

L'huile essentielle d'orange de type "Guinée"

R. HUET et Marie-Claude MURAIL*

L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DE TYPE «GUINÉE»

R. HUET et Marie-Claude MURAIL (IFAC)

Fruits, avril 1972, vol. 27, n°4, p. 297-301.

RESUME - L'huile essentielle d'orange de type «Guinée» présente un intérêt tout particulier en parfumerie ; elle est appréciée pour la fraîcheur de son odeur et la puissance de sa note aldéhydée. La déficience actuelle de la production guinéenne a provoqué la recherche de nouveaux lieux de production que les équipes de l'IFAC ont pu situer au Mali, au Dahomey et au Cameroun. Les analyses d'échantillons de ces diverses provenances montrent que le type «Guinée» se distingue des autres essences d'orange douce par la richesse en aldéhydes mais aussi par des proportions différentes entre les divers carbonylés. Ce dernier caractère pourrait être lié au procédé d'extraction qui conserve l'intégrité du produit naturel.

HISTORIQUE

E. GUENTHER a décrit, dans le volume III de son ouvrage «The Essential Oils» (5), la production très particulière de l'huile essentielle d'orange douce sur les hautes terres du Foutah Djallon guinéen. Nous en rappelons les principales caractéristiques.

Les orangers, variété *Citrus sinensis* OSBECK, résultent de semis réalisés de façon très dispersée, quelques bouquets d'arbres par village. Perdus en brousse, ils marquent l'emplacement d'un village abandonné. L'extraction de l'huile essentielle se pratique à la main en grattant l'épiderme du fruit, le flavedo, avec une cuillère à bords tranchants ou dentelés. La campagne débute avec la saison sèche en novembre et se poursuit jusqu'en février.

Depuis 1928, date des premiers échantillonnages, la quantité d'essence ainsi obtenue a progressé rapidement d'année en année. Elle atteignait 275 tonnes en 1939. Après la guerre 1939-45, elle reprit, assez fluctuante suivant les cours et la demande, tout en se maintenant jusqu'en 1959 entre 80 et 130 tonnes par an. L'accession à l'indépendance de la Guinée a provoqué un bouleversement politique et économique qui n'a pas favorisé cette industrie. Actuellement, malgré une demande très ferme, le tonnage annuel mis sur le marché ne dépasse pas 30 à 50 tonnes.

En 1969, la production mondiale d'huile essentielle d'orange a été, d'après CADILLAT (4), comprise entre 4.500 et 5.800 tonnes. En regard de cette quantité, la demande non satisfaite d'essence d'orange «Guinée» que l'on peut estimer à 50-80 tonnes apparaît insignifiante. Elle existe cependant car le type «Guinée» apporte une qualité différente parfaitement adaptée aux exigences de la parfumerie moderne.

TABLEAU 1 - Estimation de la production mondiale d'huile essentielle d'orange en 1969 (en tonnes) d'après CADILLAT (4).

Brésil	50-70	Israël	10-130
Espagne	15-20	Italie	150-180
États-Unis	4.000-5.000	Jamaïque	100-120
Grèce	40-50	Maroc	5-10
Guinée	30-50	République	
Honduras	20-25	Sud-Africaine	100-110
Indes	1-5	Tanzanie	5-10
Total : 4.500-5.800 tonnes			

* - Institut français de Recherches fruitières Outre-Mer (IFAC)
6, rue du Général Clergerie - PARIS (16e).

CARACTERES CHIMIQUES DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DE GUINÉE

L'AFNOR définit le type «Guinée» par un ensemble de critères physico-chimiques et met l'accent sur une teneur élevée en carbonylés.

TABLEAU 2 - Teneur en constituants carbonylés de l'huile essentielle d'orange douce AFNOR norme T.N. 75-203 (1).

Provenance	Constituants carbonylés exprimés en décanal p. cent	
	Minimum	Maximum
Guinée	1,8	3,1
Afrique du Sud Rhodésie	1,5	2,7
Amérique du Nord	0,9	2,5
Israël	0,9	1,6
Italie	0,9	2,2

D'après BENEZET et IGOLEN (1946) cités par GUENTHER (5), l'octanal représente 75 à 80 p. cent des carbonylés totaux. D'après NAVES (1947) cité par GUENTHER (5), la composition en carbonylés s'établit ainsi :

n octanal	31 p. cent
n décanal	27
n dodecanal	6
n2-decene 1-al	3
n2-dodecene 1-al	3
citral	7,5

Il n'existe pas à notre connaissance d'analyse détaillée moderne d'huile essentielle d'orange de Guinée.

RECHERCHES D'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DE TYPE «GUINÉE» EN DIVERS PAYS DE L'AFRIQUE DE L'OUEST

Par suite de la défaillance de la Guinée, une demande non satisfaite existe pour cette qualité d'huile essentielle d'orange ; elle est estimée à 50-80 tonnes. C'est une des préoccupations de notre Institut de trouver, en dehors de la Guinée, des sources d'essence d'orange de qualité équivalente.

Il faut pour cela prospector les peuplements d'orangers et retenir ceux qui fournissent une essence riche en aldéhydes. Il faut de plus pratiquer sur des fruits de maturité peu avancée une extraction adéquate. Il n'est pas interdit cependant de réaliser certains coupages en renforçant la note verte avec des fruits de début de saison et en arrondissant l'odeur avec de l'essence de fruits bien mûrs.

L'extraction manuelle, lente et pénible, trouve de moins en moins d'adeptes et l'IFAC s'efforce d'introduire l'usage

de l'extracteur à aiguille qui donne une qualité d'huile essentielle comparable. Le coût de cet appareil est encore relativement élevé et il faudrait imaginer une machine plus pratique basée sur le même principe.

Les agents de nos diverses Stations ou Missions de l'ouest africain se sont livrés depuis 1965 à une prospection systématique des peuplements d'orangers. Les échantillons qu'ils ont recueillis ont été analysés dans notre laboratoire. Leur richesse moyenne en aldéhydes est exposée dans le tableau 3. Les chiffres sont comparés à ceux que nous avons obtenus en Guinée où nous avons assuré le contrôle à l'exportation de toute la production d'huile essentielle d'orange entre 1956 et 1960.

Mali. Le Foutah Djallon malien, prolongement de la zone de production guinéenne, a été le premier prospecté. Les échantillons recueillis ont accusé une richesse en aldéhydes intéressante mais dans l'ensemble inférieure à ce que l'on a trouvé en Guinée. La situation économique du Mali s'est prêtée à une exploitation de cette richesse naturelle. L'organisation mise sur pied par le Gouvernement malien, avec la contribution des agents de l'IFAC, assure bon an mal an, la production de quelques tonnes d'essence pouvant prétendre à l'appellation «Guinée».

Sénégal. Les recherches réalisées en Casamance ont donné des résultats négatifs ; la richesse en aldéhydes étant trop faible.

Côte d'Ivoire. Les peuplements d'orangers des régions d'Odienné et de Maninian ont été prospectés et les échantillons se sont révélés intéressants. Mais la totalité des fruits est absorbée par la consommation locale et l'extraction d'huile essentielle ne présente pas d'intérêt actuellement.

Dahomey. Le Dahomey possède une population d'orangers dispersée mais abondante. Les prospections très méthodiques poursuivies par l'IFAC ont donné des résultats variables. Elles ont cependant permis de situer une zone de production dans les régions de Porto Novo et de Pobé où la richesse en aldéhydes est satisfaisante. Il n'a pas encore été possible de discerner les raisons d'ordre variétal ou écologique pour lesquelles la zone délimitée se singularise de façon aussi heureuse. Une production s'amorce qui ne dépasse pas encore quelques centaines de kg.

Cameroun. La plantation Haty à Goura a fourni des échantillons de qualité remarquable. Mais seul ce peuplement d'une quarantaine d'hectares a été prospecté.

Toutes ces investigations sont réalisées sur des orangers doux de semis.

TABLEAU 3 - Teneur en aldéhydes des huiles essentielles d'orange provenant de divers pays de l'Afrique de l'ouest.

Pays	Nombre d'échantillons	Aldéhydes p. cent exprimés en décanal		
		moyenne	minimum	maximum
Guinée	1.080	2,31	1,43	3,01
Mali	24	1,97	1,06	2,50
Sénégal	11	1,39	1,16	1,62
Côte d'Ivoire	5	1,80	1,40	2,20
Dahomey	80	1,68	0,91	2,36
Cameroun	5	2,38	1,84	2,76

ANALYSE DE LA FRACTION CARBONYLÉE D'UNE HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DE TYPE «GUINÉE» (CAMEROUN)

Nous avons utilisé la méthode suivante :

- 1) Déterpénération de l'huile essentielle 20 g sur colonne de gel de silice imprégnée d'hexane (d'après Van der LIJN et LIFSHITZ) (9). Elution des composés polaires à l'acétate d'éthyle.
- 2) Séparation des composés carbonylés de la phase polaire par le réactif de Girard T. (d'après STANLEY et al.) (8). La régénération des carbonylés par cette méthode est pratiquement totale excepté celle du citral par lequel nous avons mesuré une perte de 19 p. cent sur une solution témoin.
- 3) Chromatographie en phase gazeuse de l'huile essentielle totale, de la phase polaire déterpénée et de l'extrait des carbonylés régénérés.

Conditions opératoires :

Colonnes inox double, 3 mm de diamètre (1/8 pouce), 3 m de longueur.

Remplissage : Chromosorb HMDS 60-80 mesh, imprégné à 15 p. cent de carbowax 20 M.

Double détecteurs à ionisation de flamme.

Température injecteur : 180°C

Température détecteur : 200°C

Gaz vecteur : azote, 15 ml/mn.

Four : programmation linéaire de température : 5°C/mn, de 60 à 215°C.

Résultats exprimés en p. cent de la hauteur des pics de l'ensemble des pics identifiés comme aldéhydes.

- 4) Dosage des aldéhydes totaux. Méthode chimique à l'hydroxylamine (2).

A titre de comparaison, une analyse identique a été réalisée sur une huile essentielle d'orange douce Valencia late produite au Brésil (État de Sao Paulo) dans une exploitation industrielle.

Nous avons complété ces résultats par des analyses d'huiles essentielles d'orange douce provenant du Mali et nous les avons comparés à ceux qui ont été obtenus par LIFSHITZ et col. (7) sur des huiles essentielles provenant d'Israël, de Floride et de Californie. Ces chercheurs ont utilisé des méthodes de séparation identiques aux nôtres, ce qui rend les données d'autant plus comparables (tableau 5).

TABLEAU 4 - Composition de la fraction aldéhydique de l'huile essentielle de zeste d'orange (exprimée en p. cent des hauteurs de pics identifiés comme aldéhydes).

Carbonylés	Provenance Cameroun (semis) (type Guinée)	Provenance Brésil (Valencia late)
Octanal	43,3	25,1
Nonanal	10,9	8,4
Decanal	29,8	48,0
Dodecanal	5,7	9,5
Citral, (Néral + gèranial)	10,2	8,9

TABLEAU 5 - Analyse des composés principaux de la fraction carbonylée d'huiles essentielles d'orange de diverses provenances.

Provenance	Octanal	Nonanal	Décanal	Aldéhydes totaux (méthode chimique) p. cent de l'huile essentielle totale
Israël (7)	45,5	7,9	46,6	1,37
Floride (7)	42,2	7,5	50,3	1,53
Californie (7)	35,1	6,5	58,4	1,20
Brésil	30,7	10,3	58,8	1,14
Cameroun	51,5	12,9	35,4	2,50
Mali	57,2	10,5	32,0	2,10

Note - Les résultats de LIFSHITZ (7) sont exprimés en p. cent de la surface des pics, les nôtres en p. cent de la hauteur des pics. Dans les conditions opératoires utilisées (programmation de température) les différences entre ces deux méthodes de mesure peuvent être considérées comme négligeables.

DISCUSSION DES RÉSULTATS

Il se confirme ici que l'octanal est le principal aldéhyde (en quantité) de l'huile essentielle d'orange de type «Guinée». Nos résultats se situent entre ceux qui ont été annoncés par BENEZET et IGOLEN (5) et ceux qui ont été trouvés par NAVES (5). L'examen du tableau 5 indique d'une façon très claire que cette prédominance de l'octanal est caractéristique des essences de type «Guinée». Alors que les essences d'Israël, de Floride, de Californie et du Brésil sont plus riches en décanal qu'en octanal, le rapport se trouve inversé pour les essences du Mali et du Cameroun. Ces dernières sont aussi légèrement plus riches en nonanal.

Nous constatons donc que les essences africaines de type «Guinée» se différencient des essences d'origines industrielles, non seulement par la richesse en aldéhydes totaux mais aussi par les proportions entre les divers aldéhydes. Elles ont une odeur plus puissante, mais de plus différence. La différence des proportions relatives des divers aldéhydes est-elle une caractéristique des essences d'orange de semis africaines ? On ne saurait l'affirmer.

Des essences d'orange Valencia late, provenant de la Station de Recherches agrumicoles de Corse, que nous avons analysées, sont également plus riches en octanal qu'en décanal. Elles ont été extraites avec un touret à aiguille identique à celui qui est utilisé au Mali, au Cameroun ou au Dahomey. L'huile essentielle produite par ce procédé est simplement séparée par décantation du jus aqueux résultant de l'action de l'aiguille sur l'écorce du fruit.

L'huile essentielle de type industriel que l'on retrouve dans tous les pays gros producteurs d'agrumes est extraite par abrasion ou pression de l'écorce sous un fort jet d'eau. Très diluée dans l'émulsion obtenue, elle est séparée par centrifugation, non sans abandonner une fraction de ses constituants légèrement hydrosolubles. L'octanal et le nonanal, moins insolubles que le décanal, sont perdus en plus grande quantité.

CONCLUSION

L'huile essentielle d'orange douce de type «Guinée» conserve une place de choix en parfumerie malgré son prix relativement élevé. Il faut en rechercher les raisons dans la puissance de son odeur, mais aussi dans ses qualités de finesse et de fraîcheur très appréciées actuellement, car, ainsi que le note M. BILLOT, Président d'honneur de la Société technique des Parfumeurs de France : «les tendances aux notes vertes paraissent avoir une certaine recrudescence très nouvelles, associées à des notes aldéhydiques».

La richesse en aldéhydes est caractéristique de certains peuplements d'oranges de semis que l'on a d'abord découverts en Guinée, et par la suite au Mali, au Dahomey et au Cameroun. La finesse et la fraîcheur de l'odeur naturelle provoquées par un rapport harmonieux entre les divers constituants de l'essence, sont bien conservées par les procédés d'extraction manuels ou à l'aiguille. Par contre, l'extraction sous forme d'émulsion, réalisée dans les usines de jus de fruits, modifie ce rapport et dégrade l'odeur.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 - AFNOR. Norme T.N. 75-203. Huile essentielle d'orange douce, exprimée. 1965.
- 2 - AFNOR. Norme NF T. 75-114. Dosage des constituants carbonyles. Méthode à l'hydroxylamine libre. 1965.
- 3 - BILLOT (M.). La Chronique du parfumeur. *Parfumerie, Cosmétique et Savon*, 1969, vol. 12, n°4, p. 177.
- 4 - CADILLAT (R.M.). Considérations sur les huiles essentielles d'agrumes. *Fruits*, 1969, vol. 24, n°7-8, p. 389.
- 5 - GUENTHER (E.). The essential oils. III - Oil of sweet orange, p. 158.

- 6 - HUET (R.). L'identification des huiles essentielles d'agrumes par chromatographie en phase gazeuse.
Fruits, 1967, vol. 22, n°4, p. 177-181.
- 7 - LIFSHITZ (A.), STANLEY (W.L.) et STEPAP (Y.). Comparison of Valencia essential oil from California, Florida and Israel.
J. of Food Science, 1970, vol. 35, n°5, p. 547-548.
- 8 - STANLEY (W.L.), IKEDA (R.M.), VANNIER (S.H.) et ROLLE

- (L.A.). Determination of the relatives concentrations of the major aldehydes in lemon, orange and grapefruit oils, by gaz chromatography.
J. of Food Science, 1961, vol. 26, n°1, p. 43-48.
- 9 - Van der LIJN (J.) et LIFSHITZ (A.). A chromatographic method for the deterpenation of citrus essential oils.
Sciences et Technologie alimentaires, 1969, vol. 2, n°2, p. 39-43.

