

Étude sur l'essence de bergamote d'Afrique du Nord

par Roger SCHWOB

CHEF DE LA DIVISION DE TECHNOLOGIE DE L'I.F.A.C.

Nous avons montré récemment qu'il était possible de produire en Guinée Française une essence de bergamote dont les caractéristiques chimiques et les qualités olfactives ne le cédaient en rien à celles des meilleures essences de bergamote classiques (1).

Les études que nous poursuivons depuis plusieurs années au Maroc sur les essences d'agrumes nous avaient déjà amenés à étudier l'essence de bergamotiers se trouvant dans les collections du Service de l'Horticulture marocain. Nous avons cherché, au cours de la dernière campagne, à préciser les facteurs qui peuvent avoir une influence sur la qualité de l'essence et nous avons complété nos examens en étudiant, à ce point de vue, un matériel végétal représentant un certain nombre de vrais bergamotiers se trouvant dans différentes régions d'Afrique du Nord :

1° Bergamotiers du Service de l'Horticulture à Rabat (Maroc).

2° Bergamotiers d'un domaine privé se trouvant à Souk el Djemaa Aouafat (Maroc).

3° Bergamotiers du Domaine Sainte-Marguerite à Boufarik (Algérie).

4° Bergamotiers d'un domaine privé se trouvant à Menzel bou Zelfa (Tunisie).

Extraction.

Les extractions ont été faites de manière absolument identique, en employant la machine type I.F.A.C. à un poste qui permet de travailler les fruits à froid et sans pulvérisation d'eau, conditions indispensables pour obtenir une essence qui ne soit pas altérée et qui représente bien le produit tel qu'il existait dans le fruit (2). Les essais ont été réalisés à diverses époques

de l'année avec des lots de fruits présentant plusieurs stades de maturité.

Influence de la provenance.

L'intérêt du lieu de culture semblant dans ce domaine particulièrement important, nous chercherons tout d'abord à comparer des essences de fruits de même maturité, mais provenant de régions différentes. Nous donnons dans le tableau I, l'analyse de 4 essences de Bergamote : de Boufarik (Algérie), de Rabat (Maroc), de Menzel bou Zelfa (Tunisie) et de Souk el Djemaa Aouafat (Maroc). Ces échantillons extraits de fruits mûrs ont tous été obtenus dans la période fin janvier-début février 1954.

Ces échantillons pouvant, en première analyse, être considérés comme assez typiques, nous commenterons en détail les différents chiffres analytiques, en les comparant à ceux qui sont donnés pour les essences italiennes et en les rapprochant de ceux que nous avons obtenus en Guinée Française.

1) *Densité.* — Les densités, ainsi que les autres constantes physiques, ont été déterminées et exprimées à 20° C, en conformité avec les règles de normalisation internationale. Les chiffres publiés pour les essences de Calabre sont toujours exprimés à 15°. Pour pouvoir établir une comparaison, il suffit d'ajouter, aux chiffres obtenus à 20°, le facteur de correction spécifique de 0,004 qui donne la densité à 15°. Les limites admises pour les essences italiennes sont :

— Gildemeister	0,881 à 0,886
— La Face	0,880 à 0,887
— Guenther	0,875 à 0,881

Compte tenu des corrections de température, nous constatons que les deux premières essences sont comprises dans les normes admises, bien qu'elles se rapprochent de la limite inférieure. Par contre, les échantillons 3 et 4 sont trop faibles. Nous verrons que l'échantillon 1, presque en dehors des limites, est ce-

(1) R. SCHWOB. L'essence de Bergamote de la Guinée Française. *Industries de la Parfumerie*, vol. 8, n° 10, oct. 1953, p. 369-373 ; n° 11, nov. 1953, p. 406-409.

(2) R. SCHWOB. Un nouvel extracteur d'essences d'agrumes. *Fruits*, vol. 6, n° 10, 1951, p. 407-411 ; *Industries de la Parfumerie*, vol. 7, n° 1, 1952, p. 10-12.

TABLEAU I. *Influence de la provenance.*

PROVENANCE	d_4^{20}	n_D^{20}	α_D^{20}	I. A.	ESTERS %	ALCOOLS %	E + A %	E/A	ALDÉHYDES
1 Algérie.	0,8773	1,4642	22°80	0,42	43,94	13,57	57,51	3,24	0,97
2 Maroc (Rabat).	0,8779	1,4680	24°18	0,52	38,05	10,71	48,76	3,55	0,98
3 Tunisie.	0,8725	1,4670	37°90	0,42	35,23	9,14	44,37	3,85	0,74
4 Maroc (Souk)	0,8635	1,4700	52°33	0,49	21,84	7,95	29,79	2,75	0,78

pendant une excellente essence. Nous avons déjà remarqué, qu'à valeur égale, les essences de Guinée avaient des densités plus faibles que celles de Calabre. Cela semble dû, pour une bonne part, au fait que le résidu fixe est moins important (étant de l'ordre de 4 %) à celui qu'on trouve ordinairement pour des essences italiennes. Cette légère divergence n'a qu'un intérêt descriptif, car il ne saurait en soi indiquer une dépréciation quelconque du produit.

2) *Indice de Réfraction.* — Comme nous l'avons déjà indiqué, les variations de l'indice de réfraction sont, dans le cas de la bergamote, assez faibles et moins caractéristiques que d'autres déterminations, par exemple le pouvoir rotatoire que nous examinerons ensuite. Les échantillons 1, 2 et 3 montrent des indices de réfraction compris dans les normes proposées par Gildemeister (1,464 à 1,468).

3) *Pouvoir Rotatoire.* — Le pouvoir rotatoire reflète bien, au contraire, les différences de composition chimique de l'essence. Il n'est pas directement lié au contenu en esters, comme on le croit quelquefois, mais plus précisément à la somme des esters et des alcools désignés sous le terme générique de « corps oxygénés ». Ainsi que nous l'avons vu, la qualité d'une essence de bergamote peut être considérée, en première analyse, en fonction du pourcentage d'esters et d'alcools qui s'y trouve. Si l'on néglige les constituants secondaires et le résidu fixe, le restant de l'essence consiste principalement en *d.* limonène. Or, il se trouve que la partie osmophore est constituée de linalol, libre ou estérifié, qui est ici lévogyre, alors que la partie inodore ou du moins peu odorante est représentée par du *d.* limonène fortement dextrogyre. On comprend que, lorsque varie la proportion relative de ces deux corps, le pouvoir rotatoire accuse des modifications très sensibles, en diminuant lorsque les corps « oxygénés » augmentent. Les normes admises pour l'essence commerciale varient sensiblement suivant les auteurs et nous retiendrons celles de La Face, qui donne pour limites : + 8 à + 24°, quoiqu'il admette une limite supérieure

de + 30°. Si l'on se réfère à ces chiffres, nous constatons que les échantillons 1 et 2 sont compris dans les normes, bien qu'ils soient vers les chiffres élevés. L'échantillon 3 est en dehors de ces limites et l'échantillon 4 a un chiffre inacceptable.

Il est intéressant de comparer à ce point de vue, ces essences avec l'ensemble de la production italienne. Le pouvoir rotatoire augmentant sensiblement au cours de la saison, il convient de comparer nos chiffres expérimentaux avec ceux des essences italiennes de la seconde partie de la campagne correspondant aux mois de janvier-février. Pratiquement, 96 % des essences obtenues au cours de cette période présentaient, ces dernières années, un pouvoir rotatoire compris entre 12 et 26°. Nous remarquons que les chiffres trouvés pour nos échantillons 1 et 2 se placent normalement.

Si on établit un rapprochement avec la teneur en esters, on est surpris que le pouvoir rotatoire soit si élevé. Comparons, par exemple, l'essence de Boufarik (B) ayant la richesse exceptionnelle en esters de 43,94 % avec une essence de Guinée (A) ayant une teneur en esters du même ordre. On constate que l'essence de Guinée a un pouvoir rotatoire de 6° au lieu de 22°80 trouvé ici. Inversement, si l'on fait le parallèle avec une essence de Guinée (C) ayant le même pouvoir rotatoire, on voit que cette dernière n'a que 38,54 % d'esters.

L'explication de cette anomalie réside dans le fait que toutes les essences de bergamote examinées en Afrique du Nord sont relativement moins riches en alcools que les essences calabraises et surtout les essences guinéennes, ainsi que nous le développerons plus

	α_D^{20}	ESTERS %	ALCOOLS %	E + A
A Guinée ..	6°	43,61	27,30	70,91
B Boufarik.	22°80	43,94	13,57	57,52
C Guinée ..	22°82	38,54	18,88	57,41

loin. Si l'on fait la somme des esters et des alcools pour les deux échantillons ayant la même teneur en esters, on s'aperçoit que celle de Boufarik accuse 57,51 %, tandis que celle de Guinée atteint 70,91 %. La démonstration est encore plus évidente si l'on fait la comparaison entre les deux essences ayant le même pouvoir rotatoire : celle d'Algérie contient 13,57 % d'alcools et celle de Guinée 18,88 %, alors que le total des esters et des alcools est très sensiblement le même : 57,51 % et 57,42 %.

4) *Esters*. — Les essences commerciales ont des teneurs en esters assez variables, bien que les transactions soient en général faites sur la base de 38 %, teneur qui est considérée comme caractéristique d'un bon produit. La Face indique des limites extrêmes de 35 et 45 %. En pratique, il est exceptionnel de trouver des produits naturels titrant plus de 42 %.

Les essences s'enrichissent au cours de la saison et, dans la seconde partie de celle-ci, on trouve en moyenne environ 2 % de plus d'esters. Au cours de la période janvier-février des quatre dernières campagnes, 95 % des essences titraient entre 32 et 42 %, alors que dans la période novembre-décembre, 98 % étaient comprises entre 30 et 40 %. Nous concluons qu'à ce point de vue, les trois premiers échantillons se classent très favorablement, celui de Boufarik (1) étant au maximum, l'échantillon 2 correspondant à une bonne qualité et l'échantillon 3, quoique moins riche, étant encore dans une bonne moyenne. Par contre, le n° 4 a une teneur très insuffisante.

5) *Alcools*. — La teneur en alcools, qu'on avait déjà remarquée être relativement faible pour l'essence 1, diminue encore progressivement d'un échantillon à l'autre, en même temps que les esters. Il s'ensuit que la somme (esters + alcools) s'abaisse très rapidement. Il est intéressant de considérer ici le rapport esters/alcools. Celui-ci est sensiblement du même ordre pour les différents échantillons, bien qu'il paraisse croître légèrement du n° 1 au n° 3, ce qui semblerait montrer que l'appauvrissement en alcools est plus rapide que celui en esters. L'échantillon 4 a cependant un rapport différent de celui auquel on pouvait s'attendre, ce qui est surtout lié à la faiblesse anormale de la teneur en esters. Comme nous le verrons plus loin, ce rapport peut varier suivant l'époque de l'année, aussi précisons-nous que les échantillons 2 et 4, venant tous deux du Maroc, ont été extraits à deux jours d'intervalle.

Ainsi que nous l'avions vu, la faible teneur en alcools terpéniques est le trait général le plus frappant des essences d'Afrique du Nord examinées. On peut considérer que des essences commerciales ayant la valeur correspondante en esters, contiendraient une

quantité double d'alcools libres. Il ne faut pas perdre de vue cependant que le rapport d'estérification augmente au cours de la maturation, et que l'état des fruits traités peut expliquer au moins en partie cette divergence.

6) *Aldéhydes*. — On néglige souvent les aldéhydes dans l'essence de bergamote. Cependant, la présence de ces corps joue certainement un rôle dans l'appréciation olfactive de l'essence. Leur faible part dans la composition centésimale du mélange ne préjuge pas en effet de leur influence, si l'on considère que l'essence de citron doit le principal de son arôme aux 3 ou 4 % d'aldéhydes présents. Ici, ce pourcentage est compris entre 0,74 et 0,98, ce qui est parfaitement conforme à ce qu'on a l'habitude de trouver pour les essences commerciales, les essences de Guinée étant plutôt plus riches.

7) *Indice d'acide*. — L'indice d'acide des différents échantillons est en moyenne de 0,50, tandis qu'on observe en général des valeurs allant de 1 à 3,5 pour les essences italiennes. Cette petitesse de l'indice d'acide est un signe de qualité, car elle montre que l'essence n'a pas été hydrolysée. Cette caractéristique est liée au procédé d'extraction employé qui évite les altérations de l'essence. Elle ne se rapporte donc pas au produit original, mais nous pouvons remarquer que si les conditions d'extraction étaient les mêmes qu'en Italie, l'indice d'acide serait plus grand, tandis qu'il y aurait un peu moins d'esters et un peu plus d'alcools.

8) *Résidu fixe*. — La valeur du résidu fixe, qui dépend également du procédé d'extraction, est assez basse comparativement aux essences italiennes. Elle est en moyenne de 4,20 % pour les trois premières, alors qu'on admet en général qu'elle est comprise entre 4,5 et 6,5 %. L'échantillon 4 présente cependant un chiffre un peu trop bas : 2,66 %, qui se reflète du reste sur les caractéristiques physiques.

9) *Solubilité*. — La solubilité est en correspondance avec la valeur de l'essence, car elle est liée à la proportion de « corps oxygénés », lesquels sont plus facilement solubles dans les solutions hydro-alcooliques que les carbures terpéniques. Elle a, d'autre part, un certain intérêt commercial, car on a avantage, par exemple pour les Eaux de Cologne, à ce que l'extrait soit soluble dans les alcools de bas titres.

Pratiquement, les bonnes essences de bergamote sont entièrement solubles dans la moitié de leur volume d'alcool à 90°. Nous constatons que les échantillons 1 à 3 présentent de bonnes caractéristiques de solubilité, tandis que le n° 4 n'est soluble que dans 2,10 volume d'alcool à 90°, avec un léger trouble persistant. Cela correspond bien aux autres anomalies que nous

avons signalées à propos de cet échantillon qui concourent à le rendre inacceptable.

	DEGRÉ DE L'ALCOOL		
	90°	85°	80°
1 Algérie	0,20	0,70	3,5
2 Maroc (Rabat) ..	0,45	3,2	7,4
3 Tunisie.....	0,35	1,4	5,5
4 Maroc (Souk) ..	2,10	6,0	11,5

L'ensemble de ces divergences est d'une telle ampleur qu'il vient à l'esprit de se demander s'il s'agit, pour le n° 4, de bergamotiers vrais. Aucun doute n'est permis à ce sujet, et l'on peut même préciser qu'on a affaire au même clone que les bergamotiers de Rabat étudiés en même temps.

Influence de l'époque.

On sait que l'essence de bergamote s'enrichit en corps odorants au cours de l'avancement de la saison. Cet accroissement est surtout vrai pour la teneur en esters, alors que les alcools conservent sensiblement la même valeur ou le plus souvent diminuent. Il est donc intéressant de comparer des essences extraites à différentes époques, les autres facteurs restant constants.

En particulier, la teneur anormalement basse en esters des bergamotes n° 4, bien que l'extraction ait eu lieu en janvier, pouvait laisser penser à un retard de la végétation. Nous avons donc fait d'autres extractions à une période plus avancée. Ces analyses ont montré, comme on pouvait le prévoir, que la teneur en esters augmentait pour atteindre 28,16 %. Les alcools avaient encore diminué mais, au total, l'essence

s'était enrichie, les « corps oxygénés » s'élevant maintenant à 32,88 % au lieu de 29,79 %. Cependant, cette teneur était encore anormalement basse. A partir de ce moment (mars), la saison étant assez avancée, on pouvait douter que l'enrichissement continuât. Effectivement, trois semaines après, la teneur en esters avait diminué légèrement, alors que l'appauvrissement en alcools se poursuivait. La somme des « corps oxygénés » était retombée à sa valeur initiale (voir tableau II). Il est intéressant de noter que le rapport esters, alcools n'a cessé de croître au cours de l'avancement de la saison : étant de 2,75 au début, il est passé à 5,96 pour atteindre 11,62 à la fin de la campagne.

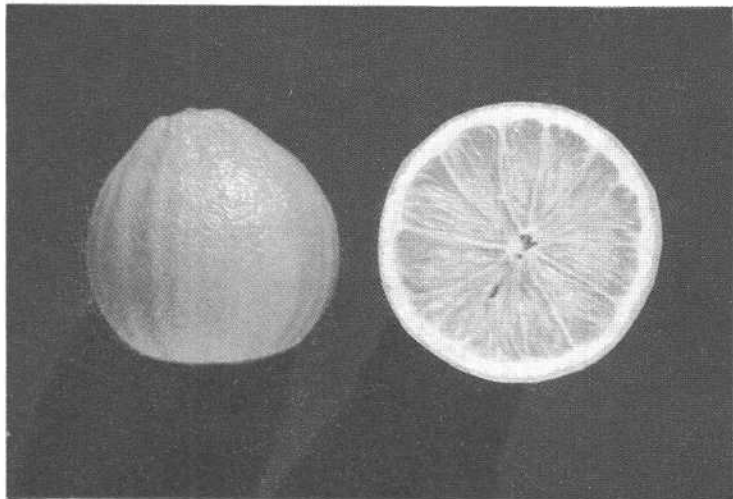
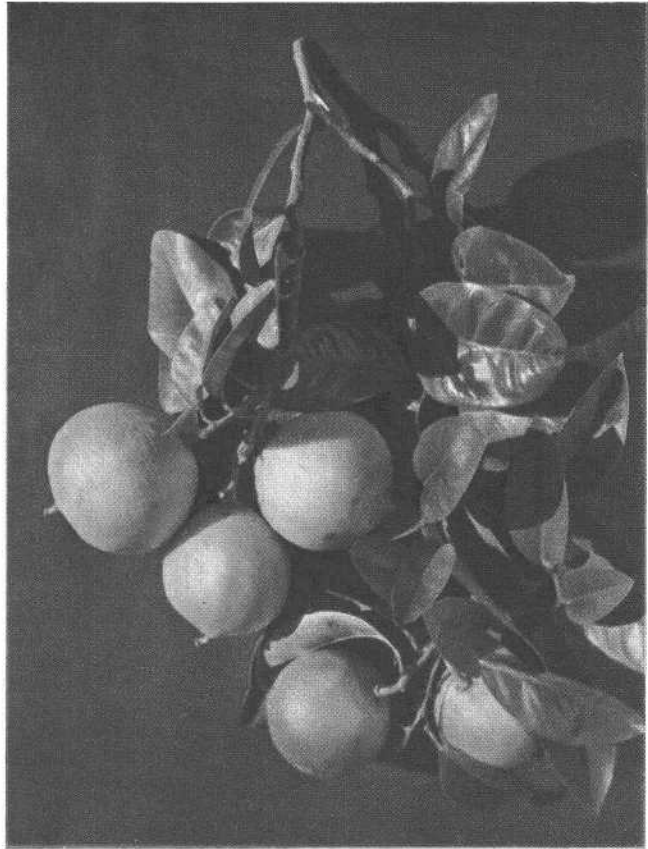
Les fruits ayant servi à ces extractions échelonnées étaient tous arrivés à la pleine maturité, et il est bon de comparer maintenant des essences provenant de fruits verts et de fruits mûrs.

Influence de l'état de maturité.

La maturation n'étant pas homogène, on peut trouver à la fois sur un seul arbre, des fruits présentant divers degrés de maturité. Nous choisirons par exemple l'échantillon 2 correspondant à des fruits cueillis au stade mûr, et nous le rapprocherons de deux échantillons prélevés simultanément sur les mêmes arbres. La maturité de ces deux derniers lots n'était du reste pas identique, le premier étant plus avancé que le second (voir tableau III). Cette comparaison fait ressortir que l'essence de fruits verts contient nettement moins d'esters et, inversement, plus d'alcools que celle des fruits mûrs. Cette variation contraire fait que le total des « corps oxygénés » varie relativement peu, au cours de la maturation. Le rapport des esters sur les alcools, que nous désignons sous le nom de rapport d'estérification, est plus significatif puisque de 1,37 pour les fruits verts il passe à 3,55 pour les fruits mûrs. Le linalol semble donc préexister presque complètement dans les fruits immatures, et s'estérifier pendant le processus de maturation.

TABLEAU II. — Influence de l'époque.

DATE	d_4^{20}	n_D^{20}	α_D^0	I. A.	ESTERS %	ALCOOLS %	E + A %	E/A	ALDÉHYDES
4 21 janvier 1954. ..	0,8635	1,4700	52°33	0,49	21,84	7,95	29,79	2,75	0,78
5 3 mars 1954	0,8660	1,4692	49°24	0,42	28,16	4,72	32,88	5,96	0,60
6 29 mars 1954	0,8639	1,4692	49°21	0,42	27,58	2,20	29,78	11,62	0,59



Qualité des fruits.

Il est très important, comme souvent dans ce domaine, que la matière première employée soit en excellent état. Nous pouvons, par exemple, comparer l'essence de fruits tombés par rapport à celle de fruits cueillis mûrs. L'extraction a eu lieu à une semaine d'intervalle, de telle façon que les résultats sont comparatifs (voir tableau IV).

Il y a peu de différence dans le contenu en esters, par contre l'abaissement en alcools est considérable. Le rapport d'estérification est particulièrement démonstratif, car il s'élève à 12,15 pour les fruits tombés, alors que pour les fruits cueillis, il était normalement de 2,75.

Influence des conditions d'extraction.

Dans le procédé employé, le liquide qui se dégage

est semblable à celui qu'on obtient par l'ancien procédé manuel à l'éponge. Ainsi que nous l'avons dit, il n'y a pas d'apport d'eau extérieur. Le fruit n'est pas râpé, et il n'y a pas de débris végétaux, mais seulement une très petite quantité de bourbes. Pratiquement, 90 % de l'essence décante d'elle-même et il suffit de la recueillir ; 10 % restent dans les bourbes d'où on les extrait par pression ou centrifugation. Cette dernière opération est très rapide et est effectuée au fur et à mesure. Dans ces essais, l'essence n'est pas restée plus de 1/4 d'heure en contact avec les sucs végétaux. On remarque cependant de légères modifications de la composition chimique. Nous prendrons comme exemple une essence de Rabat dont le rendement en essence première a été de 89 % (voir tableau V).

On remarque un abaissement sensible en esters de l'essence récupérée par rapport à l'essence décantée, et, corrélativement, une augmentation des alcools, ce qui provient d'une hydrolyse de l'acétate de linalyle,

TABLEAU III. — *Influence de l'état de maturité.*

MATURITÉ	d_4^{20}	n_D^{20}	α_D^{20}	I. A.	ESTERS %	ALCOOLS %	E + A %	E/A
2 Fruits mûrs	0,8779	1,4680	24°18	0,52	38,05	10,71	48,76	3,55
7 Fruits verts	0,8715	1,4690	28°90	0,56	27,93	18,61	46,54	1,50
8 Fruits très verts	0,8692	1,4694	32°20	0,28	25,48	18,60	44,08	1,37

TABLEAU IV. — *Influence de la qualité des fruits.*

ÉTAT DES FRUITS	d_4^{20}	n_D^{20}	α_D^{20}	I. A.	ESTERS %	ALCOOLS %	E + A %	E/A
4 Fruits cueillis	0,8635	1,4700	52°53	0,49	21,84	7,95	29,79	2,75
9 Fruits tombés	0,8637	1,4701	51°68	0,41	23,82	1,96	25,78	12,15

TABLEAU V. — *Influence de l'extraction.*

NATURE DE L'ESSENCE	d_4^{20}	n_D^{20}	α_D^{20}	I. A.	ESTERS %	ALCOOLS %	E + A %	E/A	RÉSIDU FIXE
2 Essence première	0,8779	1,4680	24°18	0,62	38,05	10,71	48,76	3,55	4,20
0 Essence seconde	0,8846	1,4695	25°00	1,82	35,51	12,49	48,01	2,84	5,00

comme le confirme du reste l'élévation de l'indice d'acide qui a triplé : 1,82 contre 0,62.

Essence distillée.

L'essence commerciale de bergamote est toujours obtenue par expression à froid. Il existe cependant toute une série de sous-produits destinés à des usages spéciaux et qui représentent une récupération par distillation :

- *Distillato di bergamoto*, de fruits tombés.
- *Distillato di bergamottella*, de fruits trop petits ou tombés prématurément.
- *Distillato di feccia*, du gâteau de presse provenant des râpures de fruits.
- *Distillato di fabbrica*, des jus industriels destinés à l'extraction de l'acide citrique.

Les chiffres analytiques donnés pour tous ces pro-

duits montrent qu'ils ne contiennent plus que quelques % d'esters, alors que les alcools s'élèvent facilement à 50 %. Les autres propriétés sont également profondément modifiées.

Nous avons fait un certain nombre d'essais d'extractions d'essence de bergamote par distillation sous pression réduite du zeste râpé. L'essence obtenue n'a olfactivement aucune comparaison avec l'essence à froid et n'aurait pas de valeur commerciale. Il n'en est pas de même au point de vue analytique et il est curieux de constater que les chiffres sont assez peu différents de certaines essences extraites à froid. Nous donnons ci-dessous deux exemples d'essences de bergamote distillées dans ces conditions (voir tableau VI). On constate que la teneur en esters, tout en étant faible, n'est cependant pas anormale. Les alcools présentent des chiffres assez bons, en particulier pour le second exemple.

TABLEAU VI. — *Essences distillées.*

	d_4^{20}	n_D^{20}	α_D^{20}	I. A.	ESTERS %	ALCOOLS %	E + A %	E/A
12 Essence distillée.....	0,8671	1,4640	26°79	0,18	34,30	12,34	46,64	2,78
13 Essence distillée.....	0,8675	1,4640	24°24	0,18	33,63	16,63	50,26	2,02

Conclusion.

Cette prospection, effectuée sur les quelques bergamotiers qu'on peut trouver en Afrique du Nord, nous a montré que la composition chimique présentait, d'un échantillon à l'autre, des variations d'une grande amplitude. Nous avons dû, dans la plupart des cas, nous borner à les enregistrer. En effet, devant la complexité du problème, et aussi la rareté du matériel végétal, il n'a pas été possible, dans cette étude, de dissocier les innombrables facteurs qui interfèrent dans le déterminisme biochimique. Nous avons seulement voulu mon-

trer ici par quelques exemples, l'influence que pouvaient avoir certains d'entre eux. Ces travaux sont à l'heure actuelle poursuivis dans l'espoir de déterminer les meilleures conditions d'exploitation de cet arbre en Afrique du Nord où, moyennant certaines précautions, nous pensons qu'il pourrait être cultivé avec succès. Il nous reste pour cela à préciser un certain nombre de points, mais nous pensons qu'une étude systématique permettrait de définir les impératifs, et, remplaçant le savoir séculaire des paysans calabrais, pallierait en peu de temps l'inexpérience qui nous fit jusqu'ici renoncer avant même d'entreprendre.

