

Modification de la méthode de Zäch pour le dosage des huiles essentielles dans les épices

Autor(en): **Deshusses, Jean**

Objekttyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **39 (1948)**

Heft 1-3

PDF erstellt am: **09.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982103>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Modification de la méthode de Zäch pour le dosage des huiles essentielles dans les épices

par Jean Deshusses

(Laboratoire cantonal de Genève)

Dans un travail précédent¹⁾, j'ai montré que le dosage des huiles essentielles par la méthode de Zäch est entaché d'une erreur due à la volatilisation de ces huiles au cours de l'échauffement de la phase aqueuse par l'acide sulfurique concentré qu'on y introduit.

J'ai pu supprimer cette cause d'erreur en utilisant l'appareil de Bellucci.

Le dosage d'huiles particulièrement volatiles par cette même méthode m'a révélé une autre source d'erreur: la perte d'huiles essentielles durant la distillation.

Le point de départ de cette observation a été l'étude du dosage des huiles essentielles contenues dans les eaux de fleur d'oranger.

En vue de fixer le facteur d'oxydation de ces huiles, j'ai pris l'oleum aurantii floris Ph.H.V. Mes premiers essais me montrèrent que cette huile contenait 20 % environ d'huiles non volatiles à la vapeur d'eau. J'ai donc soumis l'échantillon à une purification pour ne travailler qu'avec des huiles entraînaibles à la vapeur d'eau.

Désireux ensuite de me rendre compte si le mode opératoire de Zäch était quantitatif, j'ai pesé, selon une technique que je décrirai ailleurs, une quantité déterminée d'huile que j'ai dosée selon la méthode de Zäch. C'est alors que j'ai constaté qu'au cours de la distillation, une forte odeur de fleur d'oranger se dégageait de l'erlenmeyer, odeur due à la fraction la plus volatile des essences, fraction qui échappe alors au dosage.

Pour éviter cette erreur, j'ai modifié le mode opératoire de Zäch pour le rendre quantitatif.

Le principe de la méthode que je préconise aujourd'hui consiste à oxyder les huiles essentielles au fur et à mesure de leur distillation. Cela ne nécessite aucun changement important aux appareils de Zäch; seule l'extrémité libre du tube du réfrigérant est étirée de façon que son diamètre terminal ait 2 à 3 mm. Le tube du réfrigérant plonge dans le mélange chromique maintenu chaud au moyen d'une petite flamme d'un bec Bunsen. On pèse 0,2 gr. d'épice (0,1 gr. de girofle), on ajoute dans le ballon à distiller 30 cm³ d'eau et l'on distille dans le mélange chromique 25 cm³ d'eau. Lorsque la distillation est terminée, on éteint la flamme sous le ballon à distiller. Le mélange chromique monte dans le tube du réfrigérant et oxyde les huiles qui s'y sont figées. En soulevant le bouchon qui fait joint entre le réfrigérant et le tube, le mélange chromique retombe dans l'erlenmeyer; en fermant la jointure, le mélange chromique remonte une seconde fois dans le tube du réfrigérant. On déboîte définitivement le bouchon et on

laisse le tube du réfrigérant s'égoutter. On lave finalement le réfrigérant et l'extérieur du tube qui a plongé dans le mélange chromique avec 5 cm³ d'acide sulfurique concentré. Le titrage s'opère comme il est indiqué dans la méthode de *Zäch*. L'expérience suivante faite avec de l'Oleum aurantii floris Ph.H. V montre l'amélioration qu'apporte ce changement dans le mode opératoire. Dans la première expérience, j'ai recueilli le distillat dans un ballon de l'appareil de *Bellucci* puis j'ai oxydé le distillat après avoir adapté le tube réfrigérant sur le ballon, procédé que j'avais préconisé dans un travail précédent (méthode que j'appelle *Zäch-Bellucci*); dans la seconde expérience, j'ai dosé les huiles essentielles selon la méthode qui vient d'être exposée.

huile pesée mg.	huile dosée mg.
	selon la méthode <i>Zäch-Bellucci</i> selon la méthode proposée
7,2	4,69 (= 65 %)
8,0	7,47 (= 93 %)

J'ai ensuite dosé par ces deux méthodes les huiles essentielles dans une eau de fleur oranger:

	mg. essence dans 100 cm ³
méthode <i>Zäch-Bellucci</i>	58,6
méthode proposée	63,8

J'ai étendu mes observations au dosage des huiles essentielles dans les épices en comparant les trois méthodes suivantes: méthode de *Zäch* (I), méthode de *Zäch-Bellucci* (II), méthode décrite plus haut (III).

	Huile essentielle en %		
	I	II	III
girofle	3,11	3,21	3,44
girofle	14,25	14,45	14,97
cannelle	1,64	1,70	1,75
poivre	—	0,68	0,78
macis	3,04	3,79	4,76
muscade	1,57	1,75	1,89
cumin	1,64	1,70	1,75
mélange d'épices I	0,88	0,91	0,99
mélange d'épices II	1,67	1,72	1,72

Les différences entre les chiffres analytiques fournis par les trois méthodes ne sont pas très accusées pour les épices. Cela provient vraisemblablement du fait que la partie la plus volatile des huiles essentielles s'est évaporée. La médiocre quantité d'huile essentielle que ces épices moulues contiennent en est peut-être une preuve. Le macis qui venait d'être moulu au moment du prélèvement montre des écarts beaucoup plus grands que les autres épices.

Conclusions

A. Je propose, pour supprimer les deux causes d'erreurs que j'ai signalées dans la méthode de *Zäch*, d'oxyder les huiles essentielles au fur et à mesure de leur distillation. Il suffit pour cela de plonger le tube du réfrigérant dans le mélange chromique chaud puis de distiller les huiles essentielles comme on le fait dans la méthode de *Zäch*.

B. Les facteurs d'oxydation seront établis en oxydant les huiles dans l'appareil de *Bellucci*.

Résumé

- 1^o J'ai étudié les deux causes d'erreurs suivantes dans la méthode de *Zäch*:
 - a) perte par volatilisation des huiles essentielles lors de leur oxydation par le mélange chromique;
 - b) perte par volatilisation des huiles essentielles au cours de la distillation.
- 2^o Ces deux sources d'erreurs peuvent être supprimées en oxydant les huiles essentielles au fur et à mesure de leur distillation.
- 3^o Les facteurs d'oxydation des huiles essentielles sont déterminés en les oxydant dans l'appareil de *Bellucci*.

Zusammenfassung

1. Der Autor hat zwei Fehlerquellen bei der Bestimmung der ätherischen Öle nach der Methode *Zäch* untersucht:
 - a) Verluste an ätherischen Ölen bei deren Oxydation mit Chromsäuremischung, infolge Verflüchtigung;
 - b) Verluste an ätherischen Ölen während der Destillation, infolge ihrer Flüchtigkeit.
2. Beide Fehlerquellen lassen sich dadurch verhindern, dass die ätherischen Öle *während* der Destillation fortlaufend oxydiert werden.
3. Die Oxydationsfaktoren der ätherischen Öle werden durch Oxydation im Apparat von *Bellucci* bestimmt.

Littérature

- 1) *Deshusses*, Ces Travaux 36, 184 (1945).