

## DETERMINATION DE LA RICHESSE EN HUILES ESSENTIELLES DES AGRUMES

La détermination de la teneur en huile essentielle d'un lot de fruits nécessite un échantillonnage représentatif et un dosage précis. L'huile essentielle se trouve répartie dans les cellules oléifères de la partie externe de l'écorce du fruit (flavedo). Si l'on veut un échantillonnage **représentatif** il faut prélever un nombre minimal de fruits allant de 50 à 100 pour un lot de 3 à 5 tonnes. Mais, pour un dosage **rapide** et **précis**, on ne peut manipuler qu'une petite quantité d'écorces, très inférieure à l'écorce totale de l'échantillon prélevé.

Les deux exigences sont donc contradictoires. Nous avons apporté une solution en prélevant simplement sur chaque fruit de l'échantillon une fraction représentative de l'écorce totale. Les études menées en Floride (2) ont montré que la teneur en huile essentielle des agrumes allait en augmentant de la partie pédonculaire à l'extrémité styloïde des fruits. Si l'on découpe des rondelles d'écorce d'une surface donnée dans la partie équatoriale du fruit, la teneur en essence de ces rondelles, par unité de surface, représente la teneur moyenne en essence du fruit entier, par unité de surface. On peut alors remplacer sans erreur l'échantillon de 50 fruits d'un poids de 3,5 kg environ par 100 rondelles pesant 140 g, ce qui représente un échantillon pouvant être manipulé rapidement.

### PRINCIPE.

On détermine, sur une surface donnée de l'écorce des fruits, la quantité d'huile essentielle qui y est contenue par dosage chimique. On rapporte la mesure obtenue à un poids unitaire de fruits.

### MÉTHODE.

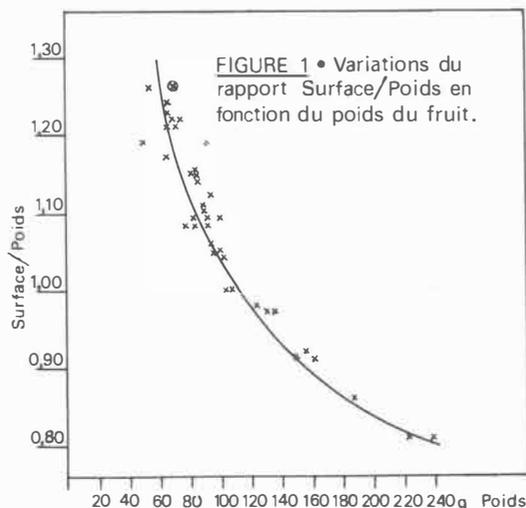
On réunit un échantillon de fruits dont le nombre est fonction de l'importance du lot examiné.

On pèse l'ensemble de l'échantillon et on divise ce poids par le nombre de fruits pour obtenir le poids moyen des fruits.

Avec un emporte-pièce bien tranchant, on découpe des rondelles d'écorce dans la partie équatoriale des fruits, 2 ou 4 rondelles (suivant le nombre de fruits) symétriques par rapport au diamètre polaire.

L'ensemble des rondelles est finement broyé avec de l'eau au mixer et le broyat est dilué avec de l'eau que l'on ajoute jusqu'à obtenir le poids voulu. Par exemple, un échantillon de 50 fruits donne 100 rondelles et le broyat est dilué à 2 kg.

On prélève une prise d'essai d'environ 10 g, pesée dans le ballon de distillation au mg près. On ajoute 25 ml d'alcool éthylique à 95° et on complète à 50 ml avec de l'eau. On distille rapidement.



Quand on a obtenu 30 ml de distillat on y ajoute 10 ml d'HCl dilué au 1/3 et on titre avec une solution de bromure-bromate 0,0247 N en présence de méthyle orange jusqu'à décoloration totale. Faire un blanc avant chaque série de dosages. A 1 ml de solution titrée correspond 0,001ml d'huile essentielle ou 0,00085 g(1).

Ce dosage s'applique intégralement aux oranges, citrons, mandarines, bigarades et pomelos.

Mais les terpénoïdes comme le citral, le linalol, l'acétate de linalyle ne répondent qu'à 50 % à la bromuration dans les conditions expérimentales. Le citron, la lime ne comptent que de 3 à 5 % de citral, l'erreur occasionnée est faible et on ne tient compte de la réponse du citral que pour des mesures très précises. Par contre, l'essence de bergamote peut contenir jusqu'à 60 % de linalol libre et estérifié. Dans ce cas, l'erreur due au dosage peut atteindre 30 %. Elle varie suivant la composition de l'essence en composés oxygénés. Il convient donc de déterminer dans chaque cas, un facteur de correction sur une quantité connue d'huile essentielle.

Le dosage ainsi pratiqué permet de mesurer la quantité d'huile essentielle contenue dans une surface donnée d'écorce. Pour rapporter cette teneur à un poids donné de fruits, il faut multiplier le résultat par le rapport surface/poids. Ce rapport n'est pas constant, il varie avec le poids des fruits. On le déterminera fruit par fruit sur un échantillon de 30 à 40 fruits une fois par mois. On mesure sur chaque fruit le diamètre équatorial et le diamètre polaire, ainsi que le poids. La surface de l'ellipsoïde auquel est assimilé le fruit est donnée par la formule :  $S = D.d.\pi$ . On trace la courbe  $Y = S/P$  en portant P en abscisse. Ainsi connaissant P moyen pour chaque échantillon on déduira de la courbe, S/P.

#### CALCUL.

- n : tombée de burette
- $n_0$  : tombée de burette pour le dosage blanc
- m : prise d'essai en g
- Q : poids du broyat aqueux en g
- s : surface totale des rondelles.

$$\text{Huile essentielle en g/kg de fruits} = \frac{(n - n_0) 0,00085.Q.Y.1000}{m.s.}$$

La durée totale de la préparation de l'échantillon et du dosage est de 20 minutes. Ce temps peut être abaissé en préparant l'échantillon pendant le dosage précédent. On peut ainsi réaliser aisément une vingtaine de déterminations par jour.

#### MATÉRIEL.

- un emporte-pièce de diamètre 2,0 cm
- un ballon de 250 ml à fond et col court
- une tête à distiller avec thermomètre
- un réfrigérant à double circulation d'eau (pour les pays chauds)
- une coudée courte

Cet ensemble sera muni de rodages normalisés.

- un chauffe ballon électrique pour ballon de 250 ml
- un agitateur électromagnétique
- une burette graduée de 25 ml
- un ou plusieurs béciers de 3 l
- un mixer à hélice coupante (turmix)

#### PRODUIT

Ethanol à 95 p. cent  
Sol. de BrK - BrO<sub>3</sub> k 0,1 N  
Acide chlorhydrique dilué au 1/3  
Methyl orange à 0,1 p. cent.

#### RÉFÉRENCES

- 1 - Rapid Estimation of Receverable Oil in Citrus Juices by bromate Titration.  
W. CLIFFORD SCOTT et M.K. VELDHUIS  
J. of A.O.A.C., vol. 49, n° 3, 1966.
- 2 - Peel Oil Content of Valencia Oranges.  
R. HENDRICKSON et J.W. KESTERSON  
Florida Agricultural Experiment Station Journal Series, n° 3360, 192-196, 1969.