

## Méthode unique pour la détermination de l'huile essentielle récupérable sur un produit d'orange

Le dosage de l'huile essentielle dans les jus concentrés et boissons d'agrumes donne des résultats différents selon la méthode utilisée en raison de l'hétérogénéité des différents constituants des huiles ; la distillation et la récupération volumétrique a été longtemps la méthode de référence, en particulier dans les normes américaines et celles des pays qui ont pris modèle sur ces normes. Elle a l'inconvénient d'être onéreuse, longue, délicate et d'exiger un gros volume de matière première ; son avantage est de pouvoir servir de méthode de référence, les limites précisées par les normes précisant toujours qu'il s'agit de teneurs en "huile essentielle récupérable".

Les autres méthodes plus simples, ou plus économiques en prix d'appareils, volume d'échantillon et durée de chaque opération de dosage, que nous avons proposées successivement à l'ISO (TC 34 SC3) et à la Commission des méthodes d'analyses de la Fédération des Jus de Fruits, donnaient des résultats sensiblement équivalents, mais les produits dosés n'étaient pas, en principe, les mêmes que l'huile récupérable par ébullition ; par exemple, l'entraînement à l'acétone suivi d'une néphélométrie ou le dosage volumétrique du limonène par bromuration ne peuvent donner un résultat exprimé en "huile essentielle récupérable" : on ne peut parler, stricto sensu, que d' "huile essentielle dosée par telle méthode".

La nouvelle norme américaine des jus d'orange, parue le 1er juillet 1969, est la huitième édition homologuée par le Ministère de l'Agriculture. Comme précédemment, elle apporte quelques modifications aux textes précédents ; mais surtout la méthode classique de Clevenger pour le dosage de l'huile essentielle récupérable est remplacée par le dosage titrimétrique du limonène au moyen de solution au bromure-bromate, tout en conservant l'expression du résultat en "huile essentielle récupérable". En effet, bien que le procédé de récupération ne soit pas une simple ébullition de l'eau, mais un entraînement par le propanol, il donne en général un résultat considéré comme identique, en raison de l'approximation assez large du dosage. D'autre part, le d. limonène est bien le constituant principal de l'huile essentielle des oranges.

En conclusion nous pourrions adopter cette méthode unique, simple et économique, comme procédé de dosage de l'huile essentielle récupérable des jus et boissons d'orange. Mais nos réserves, exprimées dans le principe des derniers projets de textes, sont toujours valables pour certains fruits différents de l'orange, car le d. limonène peut entrer en proportion moindre dans l'essence, qui peut d'ailleurs contenir d'autres composants réagissant différemment à la bromuration.

### MÉTHODE AU BROMURE-BROMATE

#### RÉACTIF

a) Solution mère, titrant 0,099 N

Dissoudre 2,772 g de bromate de potassium  $B_2O_3K$  et 11,88 g de bromure de potassium  $B_2K$  dans l'eau distillée, ajuster à un litre dans un flacon jaugé.

b) Solution préparée pour l'emploi titrant 0,0247 N

Diluer un volume de solution mère avec trois volumes d'eau. Cette dilution est moins stable que la solution mère ; selon la température de garde, elle reste utilisable en flacon bouché à l'émeri, entre deux semaines et six mois.

c) Propanol - 2 pur pour analyse

## d) Acide chlorhydrique

Diluer un volume d'acide concentré avec deux volumes d'eau.

## e) Indicateur coloré

Dissoudre 0,1 g de méthylorange dans 10 ml d'eau distillée.

## APPAREILLAGE

Appareil de distillation en verre borosilicaté comprenant : 1) ballon de 50 ml muni d'un col à rodage droit normalisé ; 2) tube rectificateur et séparateur de mousse d'une hauteur de 20 cm adaptable au rodage du ballon et, après recourbement vers le bas, adaptable au réfrigérant par un rodage sphérique mâle ; 3) réfrigérant descendant à spirale tubulaire, muni du rodage sphérique femelle normalisé correspondant au tube séparateur.

Burette graduée de précision de 25 ml à écoulement rapide.

## MODE OPÉRATOIRE

Introduire à la pipette 25 ml de jus ou de boisson préalablement homogénéisés dans le flacon de distillation, quelques morceaux de ponce sulfurique et 25 ml de Propanol-2. Fixer au ballon le tube rectificateur et le réfrigérant. Placer un bécher de 150 ml sous le réfrigérant.

Chauffer avec précaution, la flamme ou la résistance électrique du réchaud étant limitée à une surface réduite au fond du ballon pour éviter toute surchauffe sur les bords. Distiller jusqu'au moment où le solvant cesse de refluer dans le ballon, puis arrêter la distillation.

Ajouter au distillat, dans le bécher, 10 ml d'acide chlorhydrique dilué et 1 goutte d'indicateur, mélanger.

Titrer à la burette, en agitant sans cesse, au moyen de la solution préparée de bromure-bromate. Le début de l'addition de cette solution peut être très rapide, par contre l'approche de la fin de titration doit être faite à 1 goutte par seconde environ. La fin de titration est marquée par la disparition de la couleur rouge.

Effectuer la titration à blanc de la manière suivante : titrer successivement trois mélanges différents contenant 25 ml de Propanol-2, 10 ml d'acide chlorhydrique dilué et 1 goutte d'indicateur, avec la même burette ; la valeur du titrage à blanc est obtenue en divisant le résultat total par trois.

## CALCUL DU RÉSULTAT

Le réactif préparé à 0,0247 N est titré de telle sorte qu'un ml de réactif équivaut à 0,85 mg de d. limonène, soit 0,001 ml. Le calcul de la teneur de la boisson en huile essentielle récupérable se fera donc en multipliant le résultat de la titration des 25 ml de boisson par 0,004, pour obtenir un pourcentage en volume.

## RÉFÉRENCES

- DUPAIGNE (P.) - Dosage de l'huile essentielle dans les jus d'agrumes.  
*Ann. Fals. Fraudes*, 1951, 44, 505, 17-25.
- SCOTT (W.C.) et VELDHUIS (H.K.) - Rapid estimation of recoverable oil in citrus juices by bromate titration. *J. of AOAC*, 1966, 49, 3, 628-633.
- SCOTT (W.C.) - Studies of recovering oil in citrus juice by bromate titration.  
*J. of AOAC*, 1968, 51, 4, 928-931.

P. DUPAIGNE

