

L'HUILE ESSENTIELLE DE LIME AU MEXIQUE (*Citrus aurantifolia* SWINGLE)

par L. HARO-GUZMAN

Union Nacional de Productores de Aceite de Limon

et R. HUET

Institut français de Recherches fruitières Outre-Mer

L'HUILE ESSENTIELLE DE LIME AU MEXIQUE
(*Citrus aurantifolia* Swingle)

par L. HARO-GUZMAN (UNPAL) et R. HUET (IFAC)

Fruits, dec. 1970, vol. 25, n° 12, p. 887-899.

RESUME - Le Mexique est le principal producteur mondial d'essence de lime. Les données statistiques de production pour 1968 sont citées. L'essence de lime est obtenue par distillation du jus provenant des fruits pressés ou par centrifugation de ce jus. Un autre procédé consiste à centrifuger l'émulsion provenant d'une machine pelatrice. Ces procédés sont décrits en détail. L'analyse de ces essences par chromatographie gazeuse a été réalisée par les auteurs. On explique également la raison des différences notables existant entre l'essence distillée et l'essence centrifugée.

Aucune espèce d'agrumes, semble-t-il, n'est originaire du Nouveau Monde. Christophe COLOMB, à son second voyage en Amérique en 1493 introduisit en Haïti l'orange amère, le cédrat et le citron. A cette époque ces espèces étaient assez bien diffusées dans les jardins du Vieux Monde, particulièrement en Espagne, sous l'influence arabe. Les graines et les plantes apportées par COLOMB provenaient dit-on des Iles Canaries.

Le premier plant d'agrumes arriva sur le Continent américain en 1518 et c'est en Floride que l'agrumiculture acquit pour la première fois une importance commerciale. Le peuplement de cette région était déjà relativement dense et les conditions écologiques favorisaient ce développement. Par la suite les agrumes diffusèrent à partir des côtes de la Mer des Antilles et du Golfe du Mexique, atteignant finalement la Californie, région où un avenir d'une exceptionnelle importance les attendait.

En ce qui concerne l'Amérique du Sud, le plus ancien texte digne de foi date de 1540 et nous apprend qu'il y avait à Sao Paulo (Brésil) diverses espèces d'agrumes introduites par les Portugais. Dans la partie méridionale du Continent américain les Missions jésuites contribuèrent beaucoup à la diffusion des agrumes.

La lime (*Citrus aurantifolia* Swingle) est très probablement originaire de l'archipel Est Indien. Comme l'orange amère et le citron, elle fut introduite d'Asie Mineure en Europe par les Arabes et aux Amériques par les navigateurs espagnols et portugais. Cependant l'éminent spécialiste en huiles essentielles, le docteur E. GUENTHER a émis une hypothèse différente. Il n'aurait pas été impossible que les Polynésiens traversant le Pacifique l'aient introduite sur la côte ouest de l'Amérique, ce qui expliquerait la grande abondance de limes sauvages dans les forêts et les espaces peu explorés de l'Amérique centrale et de la partie nord

de l'Amérique du Sud, particulièrement sur la côte du Pacifique.

La production mondiale d'essence de lime se montait en 1965 à 322 tonnes, dont 289,5 (soit 90 p. cent) produites par le Mexique, se répartissant en 260,5 tonnes d'essence distillée et 29 tonnes d'essence centrifugée.

Parmi les autres pays producteurs on compte Haïti, la Jamaïque, la République Dominicaine, Leward, Cuba et Trinité-Tobago. Au Pérou existe une usine qui commence à en produire. Il en est de même aux Indes, et dans quelques pays d'Afrique : Zambie, Ghana, Côte d'Ivoire.

Pour nous rendre compte des relations que gardent entre elles les productions des différents pays nous prendrons comme base les importations du principal pays consommateur (tableau 1).

Nous reviendrons plus loin sur ce sujet pour le présenter en détail. Mais pour la compréhension des statistiques que nous produisons, nous donnerons les indications suivantes :

essence distillée : essence obtenue par distillation dans un alambic du jus de presse de la totalité du fruit,

essence centrifugée :

- procédé 1 : pressage du fruit entier dans une presse à vis et séparation de l'émulsion essence-jus par centrifugation.

- procédé 2 : râpage de l'écorce des fruits à la machine et entraînement des râpures par jets d'eau et séparation de l'émulsion essence-eau par centrifugation.

- procédé 3 : autres méthodes non divulguées.

Au Mexique, pendant l'année 1968 les cinquante et une usines associées dans l'Union Nacional de Productores de Aceite de Limon (U. N. P. A. L.) ont produit 410,7 tonnes d'essence, dont 379,7 (92,4 p. cent) distillée et 31,0 (7,6 p. cent) centrifugée.

Les tableaux 2 et 3 indiquent la répartition de la production d'essence distillée (fig. 1) et centrifugée. Le tableau 4 précise pour les essences centrifugées la répartition de la production suivant le mode d'obtention.

Les tableaux 5 et 6 concernent les exportations d'essence de lime du Mexique. On constate que les U. S. A. constituent le principal et presque unique pays importateur. Les exportations mexicaines augmentent régulièrement chaque année. Elles ont atteint en 1967 le niveau de 76 millions de pesos (le peso vaut actuellement 0,45 franc). Signalons aussi que l'essence distillée est vendue à un prix inférieur (203 pesos le kg) à celui de l'essence centrifugée (263 pesos le kg).

Malgré la valeur de l'huile essentielle, une

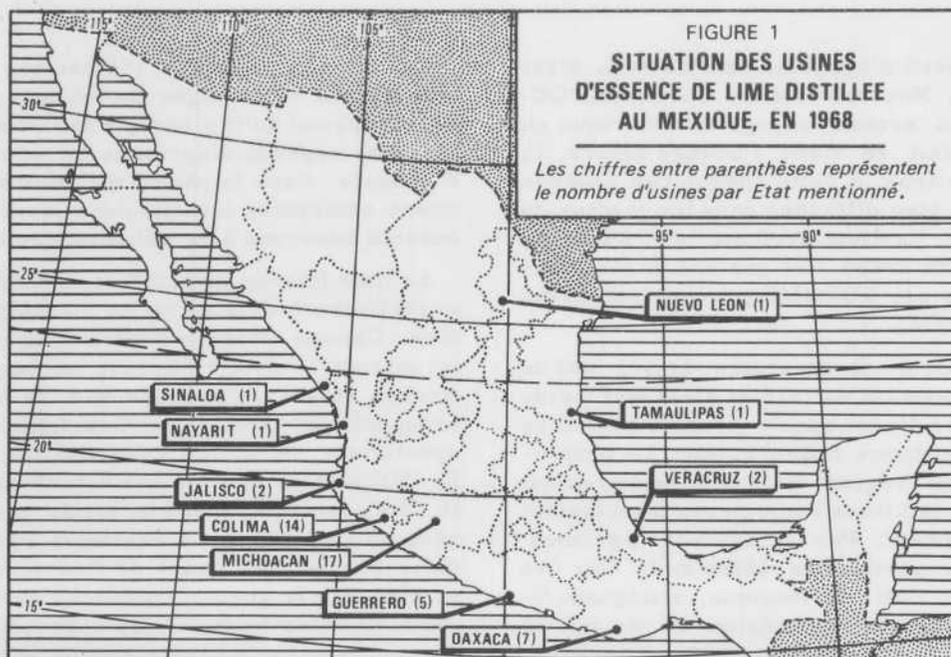


TABLEAU 1 - U.S.A. : importation d'huile essentielle de lime.

	1963		1965		1967	
	Quantité (en tonnes)	Valeur en milliers de pesos	Quantité (en tonnes)	Valeur en milliers de pesos	Quantité (en tonnes)	Valeur en milliers de pesos
Total	177,4	25.412,5	307,5	55.662,5	427,3	88.325,0
Mexique	141,0	20.100,0	258,5	47.350,0	347,9	72.575,0
Jamaïque	0,2	250,0	*	37,5		
Haïti	30,4	4.425,0	40,8	7.050,0	63,0	12.437,7
Trinité	*	50,0	1,4	100,0	1,8	387,5
Leeward					0,9	137,5
Autres	5,8	587,5	6,8	1.125,0	13,7	2.787,5

* - Chiffre inférieur à l'unité

Source : "Comercio Exterior", 18, 841 (1968), Mexico D. F.

TABLEAU 2 - Production d'essence
de lime distillée en 1968.

Etats	Nombre d'usines	Nombre de barils	p. cent	Poids (en tonnes)
Colima	14	850	40,5	153,7
Michoacan	17	620	29,4	112,2
Guerrero	5	318	15,2	57,5
Oaxaca	7	126	6,0	22,8
Tamaulipas	1	73	3,5	13,2
Jalisco	2	35	1,7	6,3
Veracruz	2	34	1,6	6,2
Sinaloa	1	23	1,1	4,2
Nayarit	1	20	1,0	3,6
Nuevo Leon	1	0	0,0	0,0
Total :	51	2.009	100,0	379,7

TABLEAU 3 - Production d'essence
de lime centrifugée en 1968.

Etats	Nombre d'usines	Nombre de barils	p. cent	Poids (en tonnes)
Colima	5	94	55,0	17,0
Michoacan	2	59	34,5	10,7
Tamaulipas	1	17	9,9	3,1
Guerrero	1	1	0,6	0,2
Total :	9	171	100,0	31,0

Procédé	Nombre d'usines	Nombre de barils	p. cent	Poids (en tonnes)
1	3	126	73,8	22,9
2	5	14	8,2	2,5
3	1	31	18,0	5,6

TABLEAU 4 - Production d'essence de lime centrifugée en 1968 suivant la méthode d'obtention.

Pays	Nombre de barils	p. cent	Poids (en tonnes)
U. S. A.	1.641	98,3	297,0
Espagne	13	0,8	2,4
Canada	9	0,5	1,6
Royaume Uni	5	0,3	0,9
Australie	2	0,1	0,4
France	0,7		0,1
Brésil	0,2		
Total des exportations	1.670,9	100,0	302,4
Marché intérieur	109,0		19,8
Total des ventes	1.779,9		322,2

TABLEAU 5 - Ventes d'essence de lime distillée en 1968.

Pays	Nombre de barils	p. cent	Poids (en tonnes)
U. S. A.	109	98,2	19,7
Argentine	2	1,8	0,4
Total des exportations	111	100,0	20,1
Marché intérieur	50		9,0
Total des ventes	161		29,1

TABLEAU 6 - Ventes d'essence de lime centrifugée en 1968.

industrie moderne ne peut prospérer si les procédés technologiques sur lesquels elle se base ne prévoient pas la mise à profit intégrale du fruit. Un procédé idéal consisterait à préparer en sus de l'essence, le jus, l'acide citrique et le citrate de calcium, la pectine, les bioflavonoïdes, l'huile de pépins, des écorces en saumure ou confites, des mélasses, des aliments pour le bétail etc. Cependant la production dépend des caractéristiques du fruit et de l'opportunité du marché. Au Mexique et en Amérique du Sud, il est encore habituel d'extraire l'essence sur la plantation même, sans soumettre le fruit à une quelconque autre forme d'exploitation. Mais la tendance générale s'oriente vers l'exploitation du fruit sous une for-

me toujours plus rationnelle et dans peu de temps une telle nécessité deviendra évidente.

La principale source de matière première pour l'industrie des agrumes est représentée par ce que l'on appelle les "écarts de triage", ou au Mexique, la "lime industrielle" qui est un fruit d'une taille anormale ou dont l'écorce a été maltraitée et que l'on ne peut conserver quelque temps à l'état frais. Le volume des "écarts de triage" est commandé par l'équilibre entre la production et les besoins du marché du fruit frais. En raison de l'irrégularité de l'approvisionnement, il est pratiquement impossible d'astreindre l'usine à un programme de production journalière. Au contraire, l'agencement de l'usine doit être prévu tel qu'il

soit apte à la mise à profit optimale de la matière première compte tenu des conditions du marché, de l'exportation, des phénomènes at-

mosphériques, etc. Les possibilités de fonctionnement doivent être suffisamment souples pour s'adapter à une marche irrégulière.

ENTREPOSAGE - LAVAGE - TRAITEMENT DES FRUITS

La meilleure façon d'entreposer les fruits à l'usine consiste sans aucun doute à les laisser dans les caisses de récolte. L'entreposage en sac ne convient pas car alors le fruit s'aplatit et se déforme. Par ailleurs, cette méthode, excepté pour de courtes périodes, porte préjudice à l'activité respiratoire des limes, occasionnant une perte considérable. Dans les conditions les plus favorables les fruits demeurent à l'usine au moins six heures avant d'être traités. S'ils arrivent en fin de semaine, outre le temps passé depuis la cueillette, ils restent emmagasinés quarante heures. S'il n'y a pas assez de caisses disponibles on les place en vrac dans des réservoirs occupant une surface suffisante pour que la hauteur d'empilement ne dépasse pas un mètre. On éprouve cependant dans ce cas une certaine difficulté pour la manutention en vrac au cours de l'approvisionnement des chaînes de traitement. Les usines produisent uniquement de l'huile essentielle distillée, ne prévoient ni contrôle, ni lavage des fruits. Par contre, les usines modernes qui, outre l'huile essentielle produisent également du jus de lime, soumettent les fruits à un contrôle de qualité.

La matière première passe ensuite dans des bacs de lavage comme ceux utilisés dans les stations d'emballage d'agrumes. Des tambours à palettes submergent continuellement les limes dans une solution aqueuse de détergent. On peut utiliser également des brosses rotati-

ves. Les fruits sont ensuite rincés et essuyés sur des cylindres de laiton.

Au Mexique, une grande partie de l'essence centrifugée et la totalité de l'essence distillée s'obtiennent en pressant le fruit entier avec une presse à vis et en distillant ou centrifugeant le jus obtenu. La presse à vis se compose d'un cône en acier inoxydable ou en bronze pourvu de trous de 4 à 6 mm de diamètre dans l'axe duquel une vis force la matière première qui se trouve de plus en plus comprimée par les parois. Le liquide pulpeux obtenu s'échappe par les trous et les fragments d'écorce sont expulsés par la section la plus étroite du cône.

Ces dernières années, diverses usines se sont équipées avec des machines pelatrices (photos 1 et 2) avec lesquelles on obtient une émulsion eau-essence que l'on centrifuge par la suite. Actuellement sur les 9 usines mexicaines qui produisent de l'essence centrifugée, les 3 principales qui participent pour 72 p. cent à la production totale utilisent une presse à vis ; cinq usines avec 6,5 p. cent de la production possèdent des pelatrices et le reste utilise d'autres techniques.

On s'attend dans les prochaines années à un accroissement important du pourcentage d'essence produite par les usines équipées de pelatrices, car de création récente, elles travaillent encore très en-dessous de leur capacité.

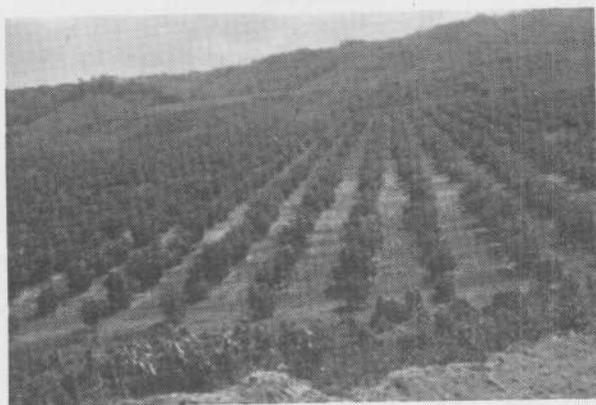
ISOLEMENT DE L'ESSENCE PAR CENTRIFUGATION

L'huile essentielle se présente en émulsion dans le jus de lime si les fruits ont été passés à la presse à vis. Elle est en émulsion dans de l'eau si l'on a passé les fruits à la machine pelatrice. Dans un cas comme dans l'autre on a tout avantage à séparer l'huile essentielle de l'émulsion le plus rapidement possible. En effet, la rapidité de la séparation réduit la période de dégradation qualitative de l'essence, due au contact prolongé avec l'eau et la pectine de l'écorce. La pectine s'hydrolyse facilement, séparant l'alcool méthylique qui exerce une

action dissolvante élevée sur le citral et les autres aldéhydes.

Avant centrifugation l'émulsion est tamisée pour retenir les parties solides qu'elle contient. Cependant on ne parvient pas à une élimination totale des particules par simple tamisage. Il convient donc de choisir une centrifugeuse capable de séparer une faible quantité de particules solides. La solution courante est l'emploi de la centrifugeuse à disques (fig. 2). Les boues se déposent à la périphérie du tambour de la

Plantation de limettiers



Limettier

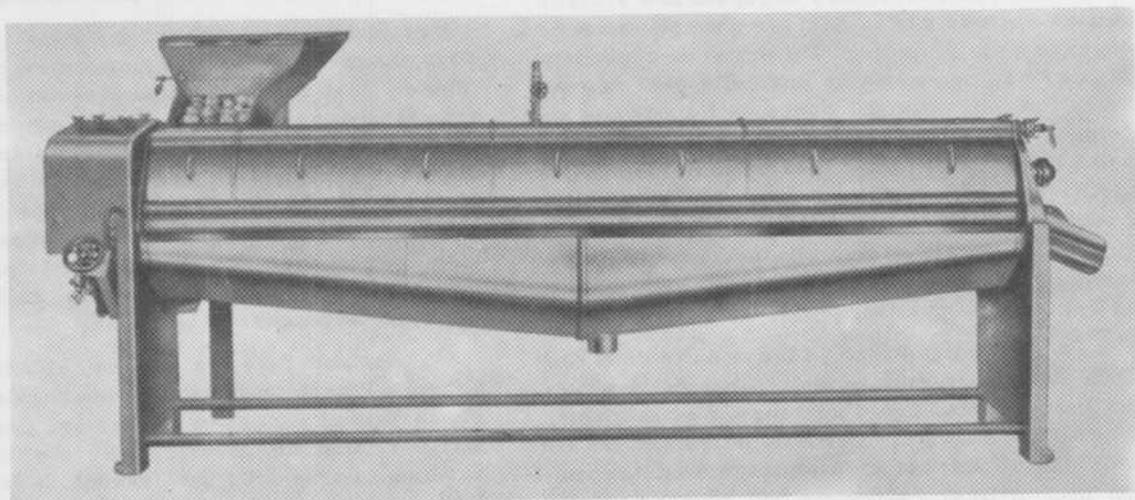


Photo 1 - Machine pelatrice "Spéciale" (GIARRE, Italie).

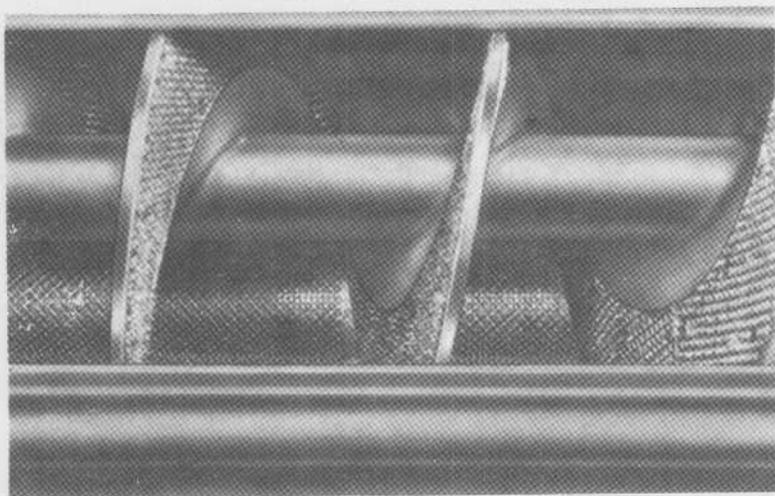
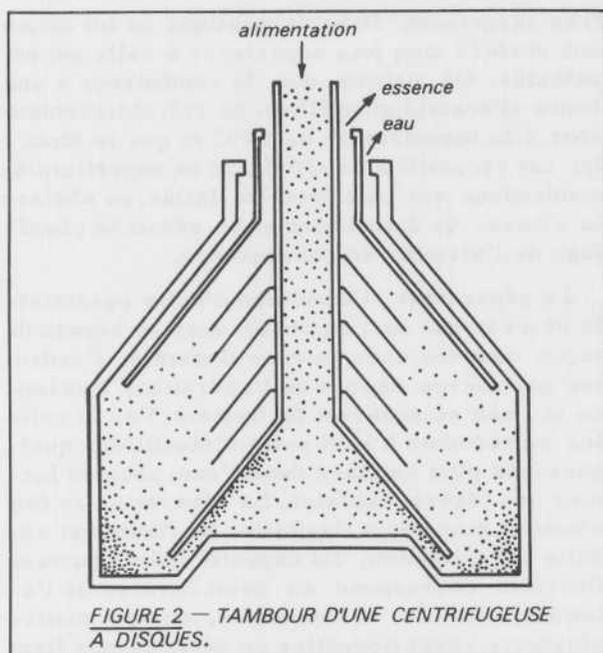


Photo 2 - Détail des râpes.



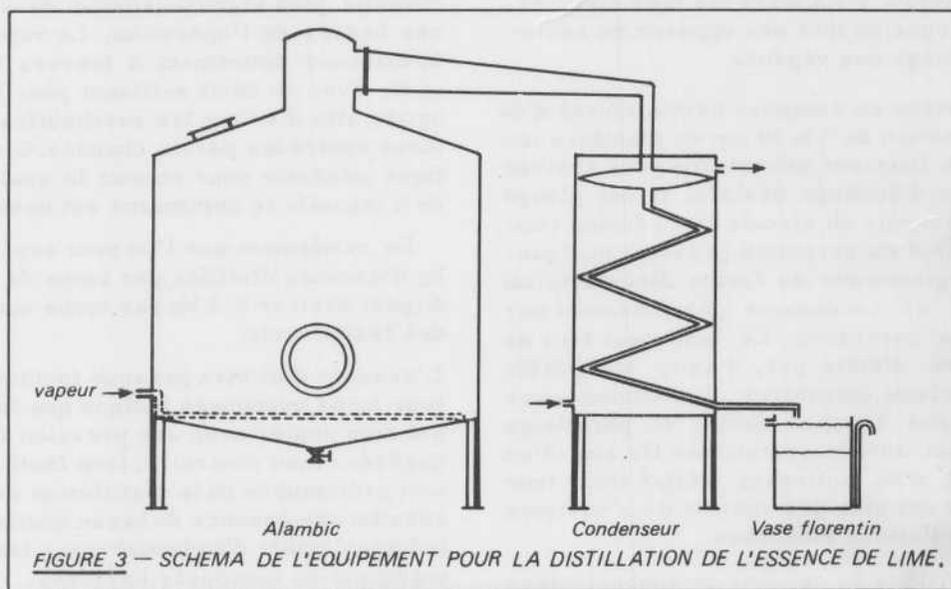
centrifugeuse de sorte que la séparation s'effectue en continu. En tournant à une vitesse de 8 à 10.000 t/mn cette sorte de centrifugeuse élimine les boues et produit une émulsion contenant 15 à 30 p. cent d'huile essentielle. La séparation de l'huile essentielle pure à partir de cette émulsion est réalisée par une centrifugeuse clarificatrice type Sharpless tournant à 18.000 t/mn.

PRÉPARATION DE L'ESSENCE DISTILLÉE

La loi de Dalton sur les pressions partielles d'un mélange gazeux est applicable à un système hétérogène formé de deux liquides non miscibles comme l'eau et l'huile essentielle. Si l'on chauffe un tel système, l'huile essentielle se vaporisera à une température notablement plus basse que son point d'ébullition.

Un système de distillation comprend trois parties principales : l'alambic, le condenseur et le séparateur continu d'huile essentielle et d'eau. L'alambic et le condenseur sont unis par le "col de cygne" (fig. 3).

Le jus obtenu par pression du fruit entier dans la presse à vis est envoyé dans un réservoir alimentant directement les alambics. Ceux-ci sont le plus souvent très simples. De forme généralement cylindrique, les dimensions dépendent de la capacité de travail désirée. Ils sont plus larges que hauts pour faciliter la séparation de l'essence et éviter les retours. Anciennement, ils étaient faits de cuivre étamé ou de bois. Mais la tendance va vers l'acier inoxydable. Le chauffage de la masse de jus s'effectue à la vapeur, soit par injection directe dans la masse soit par l'intermédiaire d'un serpentín ou d'une chemise. Ce dernier procédé est préférable car il se prête mieux au



nettoyage. Chaque producteur a ses propres préférences et travaille suivant son expérience personnelle. La vapeur est produite dans des chaudières à mazout, le prix de ce combustible étant au Mexique peu élevé. Le chauffage au bois a été abandonné après la décision gouvernementale d'interdire l'exploitation anarchique des forêts. La pression de vapeur varie de 0,150 à 0,200 bar dans le serpentin ou la chemise de chauffage. Mais les distillateurs qui préfèrent l'injection directe, ajustent la pression de manière à obtenir une bonne agitation. De toute façon, même si l'on travaille par chauffage indirect, on procède également à une injection directe de vapeur pour maintenir le niveau et compenser les pertes d'eau dues à la distillation, car l'eau distillée n'est pas cohérente. L'injection de vapeur se réalise au moyen d'un tube annulaire perforé ou bien par deux tubes perforés disposés en forme de croix (cruceta). Le diamètre des perforations augmente à mesure que l'on s'éloigne de l'arrivée de vapeur mais la superficie totale des perforations ne doit pas dépasser une fois et demi la section du tube.

Les alambics modernes sont pourvus d'un isolement thermique pour éviter une condensation prématurée de l'essence sur les parois de l'appareil.

Les alambics qui contiennent généralement plusieurs milliers de litres sont remplis de jus jusqu'aux 3/4 de la hauteur. Les plus perfectionnés sont munis d'un indicateur de niveau. La forme la plus recommandable pour le sommet de l'alambic a toujours été très discutée. Le col de cygne ne doit pas opposer de résistance au passage des vapeurs.

Le condenseur se compose normalement d'un tube en serpentin de 5 à 10 cm de diamètre intérieur et la longueur nécessaire pour arriver à la surface d'échange désirée. Il est plongé dans un réservoir où circule l'eau froide courante. Le début du serpentin présente quelquefois un élargissement de forme discoïdale où les vapeurs se condensent partiellement par une brusque expansion. Le tube peut être de cuivre étamé, d'étain pur, d'acier inoxydable ou de matériaux similaires. Les condenseurs multitubulaires à tubes droits et parallèles présentent un intérêt certain car ils sont d'un entretien et d'un nettoyage faciles mais leur construction est plus coûteuse et ils n'équipent que les installations modernes.

Les dimensions du condenseur sont calculées

très largement. Dans la pratique on lui donne une surface cinq fois supérieure à celle qui est calculée. On estime que le condenseur a une bonne efficacité quand l'eau de refroidissement sort à la température de 80°C et que le distillat est recueilli à 25-30°C. Si la superficie du condenseur est relativement faible, on abaisse la vitesse de distillation et on réduit le chauffage de l'alambic en conséquence.

Le séparateur : l'émulsion d'huile essentielle et d'eau qui sort du condenseur se sépare de façon continue dans un vase florentin. Pendant les premières heures de l'opération, l'essence et l'eau se séparent facilement. Par la suite les composants à haut point d'ébullition, quelques-uns plus solubles dans l'eau, peuvent former une légère émulsion. La séparation se fait d'autant mieux que l'agitation du fluide est réduite au minimum. La capacité idéale du vase florentin correspond au débit horaire de l'alambic. En cas de nécessité, on peut mettre plusieurs vases florentins en série chacun étant situé à un niveau inférieur à celui du précédent. Cette pratique est cependant rare.

La durée de distillation dépend du volume de l'alambic, de sa forme, et de l'efficacité du système de condensation jointe à la disponibilité en eaux de refroidissement et à la consistance du jus. Un jus épais demande plus de temps. C'est ainsi que les limes jaunes bien mûres donnent un jus plus visqueux qui distille plus lentement. La distillation doit se poursuivre très soigneusement, douce et lente au début avec la vapeur à basse pression, elle est conduite plus vigoureusement dans les dernières heures de l'opération. La vapeur vive doit bouillonner doucement à travers la masse liquide avec un débit suffisant pour la maintenir agitée afin d'éviter les surchauffes ou les brûlures contre les parois chaudes. C'est une pratique générale pour obtenir la qualité d'essence à laquelle le commerce est habitué.

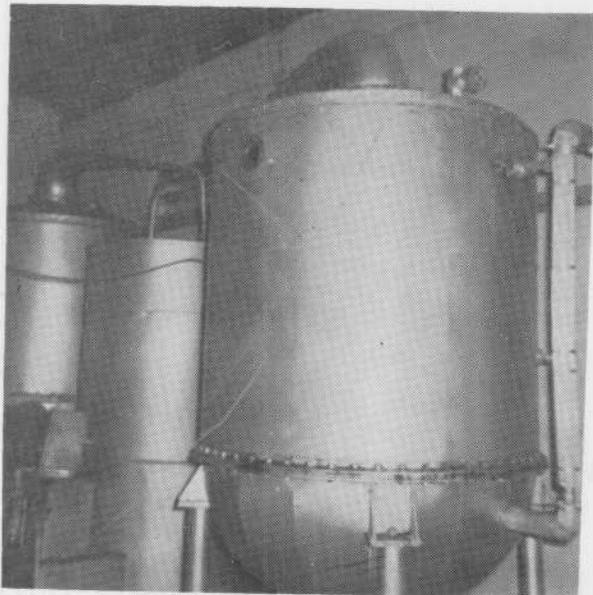
Le rendement que l'on peut espérer est de 4 kg d'essence distillée par tonne de fruits. Mais on peut arriver à 5 kg par tonne quand on traite des fruits verts.

L'essence doit être presque incolore. Une couleur jaune prononcée indique que la distillation est trop rapide avec une pression de vapeur exagérée, ou, au contraire, trop lente. L'interruption prématurée de la distillation donne comme résultat une essence de basse qualité composée principalement d'hydrocarbures terpéniques et manquant de composés oxygénés.

Préparation d'essence centrifugée. Bac à jus et centrifugeuse (Etat de Colima).



Alambic en cuivre

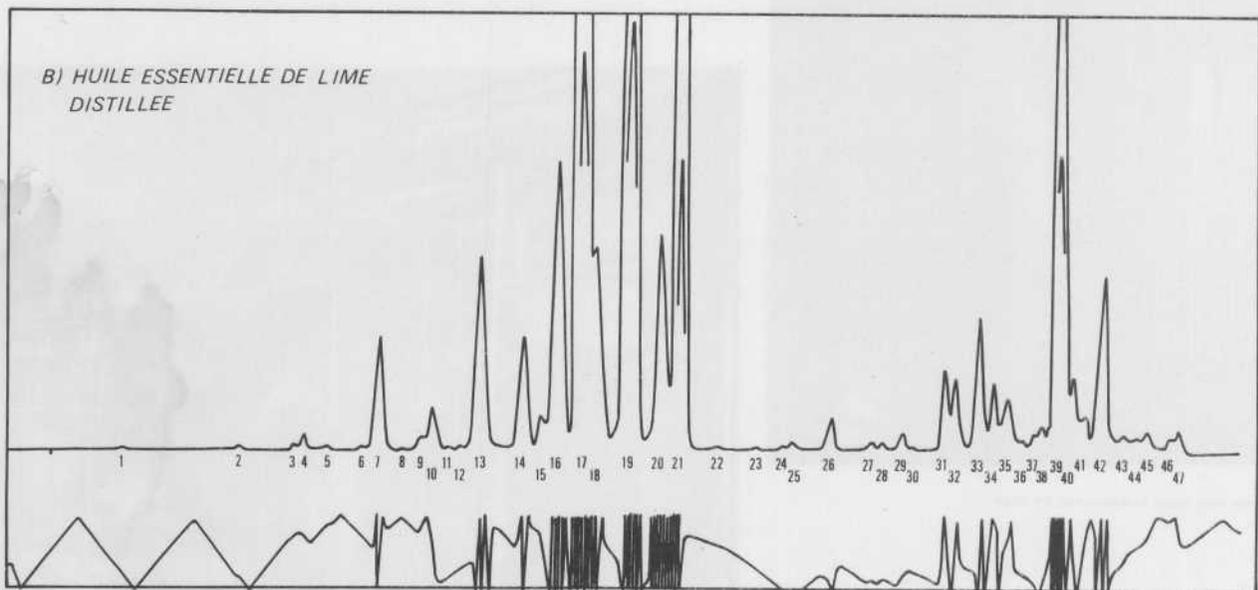
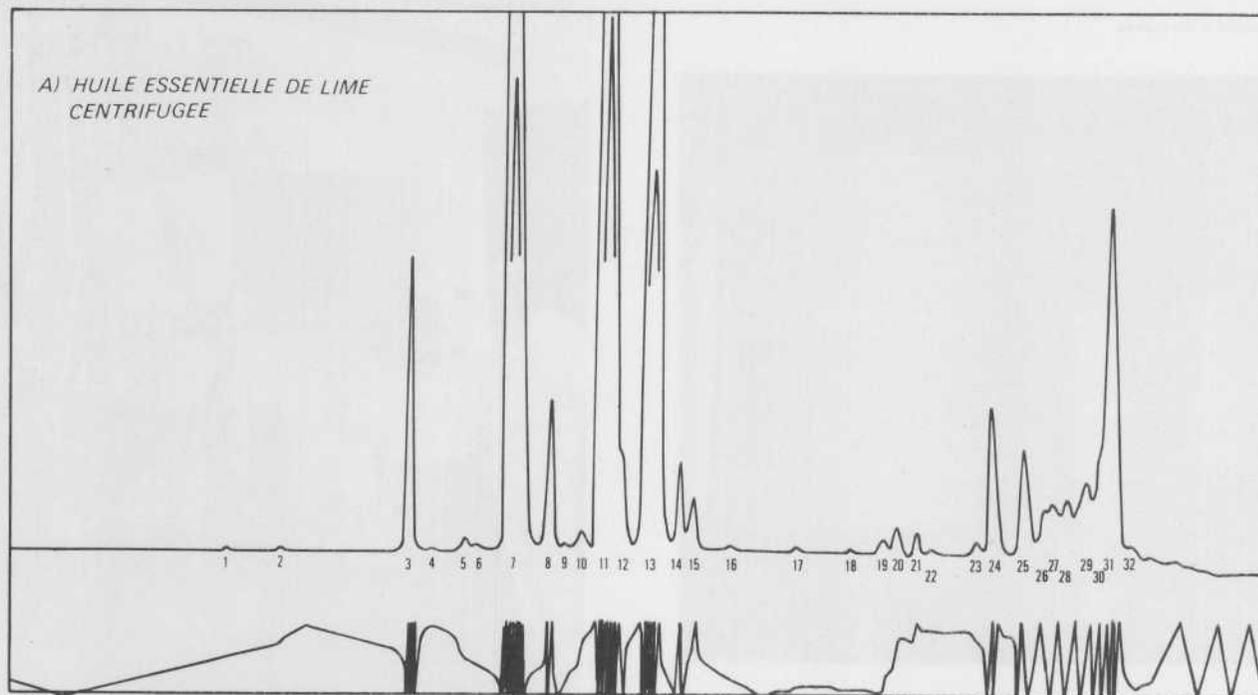


Alambic en bois avec condenseur et vase florentin.

Unité de préparation de jus et d'essence centrifugée.



CHROMATOGRAMMES D'HUILE ESSENTIELLE DE LIME



Constituants	(A) - Essence centrifugée		(B) - Essence distillée	
	N° pic	p. cent haut	N° pic	p. cent haut
α -pinène	3	3,42	7	1,59
camphène	5	0,13	10	0,60
β -pinène	7	21,80	13	2,70
myrcène	8	1,74	14	1,59
1,4-cinéole (?)	10	0,23	16	3,97
d-limonène	11	49,20	17	43,20
1,8-cinéole (?)	12	1,17	18	2,74
γ -terpinène	13	8,64	19	11,59
p-cymène	14	1,04	20	2,98
terpinolène + octanal	15	0,57	21	8,02
décanal	20	0,27	28	0,12
linalol	21	0,21	29	0,20
terpinene-4-ol + bergamotène	24	1,67	33	1,79
β -terpinéol + caryophyl- lène + nonanol	25	1,17	35	0,68
néral	27	0,50	38	0,08
α -terpinéol	28	0,60	39	8,02
bisabolène + géranial + décanol	31	3,98	42	2,42

TABLEAU 8 - Analyse quantitative de l'essence de lime par chromatographie en phase gazeuse. Méthode de normalisation interne.

Analyse d'huile essentielle de lime par chromatographie en phase gazeuse.

Méthode : Analyse directe de l'échantillon sans séparation préalable.

Chromatographe GIRDEL à double colonne

Détecteur à ionisation de flamme

Colonnes : longueur = 3 m, diamètre ext. = 3mm (1/8 pouce)

Remplissage : Carbowax 20 M, 15 p. cent sur Chromosorb W
HMDS, 80-100 mesh

Gaz vecteur : N₂

Débits gazeux : air 400 ml/mn

H₂ 20 ml/mn

N₂ 14 ml/mn

Température initiale du four : 60°C

Programmation de température : 5°C/mn jusqu'à 220°C

Températures de l'injecteur : 168°C

du détecteur : 190°C

Quantité injectée : 0,1 microlitre

Atténuation : 512

Echantillons : (A) = essence de lime centrifugée, U. N. P. A. L.

(B) = essence de lime distillée, U. N. P. A. L.

Par son aspect et son odeur l'essence distillée diffère très sensiblement de l'essence centrifugée. Incolore ou légèrement jaunâtre, d'odeur piquante, terpénique, l'essence distillée n'a que peu de points communs avec l'essence centrifugée vert brunâtre et d'odeur fruitée.

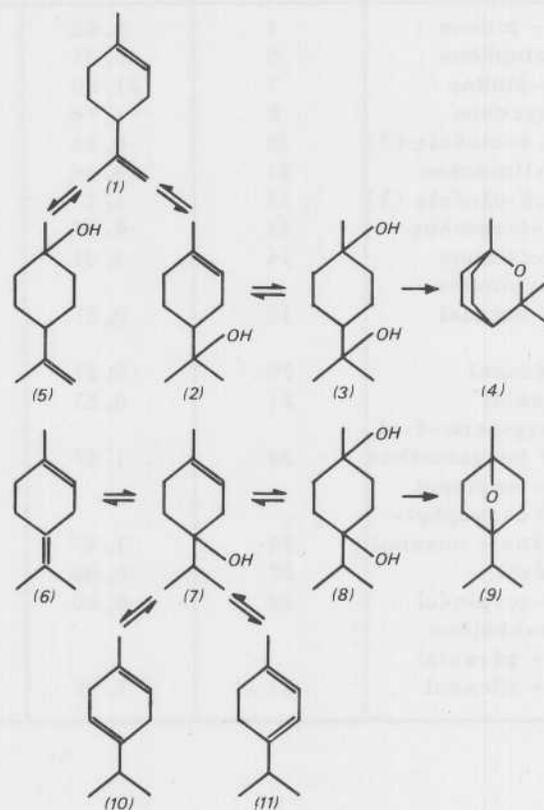
En effet, au cours de la distillation, l'essence de lime subit des modifications importantes dans sa composition chimique. Portés plusieurs heures à la température d'ébullition du jus, à un pH inférieur à 3,0, de nombreux constituants particulièrement fragiles sont dégradés et donnent naissance à d'autres composés plus stables mais n'ayant plus la même odeur. Enfin, bien entendu, les composés non volatils, cires, matières colorantes, psoralènes, coumarines, ne passent pas dans le distillat. L'analyse présentée dans le tableau 8 permet de se représenter ces différences.

Nous avons comparé : de l'huile essentielle centrifugée, U. N. P. A. L. Mexique (A) et de l'huile essentielle distillée, U. N. P. A. L. Mexique (B).

Deux aldéhydes, isomères géométriques, qui participent de façon majeure à l'odeur de l'essence, le géraniol ou citral a et le néral ou citral b subissent une dégradation à peu près totale au cours de la distillation. Alors qu'ils constituent 5 à 8 p. cent de l'essence dans le fruit, on ne les retrouve plus qu'à la dose de 0,5 à 1,5 p. cent dans l'essence distillée. Ils donnent naissance au p-cymène, hydrocarbure aromatique qui n'existe pratiquement pas dans l'essence naturelle mais que l'on trouve déjà à faible dose dans l'essence centrifugée. Par contre nous avons observé que le p-cymène n'existe qu'à l'état de trace dans l'huile essentielle fraîchement extraite de l'écorce de lime à l'aide d'une seringue de chromatographie gazeuse. SLATER et WATKINS (*) ont montré que le d-limonène hydrocarbure terpénique qui constitue plus de 40 p. cent de l'essence de lime pouvait, dans les conditions de la distillation, donner naissance à l' α -terpinéol, au terpinène-4-ol, au 1,4- et au 1,8-cinéole, à l' α - et au γ -terpinène, et au terpinolène (voir tableau 7).

Les analyses que nous produisons n'indiquent pas cependant de variation sensible dans la te-

TABLEAU 7 - Transformation du d-limonène au cours d'une distillation en milieu acide, d'après SLATER et WATKINS



- | | | |
|-------------------------|------------------------|--------------------------|
| (1) d-limonène | (5) β -terpinéol | (9) 1,4-cinéole |
| (2) α -terpinéol | (6) terpinolène | (10) γ -terpinène |
| (3) 1,8-terpine | (7) terpinen-4-ol | (11) α -terpinène |
| (4) 1,8-cinéole | (8) 1,4-terpine | |

neur en d-limonène des deux échantillons. Par contre, l' α et surtout le β -pinène subissent une dégradation importante lors de la distillation. On ne retrouve que le tiers de l' α -pinène et le dixième du β -pinène dans l'essence distillée.

Nous inspirant des expériences de SLATER et WATKINS nous avons imprégné 25 g d'acide silicique avec 5 g de β -pinène pur et avons plongé l'ensemble dans un ballon de 3 litres contenant 1,5 l d'une solution à 8 p. cent d'acide citrique. Après 3 heures d'ébullition à reflux, nous avons récupéré 3,5 g de β -pinène dans un piège Clévenger. L'analyse par chromatographie gazeuse nous a montré, à

(*) - SLATER (C.A.) et WATKINS (W.T.) - Chemical Transformation of Lime Oil.

J. Sci. Fd. Agric., oct. 1964, vol. 15, p. 657-664.

coté du β -pinène des proportions importantes de 1,4-cinéole, de terpinolène et de α -terpinéol et des quantités plus faibles de 1,8-cinéole et de p-cymène. Il semble donc bien que les pinènes soient en grande partie à l'origine de ces artéfacts dans l'essence de lime distillée.

L'huile essentielle obtenue par centrifugation

présente des caractères différents suivant qu'elle provient d'une émulsion eau-huile essentielle, ou d'une émulsion jus-huile essentielle. La première étant plus riche en citral (6,91 p. cent) que la seconde (5,03 p. cent). Ces données tirées de nos analyses ne représentent pas une moyenne et ne sont citées qu'à titre indicatif.

Au cours des temps les consommateurs ont adopté l'essence distillée du commerce qui possède une odeur et une saveur caractéristiques différentes de celles du fruit frais. Le marché s'est accoutumé à ce type d'essence à basse teneur en aldéhydes si bien qu'il exige cette essence distillée dont le caractère n'est pas naturel. Cependant on pourrait envisager un développement de la production d'essence centrifugée à condition d'en abaisser le prix de revient par une meilleure valorisation du fruit.



COMPTEURS A MAIN
pour
plantations
ou vergers



INSTRUMENTS
DE MESURE
ET DE CONTRÔLE
DE PRÉCISION

BLET

132, Fg-St-Denis PARIS (X^e)
Tél. COMbat 44.16 (3 lignes gr.)
TELEX: BLET PARIS N° 23.889
BORDEAUX • LYON • STRASBOURG

SIMA, Bat. 1, Allée A St 52

PUBLICATIONS

DE L'INSTITUT FRANÇAIS DE RECHERCHES FRUITIÈRES OUTRE-MER (I.F.A.C.)

6, rue du Général-Clergerie, PARIS, 16^e.

- PÉREAU-LEROY (P.)... Le Palmier-Dattier, 1951 (épuisé).
 PÉREAU-LEROY (P.)... Étude du Pollen des Agrumes, 1951 (épuisé).
 Recueil collectif..... La lutte contre le Charançon du Bananier, 1951 (épuisé).
 PATRON (A.)..... Étude des effets de *Cercospora Musae* sur les bananes des Antilles, 1952 (épuisé).
 MAIGNIEN (R.)..... Études pédologiques en Guinée, 1953 (épuisé).
 PY (Cl.)..... Les hormones dans la culture de l'ananas, 1953 (épuisé).
 PATRON (A.)..... Les phénomènes d'oxydation dans la production et la conservation des jus de fruits, 1953 (épuisé).
 PÉREAU-LEROY (P.)... Recherches sur la Fusariose du Palmier-Dattier, 1954 (épuisé).
 ALEXANDROWICZ (L.).. Étude du développement de l'inflorescence du bananier nain, 1955 (épuisé).
 MONNIER (G.)..... Études pédologiques, station d'Azaguié (Côte d'Ivoire), 1955. 5 F.
 MAIGNIEN (R.)..... Les sols de la station I. F. A. C. du Palmier-Dattier à Kankossa (Mauritanie), 1955 (épuisé).
 MUNIER (P.)..... Le Palmier-Dattier en Mauritanie, 1955. 5 F.
 LEFÈVRE (F.)..... Les sols de la station I. F. A. C. du Palmier-Dattier à Kankossa (Mauritanie) (épuisé).
 FAUGERAS (J.)..... L'économie des Agrumes dans le Monde, 1944 (épuisé).
 ARIÈS (Ph.), CADILLAT (R.). Le commerce de la Banane dans le Monde, 1944 (épuisé).
 ROUDIER (H.)..... L'Industrie de la Banane séchée, 1944. 5 F.
 MASSIBOT (J.-A.)... La Conduite des Recherches sur les Cultures Fruitières Tropicales, 1947 (épuisé).
 LAVOLLAY (J.), PATRON (A.). Les Jus de Fruits, 1948 (épuisé).
 CUILLE (J.)..... Recherches sur le Charançon du Bananier, 1950 (épuisé).
 ROBERT (P.)..... Les Agrumes dans le Monde et le Développement de leur Culture en Algérie, 1947 (épuisé).
 KLOTZ et FAWCETT... Maladies des citrus (manuel en couleurs), 1952 (épuisé).
 BLANC, CHAPOT, GUÉNOT. Agrumes et Fruits subtropicaux aux U. S. A., 1952. 15 F.
 CHAPOT (H.)..... Les Agrumes au Liban, 1954. 5 F.
 PY (C.) et TISSEAU (M.-A.). La culture de l'ananas en Guinée, 1957. 26,85 F.
 Section des Antilles..... Manuel du planteur de bananes antillais, 1957 (gratuit).
 PÉREAU-LEROY (P.)... Le Palmier-Dattier au Maroc, 1959. 20 F.
 Recueil collectif..... Traitements à débit réduit, 1948-1958. 15 F.
 PY (C.)..... La lutte contre les mauvaises herbes en plantation d'ananas, 1959 (épuisé).
 Recueil collectif..... Les sols de bananeraies en Afrique, 1960. 10 F (épuisé).
 VILARDEBO (A.)..... Les insectes nématodes des bananeraies d'Équateur, 1960. 15 F.
 CHAMPION (J.)..... Les bananeraies en Équateur, 1959. 15 F (épuisé).
 COMELLI (A.)..... Les cultures fruitières en Israël, 1960. 10 F.
 BOVÉ (J.-M.)..... Quelques aspects anciens et modernes de la photosynthèse, 1961 (épuisé).
 MARTIN-PRÉVEL et coll. Potassium, Calcium et Magnésium dans la nutrition de l'ananas en Guinée, 1962 (épuisé).
 CHARPENTIER, GODEFROY. La culture bananière en Côte d'Ivoire, 1963. 20 F.
 BOVÉ (J.-M.) et VOGEL (R.). L'état sanitaire des agrumes en Corse, 1963. 10 F (épuisé).
 I. F. A. C.-I. O. C. V. . . . Maladies à virus des agrumes (bibliographie), 1963. 50 F. Supplément, 1966. 25 F. 2^e suppl., 1969. 40 F.
 BRUN (J.)..... La Cercosporiose du bananier en Guinée. Étude de la phase ascosporee du *Mycosphaerella musicola* Leach. 1963 (Thèse). 30 F.
 BRUN (J.)..... Les principales maladies fongiques des bananeraies en Équateur, 1962. 20 F.
 Recueil collectif..... Journées d'études sur la nutrition minérale des plantes fruitières tropicales et subtropicales, 1964. 30 F.
 BOVÉ (J.-M.) et VOGEL (R.). Agrumes et maladies à virus dans quelques pays d'Amérique latine, 1964. 15 F.
 GUENTHER (E.)..... La production d'essence de citron dans le monde, 1964. 15 F.
 MAZLIAK (P.)..... Les lipides de l'avocat (*Persea americana*, var. *Fuerte*), 1965. 10 F.
 PY (C.)..... Étude des industries de l'ananas aux îles Hawaï, à Formose, aux Philippines et en Malaysia, 1965. 15 F.
 An..... Colloque international sur l'évolution et la modernisation de la Documentation scientifique, 1965. 50 F.
 I. F. A. C. Thesaurus documentaire, 1966. 70 F.
 LAVILLE (E.)..... Les maladies fongiques des bananes en entrepôt (30 diapositives), 1967. 44,75 F. (épuisé).
 MARTIN-PRÉVEL et coll. Les essais sol-plante sur bananiers, 1967. 30 F.
 CHAMPION (J.)..... Les bananiers et leur culture. Tome I. 1968. 53,70 F.
 CHARPENTIER (J.-M.) et MARTIN-PRÉVEL (P.). Carences et troubles de la nutrition chez le bananier (86 diapositives), 1968. 107,40 F.
 LAVILLE (E.)..... Les altérations et les maladies fongiques d'entreposage des agrumes et de divers fruits tropicaux (84 diapositives), 1969. 116,35 F.

+ T.V.A. 7.50%