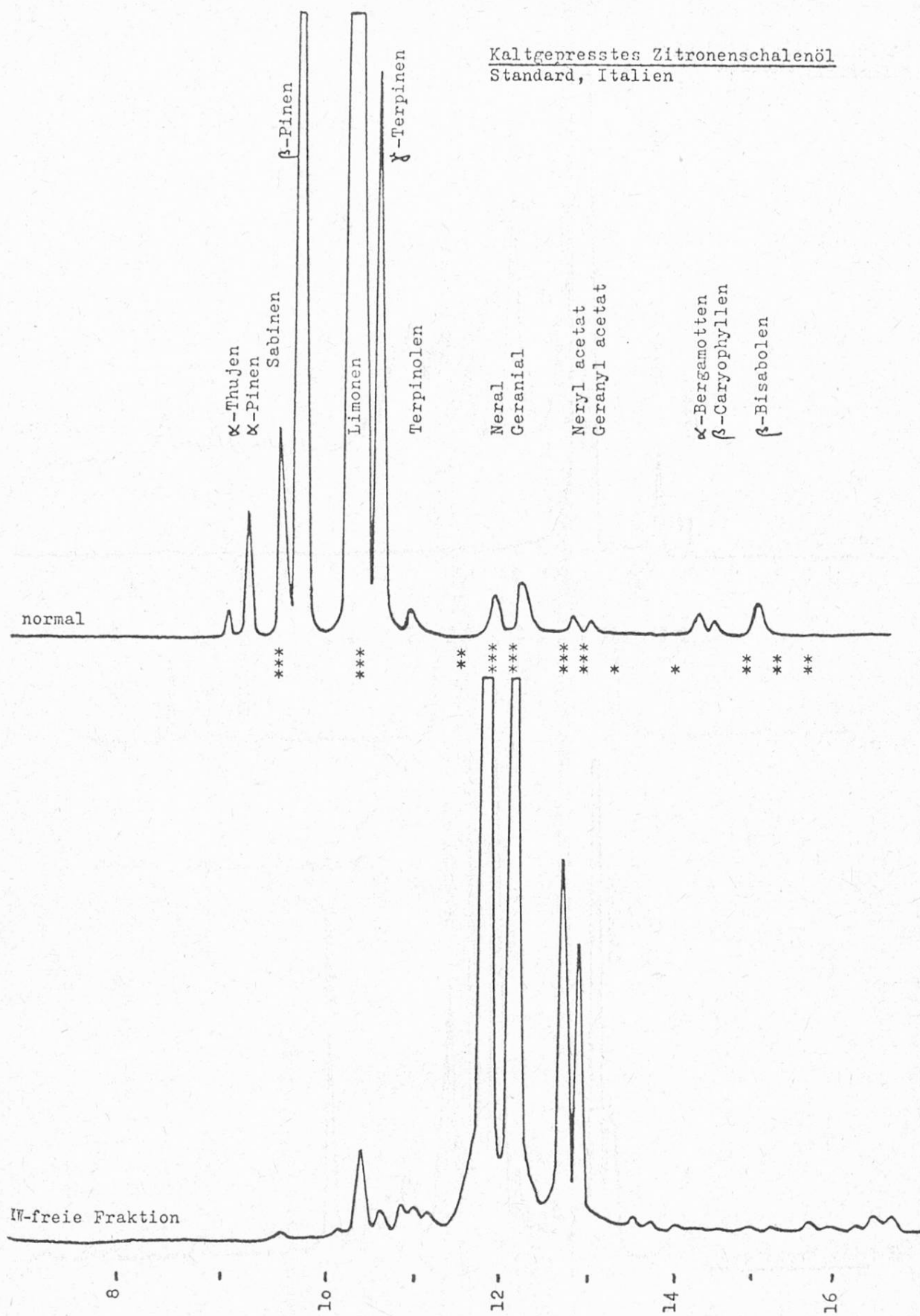
mentha piperita, Standard



Kaltgepresstes Orangen-
schalenöl, Florida



Figur 6



Werden jedoch die hochsiedenden Spurenkomponenten genügend verstärkt, so ergibt sich bereits ein besseres Bild. Die chemischen Bezeichnungen und die sensorische Qualifizierung erlauben schon eine recht genaue Beurteilung. Citrusöle enthalten bis zu 95 % Kohlenwasserstoffe, die sich im Labormaßstab mittels Säulenchromatographie an Silicagel entfernen lassen. Der verbleibende kohlenwasserstoff-freie Anteil ergibt einen noch besseren analytischen Einblick, da darin die für die Sensorik wesentlichsten Komponenten enthalten sind.

Gleiche analytische Kriterien können auch für die pflanzlich verwandten Schalenöle der Zitrone und Mandarine, angewandt werden (Figur 6 und 7).

Auch hier geben die kohlenwasserstoff-freien Anteile den besten Einblick. Diese lassen sich jedoch viel besser auf polaren Säulen auftrennen, wie aus Figur 8 ersehen werden kann.

Der Vollständigkeit halber muß noch darauf hingewiesen werden, daß die Kapillarsäulen eine weit bessere Auftrennung ergeben. Wir haben aber hier absichtlicherweise die normalen GC gezeigt, da wir vorderhand im Kontrollabor mit gestopften Säulen arbeiten.

Wie bei den Pfefferminzölen, müssen auch bei Agrumenölen für klimatische Unregelmäßigkeiten und für verschiedene geographische Provenienzen erhebliche Toleranzen eingeräumt werden. Im folgenden Beispiel ist das GC eines amerikanischen kw-freien Orangenöles mit dem Standardmuster verglichen (Figur 9):

Es lassen sich hier erhebliche Unterschiede feststellen und es fällt der hohe Gehalt an Aldehyden auf. Es drängt sich der Verdacht auf, daß hier Aldehyde zugesetzt worden sind, welche zwar bereits im Orangenöl vorhanden sind. Das Gesamtöl ist toxikologisch unbedenklich, muß aber vom legislativen Standpunkt aus als synthetisch verstärktes Öl betrachtet werden.

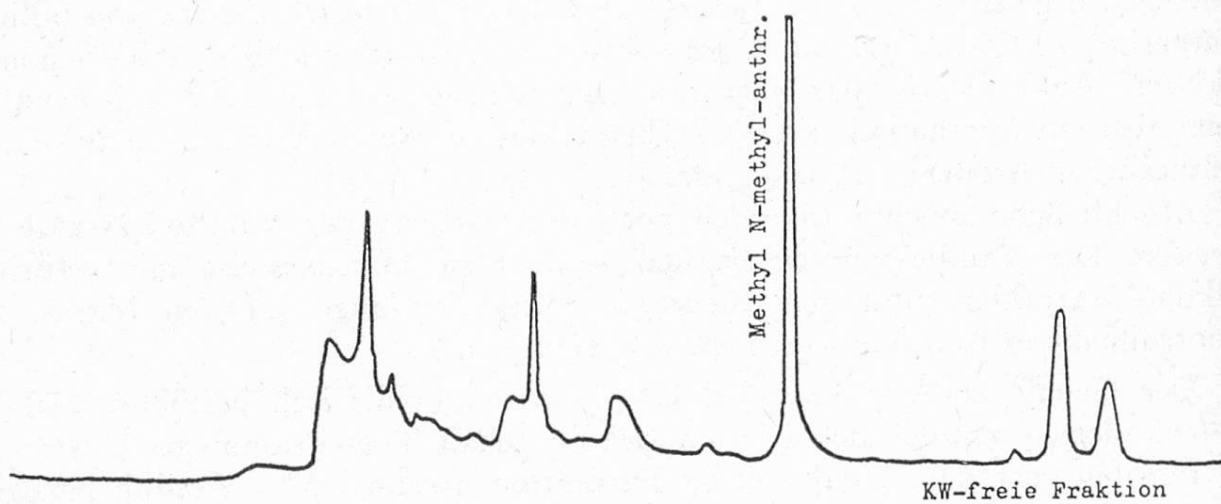
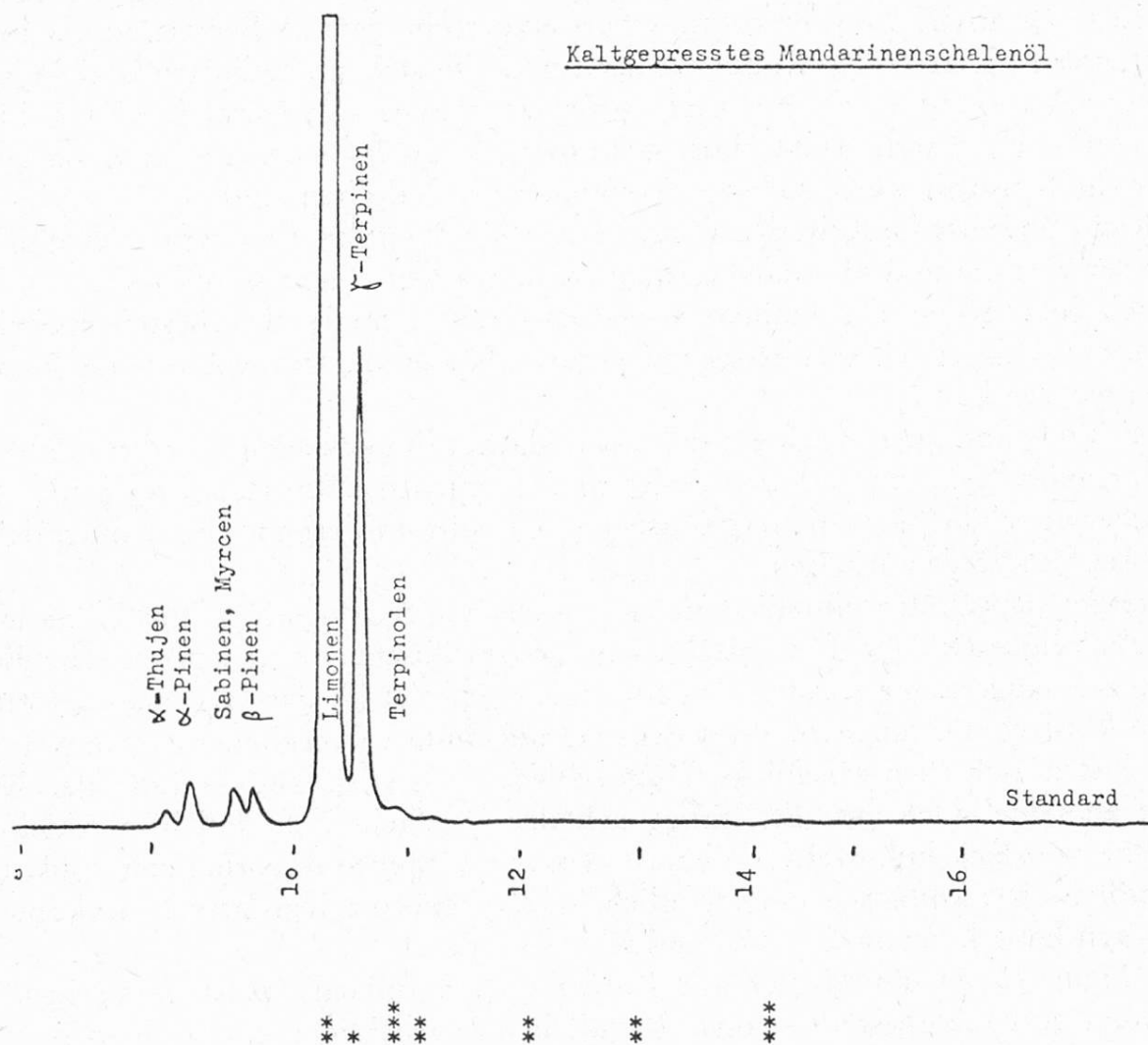
In Figur 10 ist ein Muster aus Italien dem Standard des sizilianischen Zitronenöles gegenübergestellt, wobei vor allem der erhebliche Unterschied bei den Monoterpen-KW auffällt.

Andererseits können nur relativ wenig Sesquiterpen-KW, sowie Neryl- und Geranylacetat beobachtet werden, währenddem der Gehalt an Citral recht normal erscheint. Mutmaßlicherweise wurde das teure Zitronenöl mit billigen Orangerterpenen gestreckt und der geforderte Citralgehalt durch Zusatz von billigem synthetischem Citral erreicht. Damit lassen sich die festgestellten Abweichungen erklären. Auch hier ist das Gesamtöl nach wie vor toxikologisch unbedenklich, muß aber als synthetisch verstärkt betrachtet werden und kann somit nur in synthetischen Aromen Eingang finden.

Abschließend möchte ich mich noch dem Gebiete der Vanille-Extrakte zuwenden. Die Vanille-Schoten werden zerkleinert, üblicherweise mit wäßrigem Alkohol extrahiert und der eingeeengte Extrakt gelangt auf den Markt. Zur Kontrolle dieser Extrakte setzen wir drei Kriterien:

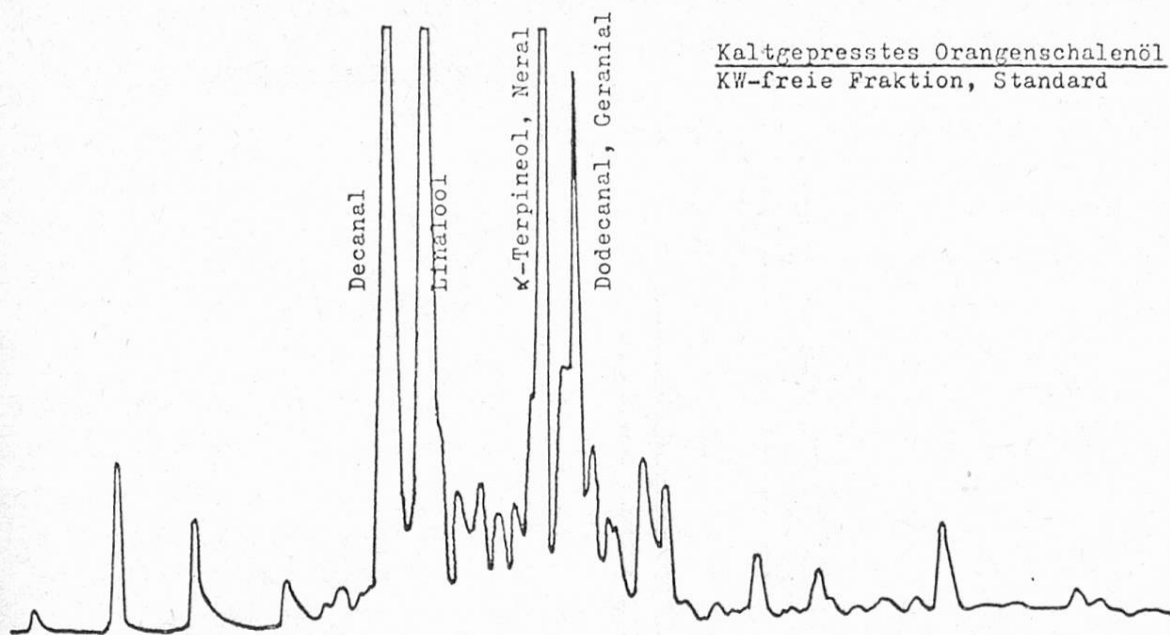
1. Der Gehalt an Vanillin wird UV-spektrophotometrisch bestimmt und soll mit dem eventuell deklarierten Schotengehalt übereinstimmen. Unsere Erfahrung geht dahin, daß mittels Extraktion maximal 5 % Vanillin bezüglich der trockenen Schoten gewonnen werden können, und daß die üblichen und

Figur 7

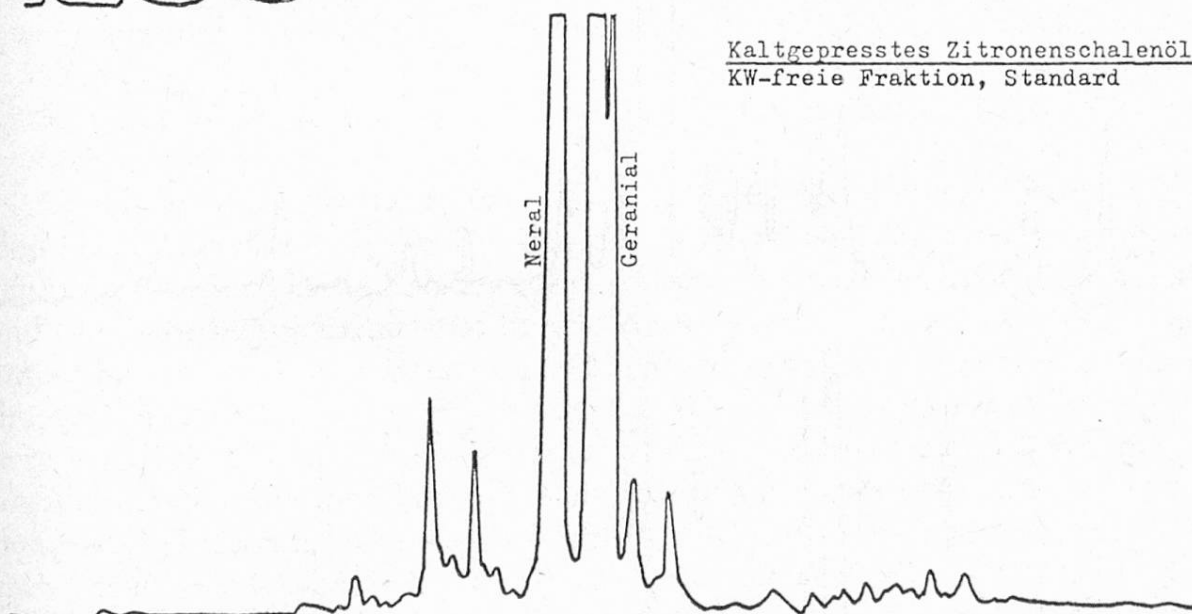


Figur 8

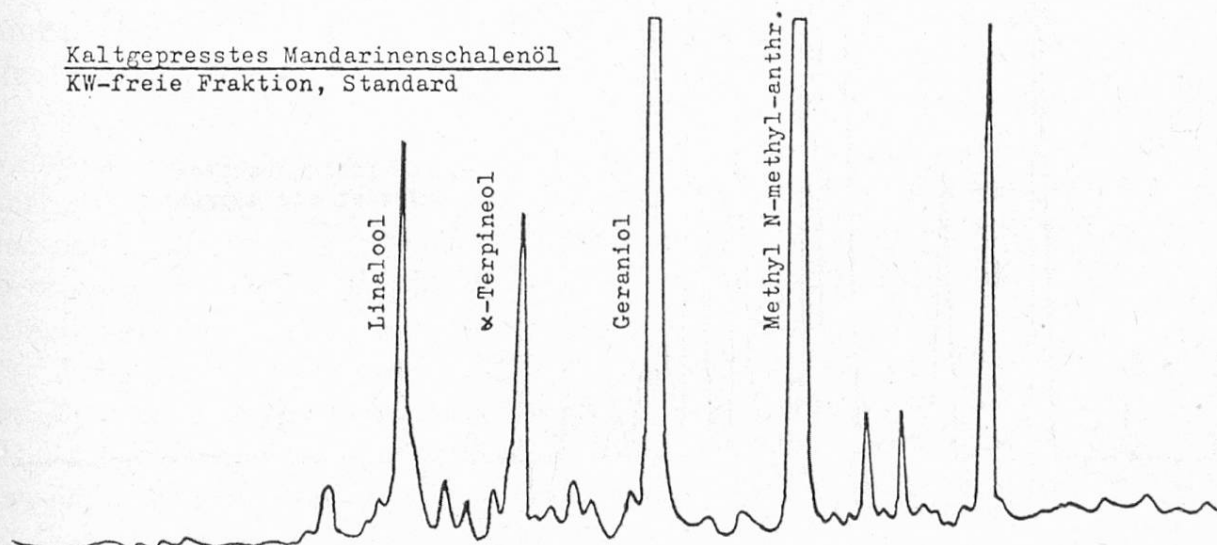
Kaltgepresstes Orangenschalenöl
KW-freie Fraktion, Standard



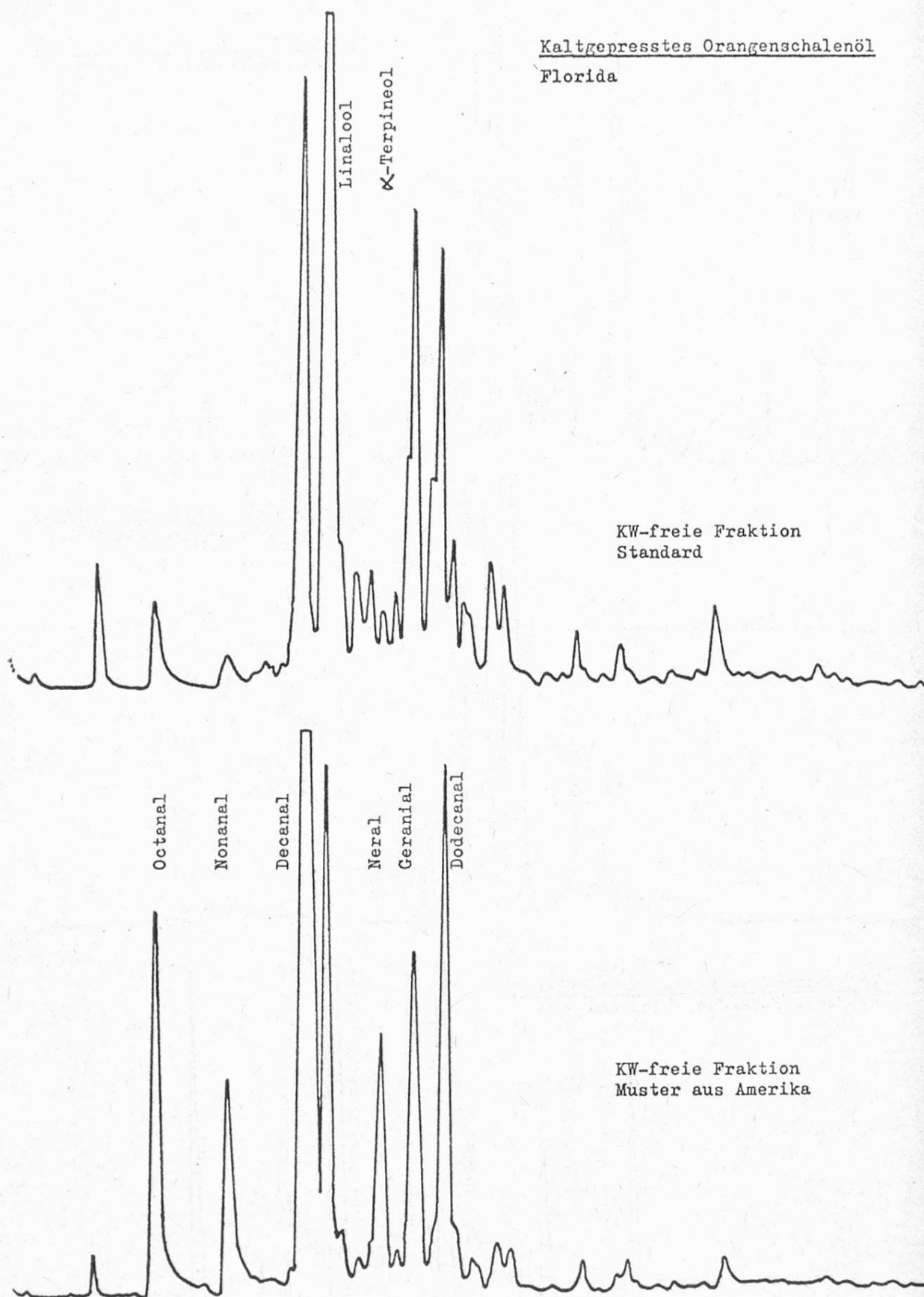
Kaltgepresstes Zitronenschalenöl
KW-freie Fraktion, Standard



Kaltgepresstes Mandarinenschalenöl
KW-freie Fraktion, Standard



Figur 9



legislativ konformen Methoden ungefähr 2,5 % Vanillin aus den Schoten freisetzen. Die Ausbeute an Extrakt beträgt ungefähr 50 % und somit sollte ein Extrakt nach üblichen Verfahren ca. 5 % Vanillin enthalten. Mit Diäthyläther läßt sich aber der Vanillingehalt des Extraktes bis auf ca. 15 % steigern, wobei aber die Ausbeute an Extrakt gering ist (ca. 20 %).

2. Der Extrakt wird im Dünnschichtchromatogramm mit einem Standardextrakt verglichen.
3. Eine Probe des Extraktes wird destilliert (-200°C im HV); um die im GC störenden Zucker- und Fettanteile zu entfernen. Die GC der bekanntesten Bourbon- und Tahitiextrakte sind in Figur 11 wiedergegeben.

Abweichungen von diesen Standard-GC sind wohl möglich, aber die Ernteschwankungen und die geographische Provenienz ergeben zumindestens im GC keine allzugroßen Schwankungen. Ein Vanille-Extrakt aus Australien ist in Figur 12 wiedergegeben.

Bei diesem Extrakt wurden 13,5 % Vanillinanteil bestimmt und im DS fehlten die charakteristischen Flecken der Nebenkompenten. Wenn im GC dem Standardextrakt gegenübergestellt, findet man keine zusätzlichen Signale, jedoch die Spurenkomponenten stark abgeschwächt und den Vanillinpeak stark verstärkt.

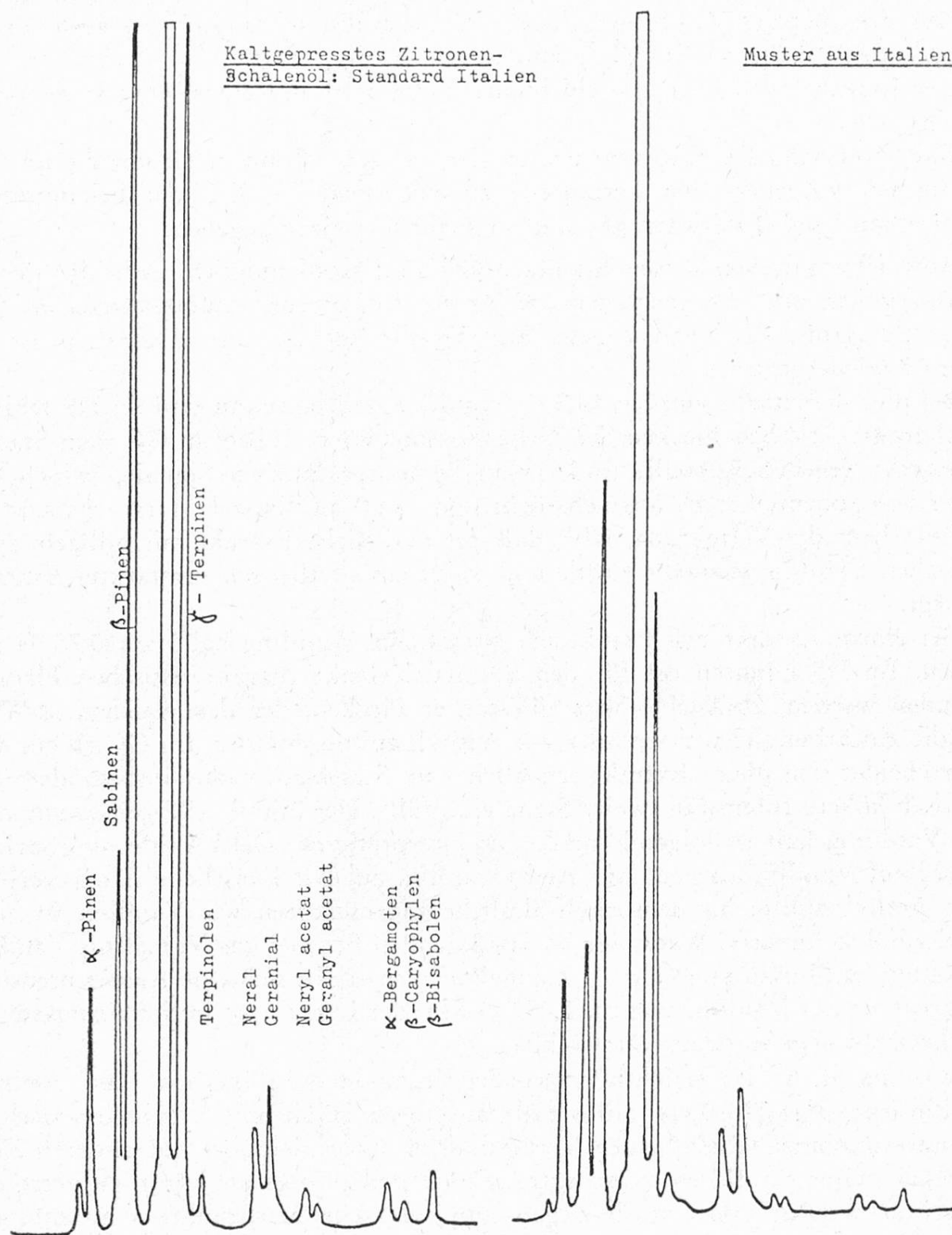
Hier liegt die Vermutung nahe, daß der natürliche Extrakt mit billigem synthetischen Vanillin gestreckt wurde und somit ein synthetisch verstärkter Extrakt vorliegt.

Bei einem Extrakt aus Frankreich wurde ein Vanillingehalt von 0,75 % gemessen. Im DS konnten die für den Standardextrakt charakteristischen Flecken gefunden werden, zusätzlich aber ein starker Flecken, der den gleichen rf-Wert und die Anfärbungscharakteristika wie Aethylvanillin aufwies. Im GC (Figur 13) unterscheidet sich dieser Extrakt erheblich vom Standard, wobei insbesondere die drastisch höhere Intensität zweier Signale auffällt. Der mittels UV gemessene, niedere Vanillingehalt ist folgendermaßen zu interpretieren: Die UV-Messung spricht sowohl auf Vanillin als auch auf Aethylvanillin an. Die künstliche Aromaverbindung Aethylvanillin hat sensorisch ähnliche Eigenschaften wie Vanillin, ist aber ca. viermal so intensiv. Wenn wir im vorliegenden Beispiel das Verhältnis Vanillin zu Aethylvanillin zu ungefähr 1 : 2 annehmen, so ergibt sich eine Aromaintensität umgerechnet auf Vanillin von ca. 2,25 %, d. h. der Extrakt ist in der Aromastärke durchaus mit dem Standard vergleichbar.

Wie aus dem GC ersichtlich, wurden insbesondere Piperonal und Aethylvanillin zugesetzt (Aethylvanillin fällt auf dieser Säule mit 5-Hydroxymethylfurfural zusammen; diese beiden Verbindungen lassen sich aber auf anderen Säulen ohne weiteres auflösen). Der Extrakt muß demzufolge als künstlich verstärkt betrachtet werden und hat deswegen nur eine sehr beschränkte Anwendungsmöglichkeit.

Anhand dieser Beispiele hoffen wir gezeigt zu haben, daß sich die GC vorzüglich zur analytischen Kontrolle von Aromen und deren Komponenten eignet. Die ausgezeichnete Auflösung ergibt eine Vielzahl von Informationen, die aber wegen der qualitativ bescheidenen Aussage mit anderen Kenntnissen (Sensorik,

Figur 10

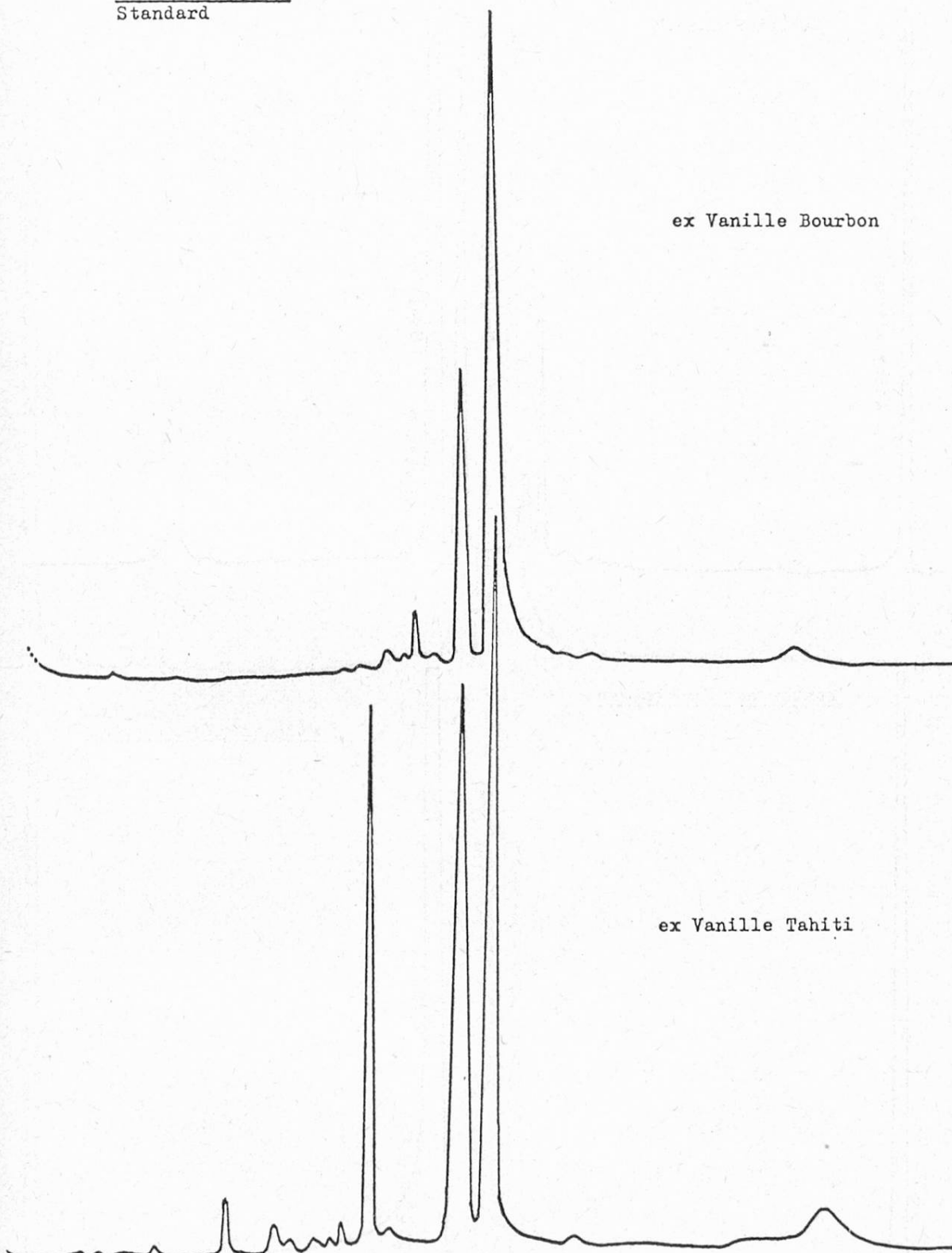


Figur 11

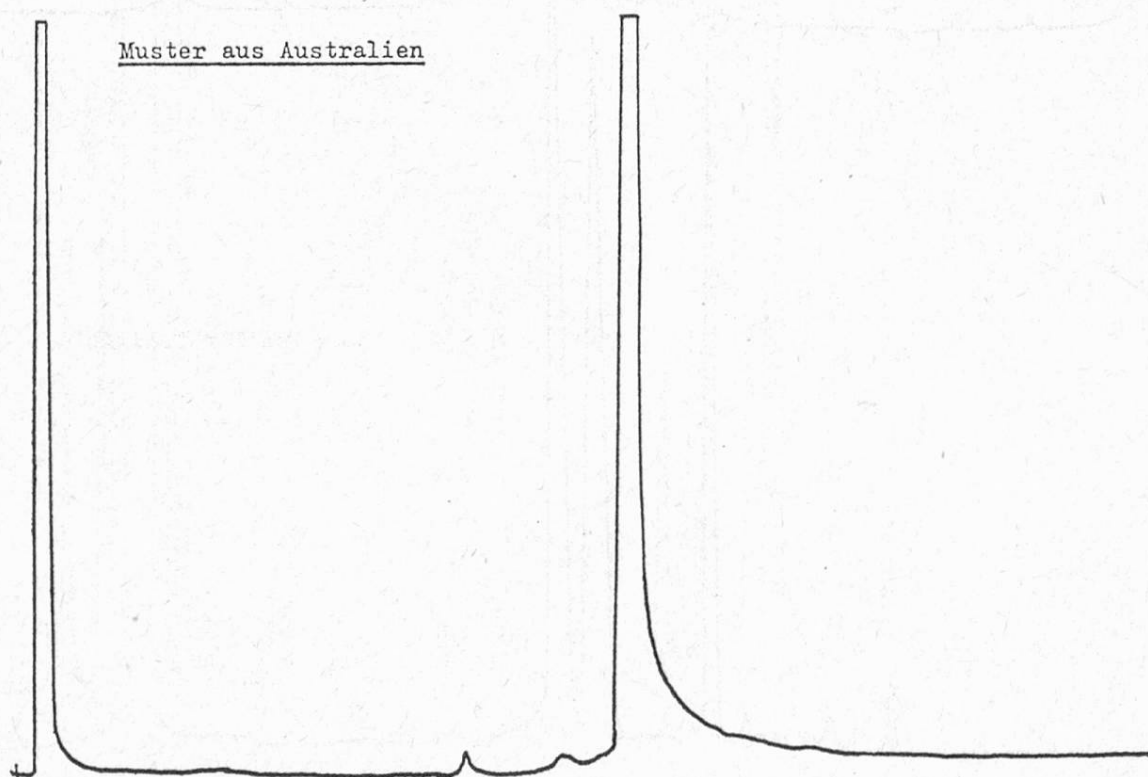
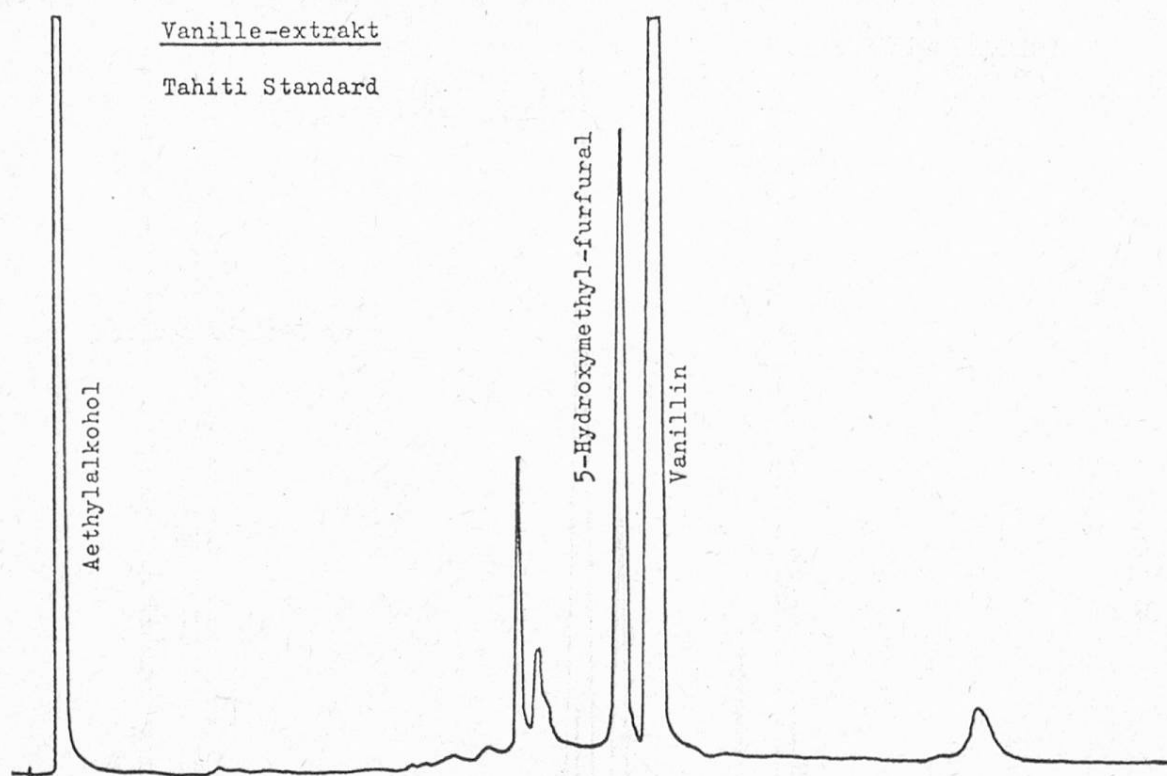
Vanille-extrakt
Standard

ex Vanille Bourbon

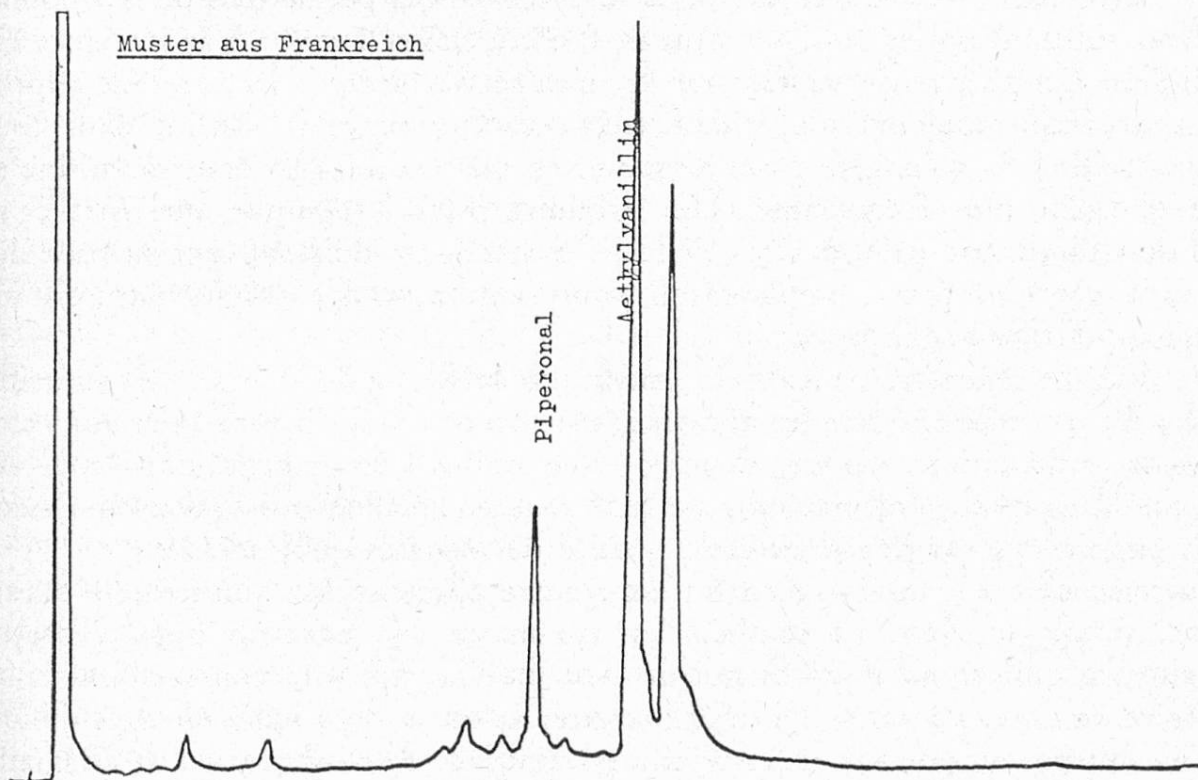
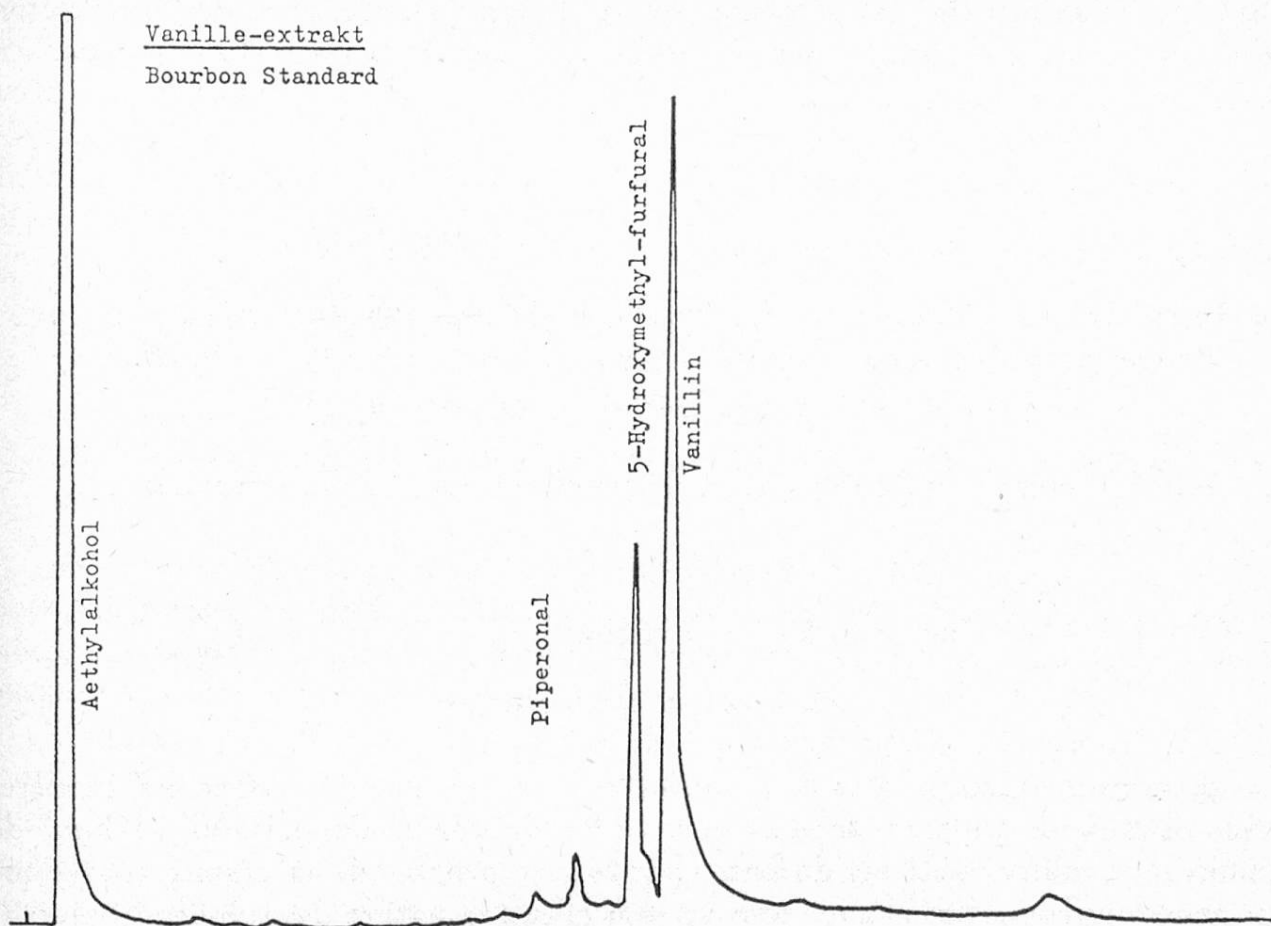
ex Vanille Tahiti



Figur 12



Figur 13



andere analytische Befunde) kombiniert werden müssen. Diese Vielzahl an Charakteristika erlaubt, die größten Verfälschungen zu erkennen und wir hoffen damit zu erreichen, sowohl den Konsumenten als auch uns selbst vor groben Täuschungen zu bewahren.

Prof. Dr. H. Flück, Pharmazeutisches Institut der ETH, Zürich:

«Anwendung der Dünnschichtchromatographie bei der Identifizierung und Reinheitsprüfung der ätherischen Öle unter besonderer Berücksichtigung der chemischen Variabilität der botanischen Art»

Cette conférence sera publiée dans un prochain numéro des «Travaux».

Dr. Ch.-A. Vodoz, Firmenich & Cie., Genève:

«Arômes et toxicologie»

On constate depuis quelques années un intérêt croissant pour les matières aromatisantes de la part de tous ceux qui s'occupent, de près ou de loin, de chimie alimentaire. Ceci est dû entre autres aux progrès de la chimie analytique qui nous font connaître chaque jour un peu mieux la nature des substances aromatisantes naturelles, et à ceux de la chimie de synthèse qui permettent de reproduire ces mêmes substances avec toujours plus de facilité, même lorsque leur structure est compliquée. On trouve de ce fait sur le marché des arômes de synthèse reproduisant de façon toujours plus fidèle leurs modèles naturels. Enfin, dans tous les pays civilisés, la ménagère passe de moins en moins de temps dans sa cuisine et achète d'autant plus fréquemment les produits prêts à l'emploi que met à sa disposition l'industrie alimentaire. Celle-ci, à son tour, doit souvent utiliser des arômes de synthèse pour compléter ou pour remplacer des arômes naturels instables ou difficiles à se procurer.

Cet état de chose ne peut évidemment pas laisser indifférentes les autorités chargées du contrôle des denrées alimentaires; ces autorités doivent faire respecter les lois et ordonnances sur les denrées alimentaires qui exigent, dans tous les pays, que la nourriture offerte ne contienne rien de nocif et que le consommateur ne soit pas trompé sur la nature et la qualité des denrées qu'il achète.

Que rien de nocif ne doive entrer dans notre alimentation quotidienne paraît évident, simple et clair. Le malheur est qu'on ne sait pas très bien comment distinguer ce qui est nocif de ce qui ne l'est pas. La nocivité comme l'innocuité est affaire de dose. Paracelse l'a déjà constaté: «c'est la dose seule qui fait qu'une chose ne soit pas un poison». Il est d'ailleurs amusant de constater qu'en allemand poison se dit «gift», étymologiquement apparenté à «geben», de même que dose, du grec «dosis», tire également son sens du verbe donner. Le langage reconnaît

donc depuis toujours l'interdépendance étroite entre quantité ingérée et effet toxique.

Il n'y a pas si longtemps, la plupart des lois alimentaires ne spécifiaient rien du tout sur la nature des substances aromatisantes, mais spécifiaient plutôt les modalités d'emploi de celles-ci selon leur origine naturelle ou synthétique. Le fait que la toxicité de ces substances soit encore relativement mal connue s'explique par une série de raisons:

1. faibles dosages utilisés,
2. constitution toxicologiquement anodine en général,
3. identité de la plupart avec des substances aromatisantes naturelles,
4. nombre considérable de substances aromatisantes,
5. faible pourcentage de notre nourriture quotidienne susceptible d'être aromatisée.

Ces raisons expliquent aussi pourquoi le législateur n'a pas jugé bon, pendant fort longtemps, de préciser la notion d'innocuité dans le domaine des arômes, autre raison pour laquelle les fabricants ne se sont guère sentis stimulés à entreprendre des travaux dans ce sens.

C'est en 1952 qu'éclata la «bombe de la coumarine». Cette substance a une odeur douce rappelant à la fois le caramel et le foin, et son arôme se marie très bien avec celui de la vanilline. Mais lors de tests toxicologiques de routine effectués par un important utilisateur américain de coumarine dans les produits alimentaires, on a trouvé qu'elle était plus toxique qu'il n'aurait fallu. Après des tests complémentaires, les fabricants de coumarine des Etats-Unis ont eux-mêmes demandé (et obtenu) son interdiction à la Food and Drug Administration, du moins quant à son emploi dans les denrées alimentaires. Cette interdiction a alarmé tous les grands producteurs d'arômes. L'un d'entre eux a d'ailleurs fondé à ce moment son propre laboratoire de toxicologie.

Il est bon de rappeler qu'on trouve passablement d'autres corps nettement toxiques qui, comme la coumarine, se trouvent dans notre nourriture quotidienne; citons par exemple la sérotonine (hydroxy-5-tryptamine) que l'on trouve dans les noix, les bananes et les tomates, la goîtrine et d'autres substances antithyroïdiennes dans de nombreuses espèces de choux et autres légumes, l'acide cyanhydrique (sous forme de glucoside) dans les amandes amères, les amandes de pêches et d'abricots, les oxalates dans les épinards, la rhubarbe, le persil etc., l'histamine dans les vins; la noix muscade est connue pour être hallucinogène à haute dose et les essences d'agrumes sont soupçonnées d'être co-cancérigènes(1). On pourrait encore citer bien d'autres exemples sans oublier les plus importants: alcool, caféine et nicotine.

Comme tout être vivant, l'homme est menacé de toutes parts. Au cours de sa très longue évolution, il a appris à se défendre de mieux en mieux contre des dangers de moins en moins évidents et de plus en plus sournois, souvent même insoupçonnés il y a peu de temps encore. Dans le domaine qui nous intéresse, il est clair qu'on ne pourra jamais éliminer toutes les substances plus ou moins suspectes

de notre nourriture. Nous devons apprendre à les mieux connaître, de façon à perfectionner notre diète qualitativement et quantitativement. Ainsi, nous éviterons d'exposer notre organisme à des concentrations de substances dangereuses supérieures à celles qu'il peut tolérer sans risque à la longue.

Ce problème des tolérances est essentiel en ce qui concerne l'appréciation toxicologique des arômes. On verra plus loin qu'il est pratiquement irréalisable de n'utiliser dès maintenant que des arômes naturels ou de synthèse dont la toxicité serait connue totalement par le moyen d'essais sur animaux, leur choix étant beaucoup trop restreint. Donc pour le moment, au lieu de se demander comment ces substances manifestent leur toxicité à des doses énormes n'ayant aucun rapport avec la réalité, il est préférable de se demander plutôt jusqu'à quel point les doses utilisées couramment peuvent être raisonnablement considérées comme inoffensives.

Cette question s'est posée avec acuité aux Etats-Unis, en 1958, lors de la promulgation d'une nouvelle loi sur les denrées alimentaires et les additifs. Cette loi exige en effet que pour être utilisable dans l'alimentation une substance doit être généralement reconnue comme inoffensive («generally recognised as safe») par des experts, ou bien faire l'objet d'une demande officielle d'emploi auprès de la FDA. Les fabricants d'arômes des Etats-Unis, groupés au sein de la Flavor and Extract Manufacturers' Association («FEMA»), ont choisi la première méthode et ont fait étudier très soigneusement la question de l'innocuité et des tolérances des matières aromatisantes par un collège d'experts (toxicologues, pharmacologues, physiologues etc.) très qualifiés, et indépendants de l'industrie des arômes. Ces savants sont partis de l'idée que pour pouvoir juger valablement de l'innocuité de chaque substance aromatisante, il fallait tenir compte d'un certain nombre de critères englobant tous les cas que peut présenter la diversité de ces matières. L'étude des lois et règlements alimentaires des principaux pays du monde a depuis longtemps convaincu l'auteur que les six critères énumérés plus bas permettent effectivement de statuer sur tout les cas possibles. On constate de plus que les pays ou groupes de pays qui ne considèrent les matières aromatisantes qu'à la lumière d'un seul de ces critères sans tenir compte des autres en arrivent automatiquement à certaines absurdités. Le mérite des Américains est d'avoir su considérer l'ensemble de ces critères pour chaque substance et d'en avoir tiré les conclusions de bon sens qui s'imposent. Voici ces critères (2):

1. Données toxicologiques,
2. Données métaboliques,
3. Présence dans les aliments naturels,
4. Analogie avec des substances chimiquement parentes dont la toxicité ou le métabolisme sont connus,
5. L'emploi prévu (dans quels aliments, à quelles doses et à quelles quantités totales).
6. La signification toxicologique de l'emploi prévu.

Nous les examinerons maintenant en détails.

Données toxicologiques: La nocivité ou la toxicité d'une substance est inversement proportionnelle à la dose dont l'ingestion fait apparaître des symptômes désagréables ou dangereux dans l'organisme humain ou animal. La toxicologie est donc la science qui a pour but de chercher d'une part quelles sont ces doses et quels symptômes elles provoquent, et d'établir d'autre part les limites d'innocuité de ces mêmes substances, c'est-à-dire d'estimer les doses maximum qui peuvent être ingérées sans risque par l'homme ou l'animal. La toxicologie est évidemment une science expérimentale basée sur les résultats d'essais sur animaux; l'interprétation de ceux-ci fait appel à de nombreuses disciplines scientifiques (pharmacologie, physiologie, anatomie, histologie, biochimie etc.).

Le principe d'un essai toxicologique est de soumettre à l'action d'une substance un groupe d'animaux, assez nombreux pour que les résultats soient statistiquement valables, et comparé avec un groupe d'animaux témoin ne recevant pas la substance à l'étude. Ces animaux doivent être parfaitement sains, provenir d'un élevage homogène, et être de race pure pour assurer la reproductibilité des essais. La substance peut être appliquée de diverses façons, selon son usage: par voie orale avec la nourriture ou par intubation gastrique directe, par badigeonnage cutané, par inhalation ou par injection (sous-cutanée, intramusculaire, intraveineuse, intrapéritonéale etc.). On sait que la toxicité peut varier très largement selon le mode d'application; les additifs alimentaires sont par conséquent testés par voie orale.

On distingue trois types d'essais toxicologiques principaux permettant de déterminer:

1. la toxicité aiguë,
2. la toxicité à court terme,
3. la toxicité à long terme.

La toxicité aiguë s'exprime par la dose minimum qui tue à coup sûr une certaine proportion des animaux traités; c'est la dose léthale (DL). La dose (déterminée le plus couramment) qui tue la moitié des animaux en expérience s'appelle «DL 50» (dose léthale pour le 50 %). La technique expérimentale de détermination de la DL 50 par voie orale consiste à intuber dans l'estomac des animaux d'expérience (en général des rats) des doses logarithmiquement croissantes de la substance. Un essai préliminaire permet d'estimer dans quel ordre de grandeur se situent les doses toxiques, qui sont précisées alors au cours d'un deuxième essai. En reportant graphiquement la proportion d'animaux morts en fonction de la dose administrée, il est facile d'intrapoler la dose tuant théoriquement la moitié des animaux d'expérience. On dira donc qu'un corps est (3):

1. extrêmement toxique avec une DL 50 d'un milligramme ou moins par kilo,
2. fortement toxique avec 1 à 50 mg/kg,
3. modérément toxique avec 50 à 500 mg/kg,
4. peu toxique avec 500 à 5000 mg/kg,
5. pratiquement non toxique avec 5000 à 15 000 mg/kg,
6. relativement inoffensif avec plus de 15 000 mg/kg.

Si la DL 50 a une importance capitale pour les insecticides, les pesticides et les toxiques de combat, elle en a moins pour des substances du genre de celles qui nous intéressent. Elle donne toutefois des renseignements précieux sur les symptômes d'empoisonnement et sur les organes attaqués; elle permet d'utile comparaisons et enfin c'est un essai peu coûteux. Sur 194 substances aromatisantes, dont 13 huiles essentielles, l'auteur en a trouvé dans la littérature (1) 10 avec une DL 50 de 50 à 500 mg/kg, 111 dont 6 essences de 500 à 5000 mg/kg, 59 dont 7 essences de 5000 à 15 000 mg/kg et 14 avec plus de 15 000 mg/kg. Un autre travail (4) montre que sur 27 huiles essentielles mentionnées dans la pharmacopée allemande, la plus toxique est l'essence de moutarde avec 148 mg/kg après laquelle viennent 10 essences avec une DL 50 de 2600 à 4440 mg/kg, et 16 essences avec une DL 50 de 5200 à 15 000 mg/kg. La plupart de ces substances se situent donc dans les catégories «peu toxique» à «relativement inoffensif». Les DL 50 de 55 arômes complexes, choisis parmi les plus vendus, certains entièrement synthétiques, d'autres naturels, et la plupart un mélange des deux, ont été déterminées aussi. Toutes les DL 50 sont au-dessus de 500 mg/kg: 20 sont entre 500 et 5000 mg/kg, 23 entre 5000 et 15 000 mg/kg et 12 au-dessus de 15 000 mg/kg, la DL 50 la plus basse étant de 1260 mg/kg (1).

La toxicité aiguë ne donne bien entendu aucun renseignement sur l'action que pourrait avoir une substance à la longue. Pour répondre à cette question, on a d'abord recours aux essais dits «à court terme» ou encore «subaigus». Ce type d'essais dure 90 jours chez le rat et un an chez le chien. La substance à l'étude, en ce qui concerne les arômes, est introduite dans la nourriture à des doses variant selon le système employé.

Dans le cas des arômes, dont la toxicité n'est pas très redoutable à priori, on utilise souvent une dose au moins 100 fois supérieure à la dose maximum susceptible d'entrer dans l'alimentation humaine. On part de la dose maximum utilisable dans les types d'aliments que l'on veut aromatiser avec la substance à l'étude et on calcule la dose totale dans la somme des quantités moyennes de ces aliments ingérées par jour et par homme, ces chiffres étant connus d'après des statistiques. Cette dose journalière est alors multipliée par 100 et introduite dans la nourriture des rats dans une proportion telle qu'ils reçoivent, par kilo de poids vif, 100 fois l'apport quotidien calculé pour un «kilo d'homme». Voici un exemple: La substance A est destinée à l'aromatisation de boissons, de glaces, de bonbons et de pâtisserie, à la dose de 0,5 ppm pour les boissons et de 2 ppm pour les autres applications. Si la consommation moyenne de boissons est de 540 g, celle de glaces de 90 g, celle de bonbons de 40 g et celle de pâtisserie de 340 g par jour et par homme, cet homme aura consommé: $0,27 + 0,18 + 0,08 + 0,24$ mg, soit un total de 0,77 mg de substance A par jour, soit encore 1,54 centième de milligramme par «kilo d'homme» (pour un poids moyen de 50 kg); autrement dit le rat devra, lui, consommer 1,54 mg de la substance en question, par kilo de poids vif.

Cette technique, publiée par Oser (5), n'est pas une méthode toxicologique à proprement parler puisque, dans la plupart des cas, les doses sont trop faibles pour provoquer des symptômes d'empoisonnement; mais en cas de résultats favo-

rables elle fournit une garantie raisonnable d'innocuité, dans le cadre des cinq autres critères. Vingt-trois substances ont été testées ainsi par Oser (6) et quarante-deux par Posternak à Genève (7).

Ces essais à court terme ne sont pas encore assez prolongés pour faire apparaître les éventuelles propriétés cancérigènes des substances étudiées; c'est pourquoi on a recours dans ce but à des essais de toxicité à long terme, appelés aussi de «toxicité chronique». Ces essais, généralement effectués sur des rats, durent deux ans. En principe on utilise ou moins deux doses, l'une assez faible pour ne pas exercer d'effets nuisibles pendant la durée d'expérience et l'autre assez forte pour produire un effet net.

On peut naturellement se demander dans quelle mesure les conclusions d'un essai sur l'animal peuvent s'appliquer à l'homme. Comme une incertitude considérable règne à ce sujet, les toxicologues, tels ceux de l'OMS et de la FAO, préconisent dans divers rapports techniques (8) des essais sur plusieurs espèces d'animaux (trois par exemple, dont une «non rongeurs») pour les doses léthales, et sur deux espèces, par exemple rat et chien, pour les essais à court terme (3 mois chez le rat, un an chez le chien). D'autre part, sur la base de la dose minimum sans effet, on établit un dosage supposé sûr pour l'homme égal au centième de ladite dose sans effet. Ce facteur de sécurité de 100 est le produit d'un facteur 10 tenant compte de la variabilité d'une espèce à l'autre par un autre facteur 10 pour compenser la variabilité des sensibilités individuelles, selon Hodge (9).

L'exécution de tous ces types d'essais demande un travail considérable. Le comportement des animaux est vérifié journallement, leur poids est contrôlé chaque semaine ainsi que le poids de la nourriture consommée. A partir de ces deux données, on établit les courbes de croissance et les coefficients d'utilisation de la nourriture. Lors d'un essai à court terme, on fait au moins deux analyses de sang, une au milieu, l'autre à la fin. Au terme de ces essais, les animaux sont sacrifiés et autopsiés; les organes principaux sont pesés puis examinés macroscopiquement et microscopiquement. Les résultats numériques sont soumis à une analyse statistique.

Il n'est donc pas étonnant que ces essais reviennent assez cher. Selon des renseignements fournis par un institut de recherche privé, une DL 50 sur les rats revient à environ 400.— Fr., sur les chiens à environ 2 000. —Fr. Des essais de toxicité à court terme de 3 mois sur les rats et d'un an sur les chiens coûtent respectivement 30 000.— et 60 000.— Fr. environ. Des essais à long terme de deux ans sur rats ou sur chiens coûtent environ 120 000.— Fr. Ces prix n'ont rien d'extraordinaire pour quiconque a visité un laboratoire de recherche toxicologique. Les animaux doivent être maintenus dans des conditions d'hygiène extrêmement strictes pour éviter toutes causes de maladie contagieuse pouvant fausser les résultats. La surveillance des animaux demande un personnel qualifié; les autopsies, la préparation des coupes, l'examen macroscopique et microscopique des organes et le contrôle des résultats demandent, quant à eux, un personnel hautement spécialisé.

Trois matières aromatisantes ont été jusqu'ici interdites aux Etats-Unis sur la foi d'essais toxicologiques sur des rats: la coumarine, le safrol et l'essence de calamus. Ces trois substances, étudiées à des dosages de 100 à 200 fois supérieurs à ceux pratiqués par l'industrie alimentaire, provoquent des troubles du foie et dans certains cas des tumeurs. Bien qu'il eût été possible — et souhaitable — de fixer des tolérances, les Etats-Unis ont interdit ces produits sur la base de l'«amendement Delaney», qui exige l'interdiction totale de tout corps tant soit peu susceptible de provoquer des cancers à n'importe quelle dose.

Données métaboliques: Les méthodes ci-dessus peuvent être naturellement complétées par l'étude du métabolisme animal et si possible humain. L'utilisation de substances marquées par exemple avec du carbone radioactif permet de mesurer la vitesse d'élimination et le pourcentage éliminé, et inversement, de déceler une éventuelle accumulation de la substance dans certains organes; cette méthode permet aussi de préciser par quelles voies la substance est éliminée, renseignement précieux pour l'étude ultérieure des produits du métabolisme (ou métabolites). C'est là certainement une technique d'avenir vu la quantité et le nombre de renseignements qu'elle permet d'obtenir. Si on peut établir qu'une substance est complètement métabolisée et éliminée de l'organisme en peu de temps, on aura un bon argument en faveur de l'innocuité de la substance. Si, au contraire, elle s'accumule dans l'organisme, on s'en méfiera avec raison.

On utilise parfois aussi, et de plus en plus, des méthodes dites «in vitro» qui consistent à mettre la substance à l'étude en contact avec un homogénisat de tissus d'organes du système digestif tel que le foie. On étudie ainsi l'action métabolique des enzymes de ces tissus. Enfin, on cherche également à mettre au point des méthodes utilisant des cultures artificielles de tissus d'organes sur lesquelles on fait agir les substances à étudier.

Il serait très souhaitable de prévoir et d'étudier un système d'essais métaboliques et toxicologiques successifs et gradués du plus simple au plus compliqué, le résultat favorable du premier essai rendant superflu le deuxième, comme cela se fait déjà pour les produits pharmaceutiques.

Présence dans les aliments naturels — Analogie avec des substances chimiquement parentes dont la toxicité ou le métabolisme sont connus — Emploi prévu.

Tout le monde, ou presque, sait que les arômes — les naturels comme les synthétiques — se composent en dernière analyse de substances définies, aliphatiques, alicycliques, aromatiques et hétérocycliques, caractérisées par toutes sortes de groupes fonctionnels tels qu'hydrocarbures, alcools, aldéhydes, cétones, acétals, acides, esters et éthers, phénols, amines, mercaptans, sulfures et disulfures, isothiocyanates, lactones. L'absence de dérivés phosphorés, halogénés et nitrés est assez frappante.

Les arômes naturels sont généralement d'une très grande complexité; la plupart se composent de quelques dizaines de substances différentes au moins. D'autre part, la concentration des substances aromatiques naturelles dans les denrées alimentaires est généralement très faible; citons le cas de la pêche dont il a fallu

extraire trois tonnes pour obtenir seulement 1,5 cm³ d'essence concentrée très complexe (10).

Les arômes synthétiques sont obtenus par mélange de substances aromatisantes définies, en proportions telles que l'effet soit agréable dans l'application prévue. Pour satisfaire la variété des goûts de ses clients, l'industrie des matières aromatisantes utilise couramment, et par nécessité, plusieurs centaines de substances aromatisantes synthétiques définies ainsi que de très nombreuses huiles essentielles et extraits naturels. Il faut insister sur le fait que les caractéristiques organoleptiques de toutes ces substances sont différentes; leur emploi en si grand nombre est donc une nécessité technique, bien que chaque fabricant s'efforce de limiter son inventaire autant que possible. La liste des substances généralement reconnues comme inoffensives («GRAS») aux Etats-Unis, publiée en février 1965 (11), mentionne 1124 substances dont 368 naturelles (incluant parfois plusieurs types d'extrait de la même plante) et 756 produits chimiques définis dont les $\frac{3}{4}$ sont connus pour exister tels quels dans les substances aromatisantes naturelles, ou sont des combinaisons, esters ou acétals par exemple, de deux substances existant isolément dans des arômes naturels; le $\frac{1}{4}$ restant n'a jamais été trouvé jusqu'ici dans la nature. Parmi ces dernières substances, il y en a beaucoup qui sont de proches parents de corps naturels avec lesquels leur structure présente des analogies plus ou moins grandes. On y trouve par exemple des homologues (vanilline — éthylvanilline, ionones — méthylionones, aldéhydes cinnamiques — aldéhydes alpha-alcoylcinnamiques), des analogues tels que l'hexylidènenecyclopentanone qui rappelle la jasmone, la propylidènenphtalide qui rappelle la sédanolide du céleri, ou encore des combinaisons d'un élément totalement artificiel avec un élément naturel telles que des esters d'acides aliphatiques trouvés dans la nature avec des carbinols aromatiques que l'on n'y trouve jamais. Enfin, certaines de ces substances n'ont vraiment peu ou pas de ressemblance avec des corps naturels comme par exemple les phénylglycidates employés dans les arômes artificiels de fraises, ou le propénylguéthol utilisé dans des vanilles artificielles.

Quand on parle d'analogies de structure, il s'agit bien entendu de celles qui sont déterminantes pour le métabolisme; des analogies purement chimiques peuvent être trompeuses à ce sujet. C'est un domaine exploré à fond en chimie pharmaceutique, mais encore trop peu en «toxicologie aromatique»! Des recherches sont encore nécessaires pour mieux préciser ces analogies.

Les dosages des substances aromatisantes dans les denrées alimentaires sont en général très faibles. *Schlegel* a fait une statistique sur les dosages des substances aromatisantes mentionnées dans la liste «GRAS» de la Flavor and Extract Manufacturers' Association. Elle démontre que la majorité des cas se situent entre 0,1 et 10 ppm (12).

Si l'on considère maintenant les arômes alimentaires commerciaux qui sont des mélanges complexes de substances aromatisantes définies, d'essences naturelles et d'excipients, on arrive à des doses de l'ordre de 50 à 500 ppm pour les produits de confiserie et de biscuiterie, et de 10 à 100 ppm pour les boissons, pour ne citer que ces exemples. Le pourcentage des substances aromatisantes actives dans ces

mélanges est très variable; il dépend de la puissance des substances utilisées, de leur solubilité, de leur prix et de l'utilisation prévue.

Les quantités totales de substances aromatisantes produites n'ont jamais fait l'objet que d'une seule statistique, publiée en 1965 par le Comité des recherches scientifiques de la FEMA; on y trouve aussi les classements par importance organoleptique et d'après le nombre d'utilisateurs.

Signification toxicologique: Pour pallier les difficultés présentées par l'examen toxicologique d'une multitude de substances aromatisantes dont certaines employées en faibles traces, on s'est demandé si et comment on pourrait fixer statistiquement une limite de dosage en dessous de laquelle une telle substance serait déclarée insignifiante du point de vue toxicologique. Un groupe de travail, issu du «Food Protection Committee» («Food & Nutrition Board» — «National Academy of Sciences» — «National Research Council») et présidé par un toxicologue très connu (H. F. Smyth jr.), s'est penché sur le problème aux Etats-Unis. Ses conclusions qui viennent d'être publiées (13) sont conformes au travail de *Frawley* (14) qui traite de la même question à propos des additifs des matériaux d'emballage susceptibles de passer dans les aliments, et sont les suivantes:

L'examen des produits chimiques trouvés dans le commerce et pouvant exercer un effet toxique à faible dose montre qu'on peut les classer dans quatre classes:

1. certaines impuretés ou contaminants d'origine naturelle,
2. certains produits nutritifs essentiels et hormones,
3. certains métaux lourds et leurs composés,
4. certains composés organiques utilisés pour leur activité biologique.

Dans la première catégorie, on trouve par exemple l'aflatoxine, la botuline et la tétródotoxine, toxiques à des concentrations d'environ 0,001 ppm, et dans les catégories 2, 3 et 4, une longue liste de pesticides, de produits pharmaceutiques et de toxiques de guerre pouvant être actifs à des doses d'environ 0,1 ppm. Hors ces quatre catégories, on n'a jamais trouvé de composé commercial susceptible de causer des réactions toxiques à une concentration de moins de 40 ppm dans la diète. Le «Food Protection Committee» prévoit alors quatre classes d'«insignifiance toxicologique»:

- a) Produits chimiques sans nocivité connue, en production commerciale et fabriqués déjà depuis un certain temps (par exemple 5 ans et plus), qui ne sont ni des métaux lourds ni de leurs composés, et qui ne sont pas fabriqués en vue d'activité biologique. La limite serait de 0,1 ppm dans la diète humaine.
- b) Produits de dégradation de pesticides: ceux-ci sont généralement moins toxiques que le produit de départ, à quelques exceptions près. Aussi, à moins que la limite de sécurité du pesticide soit en dessous de 1 ppm, une dose inférieure à 0,1 ppm pourrait être considérée comme insignifiante.
- c) Produits chimiques organiques sans données toxicologiques mais dont la structure répond à certaines conditions. Si la substance est de constitution simple et de pureté connue, si sa structure suggère qu'elle sera facilement métabolisée selon des schémas connus et enfin si elle appartient à un groupe de

substances très parentes qui sont sans exception de faible toxicité, sa limite d'insignifiance serait de 1 ppm dans la diète humaine.

- d) Produits chimiques organiques avec données toxicologiques minimum mais de structure moins apparentée. Pour autant que des études scientifiques adéquates aient établi une dose sûre d'emploi du même ordre de grandeur pour deux substances analogues et que la toxicité aiguë et à court terme de la nouvelle substance et des substances analogues soit de même nature et de même degré, la dose sûre d'emploi de la nouvelle substance devrait être déclarée égale à la dose la plus basse des trois substances analogues. Si ces doses sont à peu près semblables, le niveau d'insignifiance serait égal à $1/10$ de cette dose, et à $1/20$ si ces doses sûres sont assez différentes.

Si ces directives étaient acceptées partout, il serait possible de mieux concentrer le travail toxicologique à faire sur les substances importantes et qui en valent la peine. C'est d'ailleurs dans ce but qu'elles ont été conçues.

Avant de conclure, il faut encore mentionner que l'idéal des toxicologues membres des groupes d'experts de l'OMS serait de fixer pour chaque substance aromatisante un «apport quotidien admissible» (en anglais «acceptable daily intake»), exprimé en milligramme par kilo d'homme et par jour. Dans le domaine des arômes, il est malheureusement à peu près impossible de transformer ce théorique «apport quotidien admissible» en dosages utilisables pratiquement par l'industrie alimentaire. Cet apport pourrait tout au plus être vérifié après coup, sur la base de vastes statistiques internationales (encore inexistantes) englobant la production des matières aromatisantes comme celle des aliments aromatisés, ce qui paraît bien académique. La fixation d'un «apport quotidien admissible» est mieux justifiée pour d'autres additifs alimentaires tels que les agents conservateurs.

Contrairement à d'autres substances susceptibles de se trouver dans notre nourriture, telles que les mycotoxines ou certaines toxines microbiennes, les arômes ne représentent pas de réels dangers pour la santé humaine. L'industrie des arômes est cependant consciente des efforts à faire pour mieux connaître la toxicologie de ses produits; c'est pourquoi elle s'est organisée récemment sur le plan international dans le but de coordonner ses efforts dans ce sens, en fondant l'«International Organization of the Flavor Industry» (IOFI). Ce faisant, l'industrie des arômes souhaite pouvoir donner aux autorités comme à ses clients des garanties toujours plus solides de l'innocuité de ses produits.

Références

1. Vodoz C.-A.: *Bibl Nutr. & Dieta* **9** 87 (1967).
2. Hall R. L. & Oser B. L.: *Food Technol.* **15** (12) 20 (1961).
3. Hodge H. C.: *Amer. Ind. Hyg. Ass. Quarterly* **10** (4) 93 (1949).
4. von Skramlik E.: *Pharmazie* **14** 435 (1959).
5. Oser B. L. et al.: *Food Cosm. Tox.* **3** 163 (1965).
6. Oser B. L. et al.: *Food Cosm. Tox.* **3** 563 (1965).

7. Posternak J. M. et al.: Food Cosm. Tox. **7** 405 (1969).
8. Organisation Mondiale de la Santé — Série de Rapports Techniques Nos. 144 (1958), 341 (1966), 348 (1967), 383 (1968).
9. Hodge H. C.: Food Cosm. Tox. **1** 25 (1963).
10. Jennings W. G.: Food Sc., **29** 796 (1964).
11. Hall R. L. & Oser B. L.: Food Technol. **19** 151 (1965).
12. Schlegel W., Lebensmittelchemie & gerichtliche Chemie **22** 14 (1968).
13. Guidelines for estimating toxicologically insignificant levels of chemicals in food (National Academy of Sciences — National Research Council — Washington, D. C. 1969).
Voir résumé: Food Chemical News du 3. 2. 1969, page 29.
14. Frawley J. P.: Food Cosm. Tox. **5** 293 (1967).

Dr. W. Schlegel, Givaudan-Esrolko AG, Forschungsgesellschaft, Dübendorf:

«Gesetzliche Regelung der Verwendung von Aromen»

Die Situation der gesetzlichen Bestimmungen der Anwendung von Aromastoffen, so wie sie sich im Moment präsentiert, ist für alle von uns, für die Lebensmittel-Industrie und für alle Firmen unserer Branche, eine Angelegenheit von ausschlaggebender Bedeutung.

Mein Referat enthält weder Graphiken, Tabellen noch andere Daten, vielmehr möchte ich Sie bitten, das was ich Ihnen zu sagen habe und was mir nach dem excellenten Exposé meines sehr geschätzten Herrn Vorredners noch zu sagen übrig bleibt, als eine kleine Plauderei, über ein für uns äußerst wichtiges Thema aufzufassen. Das, was ich Ihnen sagen möchte, hat eigentlich wenig mit exakten Wissenschaften zu tun. Gewiß, es handelt sich hier um Gesetze und dabei spielt die Rechtswissenschaft eine Rolle; die Botanik, wenn es darum geht die Pflanzen und ihre Herkunft exakt zu bestimmen; die Chemie, wenn es darum geht, Produkte oder Aromastoffe herzustellen oder zu identifizieren; die Physik, ja sogar die Mathematik, nämlich wenn es darum geht, die Dosierung eines Aromastoffes in der täglichen Nahrung zu errechnen. Aber die anderen Faktoren, die viel wichtigeren Faktoren, die das Verhältnis zwischen Aromen bzw. Aromastoffen und den sich mit ihrer Anwendung befassenden Gesetzen bestimmen, sind nicht zu übersehen. Es handelt sich um psychologisch emotionelle Erscheinungen und zum Teil auch um rein politisch-wirtschaftliche Einflüsse. Ich soll Ihnen über den jetzigen Stand der gesetzlichen Bestimmungen auf dem uns interessierenden Sektor berichten: das heißt mit anderen Worten, ich soll Ihnen etwas beschreiben, gewissermaßen eine Momentaufnahme der Situation schildern, aus der Sie ersehen, wie unsere Produkte, die Aromen und Aromastoffe einerseits und die gesetzlichen Bestimmungen ihrer Anwendung andererseits, zueinander stehen. Lassen Sie mich dieses Bild, bevor ich Ihnen die Einzelheiten schildere, kurz beschreiben.

Das Bild ist unscharf, es ist diffus, denn es handelt sich eben nur um eine Momentaufnahme einer sich fast täglich ändernden Situation.

Andere Ursachen ergeben sich aus der Geschichte einerseits der Aromenindustrie, andererseits aber auch aus der Geschichte der Gesetzgebungen aus dem Gebiet

der Lebensmittel. Halten wir kurz Rückschau. Wann wurde die Aromenbranche gegründet? — Man weiß es nicht, denn es läßt sich heute nicht mehr feststellen. Sicher hat das Bestreben der Menschheit eine bedeutende Rolle gespielt die Aromen zu konservieren, um sie auch dann genießen zu können, wenn sie von der Natur nicht offeriert werden. So ist sicher die Herstellung der Konfitüre sowie die Behandlung von Früchten mit konservierenden Stoffen auf das Bestreben zurückzuführen, die Aromen von Früchten auch im Winter zur Verfügung zu haben. Zwar hatte man damals keine Konservierungsmittel, man nahm dafür Branntweine oder Rum, um damit haltbare Extrakte für die Aromatisierung von Nahrungsmitteln herstellen zu können. In jedem Falle aber war bis zum Ausgang des letzten Jahrhunderts die haltbare Form, das heißt die Konservierung von natürlichen Lebensmitteln und damit auch von natürlichen Aromen, die einzige Methode einer sich nur zaghaft entwickelnden Industrie. Erst gegen Ende des letzten Jahrhunderts wurde der fruchtbare Charakter der Acetate von Fuselalkoholen entdeckt und damit war sicher auch der Grundstein für die heutige Industrie gelegt. Mit welcher Intuition damals gearbeitet wurde, kann am Beispiel der γ -Laktone ermesselt werden, die bereits in der zweiten Dekade unseres Jahrhunderts synthetisiert und konsequenterweise als Riech- und Aroma-Stoffe verwendet wurden.

Erst vor wenigen Jahren gelang es nämlich mit unvorstellbar aufwendigen, wissenschaftlichen Methoden, diese Stoffe auch in der Natur nachzuweisen. Aber bereits im 3. Jahrzehnt unseres Jahrhunderts wurde angefangen ernsthaft Forschung zu betreiben. Heute stehen wir einer kaum überblickbaren Lawine von wissenschaftlichen Informationen über die Zusammensetzung natürlicher Aromen gegenüber. Diese Entwicklung hat aber erst mit der Entdeckung der modernen Methoden der Auftrennung, Isolierung und Identifizierung von chemischen Produkten eingesetzt. Vor dieser Zeit mußte sich die Aromen-Industrie mit für unsere heutigen Vorstellungen relativ wenigen Chemikalien begnügen, die in großen Mengen in der Natur gefunden wurden und daher leicht zu identifizieren und leicht zu synthetisieren waren. Das hat dazu geführt, daß das gesamte «know-how» unserer Industrie im Schatz der in legendären Tresoren aufbewahrten Formelsammlungen zu finden waren, denn wie Sie wissen, sind Aromen komplizierte Gemische einer Vielzahl von Aromastoffen. Eine Folge davon war, daß unsere Industrie leider bis vor wenigen Jahren die Publizität gescheut hat. Man wußte nichts von unserer Industrie. Noch heute haben wir Schwierigkeiten, unseren Kunden zu erklären, was wir sind, was wir wollen und was wir herstellen.

Schauen wir uns aber einmal kurz die Geschichte der Lebensmittelgesetzgebung an, die sehr weit zurück geht. Schon in der Antike wurden Maße und Gewichte von Amtes wegen definiert, um dem Konsumenten seine Rechte zu sichern. Aus allen Jahrhunderten liegen Berichte vor, daß Bußen und zum Teil harte Strafen über diejenigen verhängt wurden, die bei der Herstellung oder beim Vertrieb von Lebensmitteln unerlaubte Methoden angewendet haben.

Weinverfälschungen gibt es nicht erst seit einigen Jahren, es gab sie schon im Altertum. Aber bis zum ersten Weltkrieg waren die Lebensmittelgesetze praktisch ausschließlich dazu bestimmt, den Konsumenten vor dem Getäuschtwerden zu

schützen. Das heute so wichtige Argument der Toxizität trat in den entsprechenden Gesetzen nicht in Erscheinung. Erstmals wurde im französischen Gesetz von 1905 erwähnt, daß nur unschädliche Stoffe als Zusatz zu Lebensmitteln verwendet werden dürfen. Was der Grund für die Aufnahme dieser Bestimmung im französischen Gesetz war, ist mir unbekannt, denn die toxikologischen Aspekte haben damals sicher noch nicht die Rolle gespielt, die sie heute spielen. Wir wissen nur, daß tatsächlich während des ersten Weltkrieges in Holland einmal Nitrobenzol zur Aromatisierung einer Nachspeise verwendet wurde. Was übrigens erklären mag, daß auch heute noch im deutschen Gesetz in einer Negativ-Liste Nitrobenzol als nicht erlaubter Aromastoff aufgeführt ist.

In unserem schnell-lebigen Jahrhundert, das neben sozialen Reformen auch leider Kriege, Notstände und Enttäuschungen gebracht hat, hat sich ein ausgeprägtes Schutz-Bedürfnis des Konsumenten entwickelt. Und diese Entwicklung hält heute noch an. Sie hat zur heutigen Situation geführt und wird wohl auch in Zukunft die Lebensmittelgesetzgebung sowohl national wie international beeinflussen. Dieses Schutzbedürfnis des Konsumenten äußert sich in zweierlei Begehren, einerseits möchte er wissen, daß die ihm zur Verfügung stehende Nahrung frei von gesundheitsschädigenden Stoffen ist, andererseits möchte er nicht getäuscht werden. Er möchte wissen, was er kauft. Der erste dieser Beweggründe, nämlich die Aspekte der Toxizität, wurden von meinem Herrn Vorredner ausführlich beschrieben und gehören nicht in den Rahmen meines Vortrages. Ich habe das Vergnügen, mich mit dem Problem der Täuschung des Konsumenten auseinanderzusetzen und das ist ein sehr problematisches Vergnügen. Bevor ich Ihnen den gegenwärtigen Status beschreibe, muß ich Ihnen noch ein paar Definitionen geben, die zum Verständnis all dessen, was später gesagt werden soll, erforderlich sind.

Zunächst zu den Aromen. Bei den *Aromen* allgemein unterscheiden wir zwischen den natürlichen Aromen, welches Präparate von Naturprodukten sind, die entweder durch Konzentration, Extraktion, Auspressen oder durch irgendwelche andere Methoden gewonnen wurden, und den von Menschenhand hergestellten Aromen, die wohl natürliche Aromen, so wie ich sie eben beschrieben habe, enthalten können, die aber zusätzlich noch andere Produkte, nämlich synthetisch hergestellte Aromastoffe enthalten. Die *Aromastoffe* sind die Bausteine von Aromen. An Aromastoffen unterscheiden wir analog zu den Aromen: natürliche, synthetische und künstliche Aromastoffe. Natürliche Aromastoffe sind die Bausteine von natürlichen Aromen, während wir unter synthetischen Aromastoffen naturidentische oder synthetisch hergestellte Produkte verstehen, die in ihrem chemischen Aufbau mit den natürlichen Aromastoffen identisch sind, aber in modernen Anlagen auf synthetischem Wege hergestellt wurden. Rein natürliche Aromastoffe, das heißt chemisch definierte Substanzen, die aus der Natur isoliert wurden, werden heute nur noch wenig verwendet. Ich möchte Ihnen als Beispiel nur drei nennen, nämlich das Citral, das Menthol und das Carvon. Alle drei stehen heute noch in natürlicher Form zur Verfügung, werden aber jetzt schon weitgehend durch ihre synthetisch hergestellten Ebenbilder verdrängt.

Außer den natürlichen Aromastoffen, die wir aus der Natur gewinnen und den naturidentischen aber synthetisch hergestellten Aromastoffen, kennen wir noch künstliche Aromastoffe, die ebenfalls synthetisch hergestellt werden, jedoch bisher in natürlichen Aromen noch nicht nachgewiesen werden konnten, sich aber trotzdem infolge ihrer sensorischen Eigenschaften zur Herstellung von Aromen eignen.

Hinsichtlich der Gesetzgebung möchte ich nur zwei bei uns übliche Begriffe definieren, nämlich den der horizontalen und den der vertikalen Regelung des Gebrauchs von Lebensmittelzusatzstoffen. Wir nennen das Erstellen von positiven oder negativen Listen, das heißt, die Festlegung der zugelassenen und/oder der verbotenen Lebensmitteladditive eine horizontale Art der Reglementierung im Gegensatz zur vertikalen Gesetzgebung, die durch Aufstellung von Standards die Anforderungen hinsichtlich Herstellung, Behandlung und Qualität eines Lebensmittels und damit auch die Verwendung von Lebensmittelzusatzstoffen in diesen Lebensmitteln ein- oder ausschließt.

Ich habe soeben den Begriff des Lebensmittelzusatzstoffes verwendet und ich möchte der Vollständigkeit halber den Originaltext des CODEX ALIMENTARIUS betreffend die Definition von Lebensmittelzusatzstoffen zitieren:

«The term «food additive» means any substance, not being a food per se, the intended use of which results, or may reasonably be expected to result, directly or indirectly, in it or its by-products becoming a component of, or otherwise affecting the characteristics of a food. The term includes any substance intended for use in producing, manufacturing, packing, processing, preparing, treating, packaging, transporting, or holding food; and includes any source of radiation intended for any such use.»

Und nun, meine Damen und Herren, kann ich Ihnen beschreiben, wie heute die Verwendung von Aromastoffen in den verschiedenen Ländern gehandhabt wird. Wir können effektiv je nach den dort gültigen Bestimmungen vier große Ländergruppen unterscheiden:

1. Diejenigen Länder die sich in ihren Bestimmungen über die Verwendung von Aromastoffen den USA angepaßt haben. Das sind Skandinavien, gewisse lateinamerikanische Länder und einige Staaten des Commonwealth. In den USA werden konsequent und ausschließlich die eine Lebensmittelgesetzgebung notwendig machenden Faktoren, nämlich die Toxizität bzw. Unschädlichkeit der Additive und die Konsumenten-Erwartung berücksichtigt. Gesundheitsschädliche Zusatzstoffe werden durch das Erstellen von Positiv-Listen ausgeschlossen, während der Konsumenten-Schutz durch eine strikte Deklarations-Pflicht gewährleistet wird, und in der Tat scheint mir diese Art der Gesetzgebung auch die logischste und die mit wissenschaftlichen Argumenten am Besten zu vertretende Art einer Reglementierung der Verwendung von Zusatzstoffen zu sein. Zumindestens sind die Bedürfnisse des Konsumenten so wie ich sie Ihnen eingangs geschildert habe, nämlich der Wunsch eine Nahrung genießen zu können die frei von schädlichen Stoffen ist und der

Wunsch nicht betrogen zu werden, berücksichtigt. Was die Aromastoffe speziell angeht, so macht diese Art der Gesetzgebung so wie sie sich in den USA präsentiert in Bezug auf die Zulassung von Aromastoffen keinen Unterschied zwischen natürlichen, künstlichen oder synthetischen Aromastoffen. Hingegen wird wohl bei der Deklaration der Lebensmittel zwischen natürlichen, das heißt naturbelassenen und künstlichen, daß heißt von Menschenhand geschaffenen Aromen, unterschieden.

2. Weniger logisch, dafür aber einfacher und konsequenter geht es in Deutschland und Italien zu, wo natürliche Aromen eindeutig bevorzugt werden, wo aber auch synthetische Aromastoffe unbeschränkt verwendet werden dürfen. Hingegen dürfen wenige künstliche Aromastoffe nur unter äußerst erschwerter Bedingung, nämlich mit der Deklaration «mit künstlichen Aromastoffen» verwendet werden und was das in Europa bedeutet, meine Damen und Herren, das wissen Sie alle. Künstliche Aromastoffe werden in Deutschland und Italien beinahe nicht verwendet, sie sind praktisch verboten. Hier wird also deutlich der emotionell bedingten Präferenz des Konsumenten für Natur-Produkte eine Konzession gemacht.
3. Die dritte Ländergruppe zu der ich eigentlich nur Frankreich und teilweise auch unser Land zählen möchte, schließt durch vertikale Bestimmungen die Verwendung von synthetischen oder künstlichen Aromastoffen praktisch aus. Es gibt wenige Ausnahmen, die wir hier nicht zu erwähnen brauchen. Auch hier eine Konzession an den Konsumenten.
4. Die vierte Gruppe konstituiert sich aus den Entwicklungsländern, die keine oder nur eine sehr rudimentäre Lebensmittelgesetzgebung besitzen.

Andere Länder, wie zum Beispiel Großbritannien oder Spanien, sind zur Zeit dabei, extensive Gesetzgebungen über die Verwendung von Lebensmittelzusatzstoffen zu entwickeln. Das wäre in großen Zügen der jetzige Stand der gesetzlichen Bestimmungen betreffend die Verwendung von Aromastoffen.

Aber wohin führt die Zukunft? — Es ist klar, daß die uneinheitlichen Maßstäbe und Bestimmungen den internationalen Handel stark beeinflussen. Darum versucht man zu harmonisieren. Wie harmonisiert man zum Beispiel bei der EWG? Es gibt einen Vorschlag des «Bureau de liaison», des Dachverbandes der nationalen Aromaverbände der EWG. Der Inhalt ist ein Kompromiß zwischen dem deutschen und dem amerikanischen Gesetz. Ich persönlich möchte die Erfolgchancen dieses Vorschlages als sehr gering bezeichnen. Ich glaube kaum, daß er in der EWG Eingang finden wird. Man harmonisiert im CODEX ALIMENTARIUS, jedoch ist das Problem so komplex, daß man noch nicht weit gekommen ist. Ich möchte Ihnen nur einen Satz aus dem Protokoll der dritten Sitzung des FOOD-ADDITIVES COMMITTEE zitieren, in dem es wörtlich heißt:

«The Committee agreed that there should be no discrimination between natural flavouring compounds and identical synthetic compounds. When more information is available about the toxicological evaluation, tolerances will be given. In the meantime there will be a negative list.»

In den vorgeschlagenen Standards der Commodity Committees für einzelne Nahrungsmittel finden sich nur sehr vage Formulierungen von gestatteten Aromatisierungen. Man sagt, daß mit den natürlichen Aromastoffen aromatisiert werden kann oder man versteckt sich hinter dem Wort unbedenklich, wohl zum Teil in Unkenntnis der Komplexität der Aromenwissenschaft, zum Teil aber auch in Erwartung einer einheitlichen internationalen Aromengesetzgebung. Seit einigen Jahren befaßt sich auch eine Arbeitsgruppe des Europarates mit den Aromastoffen. Es wäre ein Leichtes zu kritisieren, aber ich möchte mich der negativen Kritik an einem im Gange befindlichen Verfahren enthalten. Diese Arbeiten haben auch einen positiven Aspekt: Man berücksichtigt nämlich ausschließlich toxikologische Gesichtspunkte. Ein Verfahren, das zweifellos aner kennenswert und richtig ist, jedoch wie der Vortrag von Herrn Dr. Vodoz gezeigt hat, als alleiniges Kriterium das Problem nie zu lösen vermag. Und hier würden meine Kritiken an diesen Arbeiten anfangen. Es wäre zuviel verlangt, wenn ich sie mit allen Einzelheiten, Erwägungen und Argumenten für oder gegen das eine oder andere Verfahren behelligen würde. Ich glaube Sie könnten aber dieser Aufzählung von Harmonisierungsversuchen, die untereinander stark divergieren, entnehmen, daß das Problem einer einheitlichen internationalen Reglementierung der Verwendung von Aromastoffen noch weit von einer Lösung entfernt ist. Gestatten Sie mir jedoch abschließend zusammenzufassen und dann den Standpunkt unserer Industrie zu skizzieren.

Das Problem der Verwendung von Aromastoffen hat viele Aspekte. Es stehen sich einige deutlich erkennbare Tendenzen gegenüber. Der Konsument möchte sich geschützt wissen gegen gesundheitliche Schädigungen und gegen Täuschung. Der europäische Konsument bevorzugt zumindest heute noch Natur-Produkte, während der Konsument in den Vereinigten Staaten aufgeschlossener zu sein scheint. Der Gesetzgeber sieht sich in einer wenig beneidenswerten Situation. Er sieht sowohl die ablehnenden Tendenzen des Konsumenten, als auch die technologischen und wissenschaftlich begründbaren Forderungen der Industrie. Die Toxikologen werden angefragt, ob sie mit einem klaren ja oder nein bezüglich der Zulassung von gewissen Zusatzstoffen antworten können, — ebenfalls eine kaum beglückende Aufgabe. Man hat den Ausweg des ADI (*Acceptable Daily Intake*) entdeckt, doch ist die Anwendung dieser Limitation so problematisch, daß sie ein ganzes Symposium für sich alleine zu füllen vermöchte.

Die Lebensmittelindustrie realisiert, daß die Aromenbranche eine wohl fundierte Wissenschaft geworden ist und daß man aus technologischen Gründen aromatisieren muß oder möchte. Hingegen will man ungern den ersten Schritt tun. Man möchte nicht in den Ruf kommen, etwas zu fordern, das von Teilen unserer Konsumenten noch abgelehnt wird. Eine Haltung die durchaus verständlich ist.

Die Aromenindustrie schließlich wird weiterforschen. Sie wird sich nicht aufhalten lassen zu neuen Erkenntnissen zu gelangen und sie wird neue Erkenntnisse erarbeiten. Sie führt jetzt schon umfangreiche toxikologische Untersuchungen durch und ist sich ihrer Verantwortung, sowohl den Konsumenten wie den Behörden gegenüber voll bewußt. Aus der Einsicht, daß auf politischer inter-

nationaler Ebene kaum mit einer baldigen Einigung zu rechnen ist, haben sich die nationalen Verbände der Aromenfabrikanten in der IOFI zusammengefunden um von dieser Plattform aus Gespräche mit nationalen und internationalen Verbänden, Institutionen und Behörden führen zu können. Wir hoffen, daß diese Gespräche Früchte tragen werden. Wir glauben, daß wir in der Lage sind mit den Toxikologen eine Lösung für das Problem der Zulassungen neuer, in Naturprodukten enthaltener Aromastoffe finden zu können und wir sind bereit, dem Konsumenten eine ehrliche Auskunft über unsere Produkte zu erteilen. Wir glauben auch, daß wir unsere Nahrung von morgen schmackhafter machen können. Mit einer vernünftigen Lösung der physiologischen und pharmakologischen Probleme und mit einer ebenso vernünftigen Deklaration, sollte sich eine allseitig befriedigende Reglementierung der Verwendung von Aromastoffen finden lassen.

Dr. B. Willhalm, Firmenich & Co., Genf:

«Einige Aspekte der niederauflösenden Massenspektrometrie bei der Untersuchung natürlicher Aromen»

Die Analyse eines natürlichen Aromas war noch vor etwa 10—15 Jahren eine sehr langwierige Aufgabe, deren Resultate häufig unvollständig bleiben mußten. Die geringen Konzentrationen der Aromastoffe erforderten manchmal die Aufarbeitung von mehreren hundert oder gar tausend Kilogramm Ausgangsmaterial (z. B. Früchte).

Die Einführung der Massenspektrometrie, insbesondere in Kombination mit der Gaschromatographie, in die organische Analysentechnik bedeutete deshalb einen enormen Fortschritt auf dem Gebiete der Aroma-Erforschung.

Die Empfindlichkeitsgrenze eines modernen Massenspektrometers liegt bei etwa 10^{-12} g/s. Praktisch kann man bei der GC-MS* Kopplung damit rechnen, daß Substanzmengen zwischen etwa 10^{-9} — 10^{-10} g noch brauchbare Massenspektren ergeben können, je nach Peakbreite, Bleeding der stationären Phase, Verstärkungsgrad und Rauschverhältnis des SEV**-Systems.

Es ist nun gleich eine Einschränkung zu machen: ein Massenspektrum gestattet nicht immer eine eindeutige Identifizierung einer Substanz. Es gibt eine Anzahl von Isomeren, deren Spektren so ähnlich sind, daß sie nicht eindeutig zugeordnet werden können. Die Kontrolle der Retentions-Zeiten oder Indices bleibt deshalb ein wichtiges Hilfsmittel, das aber Trennsäulen mit hoher Trennleistung voraussetzt, um die in Frage stehenden Isomeren sicher zu trennen.

Massenspektren, die bei konstantem Probendruck, unter den gleichen Bedingungen (Einlaßteil-Temperatur, Ionenquellen-Temperatur, Elektronen-Energie und Ionenquellen-Potentiale) bei mäßig schnellem Massendurchlauf (etwa 30

* Gaschromatograph-Massenspektrometer

** Sekundär-Elektronen-Vervielfacher

Sekunden oder mehr), mit dem gleichen Gerät aufgenommen werden, zeigen im Allgemeinen eine ausgezeichnete Reproduzierbarkeit, zumindest über einen Zeitraum von mehreren Monaten, meist aber über Jahre hinweg. Unter den Bedingungen der direkten GC-MS Kopplung, und zwar insbesondere bei der Verwendung von Kapillarsäulen mit hoher Trennleistung, treten Faktoren auf, welche die quantitative Reproduzierbarkeit der Spektren wesentlich beeinträchtigen können. Bei großer Flankensteilheit der Peaks kann die Konzentrationsänderung während des Massendurchlaufs beträchtlich werden. Als Faustregel kann man etwa sagen, daß die Massendurchlaufzeit nicht mehr als etwa 15—20 % der Peakhalbwidthsbreite betragen sollte, um noch verhältnismäßig gut vergleichbare Spektren zu erhalten. Bei Registrierzeiten von 1 Sekunde pro Massendekade oder weniger wird die Meßzeit für die einzelnen Massenzahlen schon so kurz, daß nicht mehr statistische Mittelwerte gemessen werden, sondern die Werte mehr oder weniger von diesen Mittelwerten abweichen. Man muß deshalb in schwierigen Fällen die optimale Registrierzeit experimentell bestimmen.

Es gibt nun zwei Möglichkeiten, den Einfluß der variablen Konzentration zu vermindern:

- a) Man kann den Verstärkungsfaktor des Spektren-Meß-Systems kontinuierlich als gegenläufige Funktion der Substanzkonzentration (Totalionisation) steuern. Eine kommerzielle Ausführung dieses Prinzips ist noch nicht bekannt geworden.
- b) Gleichzeitig mit dem Massenspektrum wird der Totalionenstrom registriert. Durch einfache Rechnung können nun die Intensitäten aller Signale für konstanten Substanzdruck korrigiert werden. Die große Zahl der anfallenden Meßwerte schließt allerdings eine Auswertung von Hand praktisch aus. Ein automatisches Datenverarbeitungssystem kann diese Aufgabe mühelos übernehmen. Solche Systeme sind heute in verschiedenen Varianten erhältlich, aber der finanzielle Aufwand dafür ist recht erheblich. Trotzdem ist zu vermuten, daß in absehbarer Zukunft ein speziell angepaßtes EDV*-System integrierter Bestandteil eines Massenspektrometer-Systems für analytische Zwecke sein wird.

Im Laufe einer Analyse des flüchtigen Anteils eines natürlichen Aromastoffes wurde gefunden, daß mit fortschreitender Auftrennung die Zusammensetzung scheinbar immer komplizierter wurde. Im Kapillarsäulen-Gaschromatogramm einer Teilfraktion von etwa 1 % konnten bis etwa 530 peaks festgestellt werden. Erst bei noch weiterer Auftrennung in Teilfraktionen von etwa 1 % zeigte sich eine deutliche Verminderung der peaks auf etwa 200, von denen die Mehrzahl brauchbare Massenspektren ergeben kann.

Es ist hierbei zu beachten, daß auch kleinere peaks auf dieser Stufe von Interesse sein können, da es eine Reihe von Substanzen gibt, die noch in Konzentrationen von ppb deutlich wahrnehmbar sind.

* Elektronische Datenverarbeitung

Wenn auch das angeführte Beispiel in seiner Komplexität einiges über dem Durchschnitt liegen dürfte, so glauben wir doch, daß die meisten natürlichen Aromen weit komplizierter zusammengesetzt sind, als man bisher annahm, und daß es nur eine Frage des Auflösungsvermögens des verwendeten Trennsystems ist, wie viele Substanzen man feststellen kann.

Die Kombination GC-MS ermöglicht die Aufnahme von mehreren hundert Massenspektren pro Tag. Die Bewältigung einer solchen Datenflut von Hand stellt ein großes Problem dar, das durch elektronische Datenverarbeitung gelöst werden kann. Ein solches System sollte folgende Aufgaben erfüllen:

1. Bestimmung der Lage und Intensität aller Signale der Spektren.
2. Berechnung der zugehörigen Massenzahlen.
3. Korrektur der Intensitäten für Untergrundbeiträge und Konzentrationsänderungen.
4. Normalisierung der Intensitäten in Bezug auf das stärkste Signal.
5. Ausgabe der Daten in brauchbarer Form.
6. Vorübergehende oder dauernde Aufbewahrung der Daten in Computergerechter Form im Hinblick auf eine nachfolgende Interpretation oder Vergleich mit einer Spektrensammlung mit Hilfe des Computers.

Ansätze zur automatischen Spektren-Interpretation sind zwar bekannt geworden, scheinen aber in ihrer Anwendung noch beschränkt zu sein. Rein empirischer Vergleich mit einer adäquaten Spektrensammlung wird zwar auch nicht immer ein brauchbares Resultat ergeben, aber doch häufig nützliche Informationen liefern.

Der Autor dankt Herrn *J. J. Hofmann* für wertvolle Mitarbeit und der Direktion der Firma Firmenich & Cie. für die Erlaubnis zu diesem Vortrag.

Fettbestimmung im Milchersatzfutter

M. Steindler

Mitteilung aus der Eidg. Forschungsanstalt für Agrikulturchemie Liebefeld-Bern
Direktor: Dr. Ernest Bovay

I

Das Fett im Milchersatzfutter ist teilweise frei oder teilweise gebunden. Nur freies Fett ist direkt mit Petroläther extrahierbar. Das Milchfett in Milchpulverpartikeln liegt in Form von Kügelchen vor, die durch Eiweiß- und Lactosehüllen geschützt sind. Diese Fettkügelchenhüllen sind gegenüber einfachen Fettlösungsmitteln, wie z. B. Petroläther oder Chloroform undurchlässig. Ferner bilden die Lipide mit den Eiweißstoffen durch mäßige physikalische, chemische oder enzymatische Eingriffe meist leicht spaltbare Komplexe. Mit oxydierten Lipiden bilden die Eiweißstoffe bei der Herstellung des Milchpulvers (Trocknung), bei