

GIE « La Maison des Epices des Comores »

Cellule d'Appui - Conseil

Projet UE 8 ACP 1.2.3.5.6.10 Com Stabex 96/9

Huile essentielle d'Ylang Ylang,

Sa fiche de qualité et son suivi de distillation

**Exposé fait par Marie Laure Fauconnier
Ing. chimiste, Docteur en sciences agronomiques
Moroni, le 10 avril 2006**

L'Ylang ylang : fiche de qualité et suivi de distillation





Remerciements



- A l'Union des Comores
- A l'Union européenne
- A la maison des épices
- A tous ceux qui sont venus écouter aujourd'hui

Huiles essentielles:Plan

- 1) La fiche qualité
- 2) Suivi de distillation

Huiles essentielles: fiche qualité

- Densité
- Indice acide
- Indice ester
- Indice de réfraction
- Pouvoir rotatoire
- Teneur en eau
- Chromatographie en phase gazeuse



Huiles essentielles: fiche qualité

Mais aussi:

- Aspect
- Couleur
- Odeur
- Goût
- Point éclair



Huiles essentielles: indice acide

- Définition:

Nombre de mg de KOH nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans 1 g d'huile essentielle.

=> Mesure réalisée par titrage

Huiles essentielles: indice acide



Huiles essentielles: indice acide

- Huile essentielle fraîche: très peu d'acides libres
- Pendant le stockage: hydrolyse des esters (dégradation) en présence d'eau.



=> Attention à la décantation

Huiles essentielles : indice ester

- Définition: nombre de mg de KOH nécessaire à la neutralisation des acides **libérés par l'hydrolyse** des esters contenus dans 1 g d'huile essentielle.
Titration
- Mesure réalisée par titrage après libération des esters

Huiles essentielles : indice ester

- Les esters = composés très volatils apportant une touche fraîche, fleurie, fruitée aux huiles. Composés très importants pour la qualité, les premiers à disparaître car très volatils et fragiles.

- Indice ester plus élevé pour les premières fractions distillées puis diminue. Peut diminuer si chauffage trop rapide.



Huiles essentielles : densité

- Définition: rapport de la masse d'un certain volume d'une huile essentielle à 20°C, à la masse d'un volume égal d'eau distillée à 20 °C.
- Mesure simple, permet de déterminer rapidement la qualité (degré) de l'huile d'Ylang ylang et de mettre en évidence des fraudes grossières. Mesure avec un pycnomètre ou avec densimètre manuel ou densimètre automatique.

Huiles essentielles : densité



Huiles essentielles : densité

- Attention à la température: il faut corriger en utilisant la formule:
- densité à 20 °C = densité mesurée + (température de l'échantillon-20) X 0,00073

- Ex: température extérieure 32 °C
densité mesurée = **0,972**
- Densité à 20 °C = **0,980**

Huiles essentielles : indice de réfraction

- Rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à température constante.
- Mesure avec un réfractomètre

Huiles essentielles : indice de réfraction



Huiles essentielles : indice de réfraction

- Attention à la température. Il faut corriger avec la formule:

$$\text{IR } 20 \text{ } ^\circ\text{C} = \text{IR température ambiante} + 0,0004 \times (\text{température ambiante} - 20 \text{ } ^\circ\text{C})$$

EX: température extérieure : 32 °C

IR mesuré à 32°C = **1,500 (extra)**

IR mesuré à 20 °C = 1,500 + (0.0004 X 12)=
1,5048 (1ère ou 2ème ou 3ème)

Huiles essentielles : indice de réfraction

Il existe de petits réfractomètres portables. Intéressant pour le contrôle sur le terrain, pour les achats.



Huiles essentielles : pouvoir rotatoire

- Angle dont tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse de $\lambda = 589,3$ lorsque celle-ci traverse une épaisseur de 100 mm d'huile.

Huiles essentielles : pouvoir rotatoire

- Mesure avec un polarimètre.



Huiles essentielles : pouvoir rotatoire

Corrections à faire pour la température mais généralement négligeable.

Huiles essentielles

En faisant **3** mesures simples : densité, indice de réfraction, pouvoir rotatoire, on peut déjà:

- Vérifier la qualité d'huile (extra sup, extra, 1, 2, 3)
- Mettre en évidence la plupart des fraudes

Huiles essentielles : teneur en eau

- % massique d'eau dans l'échantillon.
- Méthode de dosage de Karl-Fischer
- La présence d'eau en trop grande quantité pose des problèmes de conservation pour les huiles comme l'hydrolyse des esters
=> Décantation !!!!!

Huiles essentielles:chromato en phase gazeuse

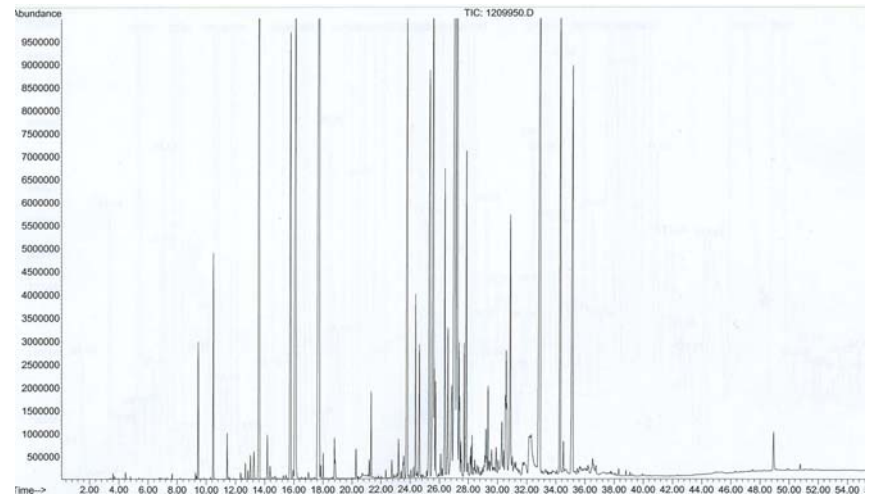
- Permet d'obtenir un chromatogramme véritable signature de l'huile essentielle
- Principe: le liquide est vaporisé puis séparé en fonction de sa polarité et de sa masse dans une colonne capillaire. Le détecteur « brûle » les composés séparés sur la colonne et permet la quantification (FID).
- Permet de mettre en évidence des fraudes fines et des contaminations involontaires.

Huiles essentielles:chromato en phase gazeuse



Huiles essentielles:chromato en phase gazeuse

On se base sur le temps de rétention et l'injection de standards. Très bonne précision pour la quantification on peut compléter par la spectrométrie de masse pour l'identification des composés



Huiles essentielles: autres paramètres

- Aspects: liquide visqueux jaunâtre par ex. Permet de contrôler visuellement rapidement erreur étiquetage

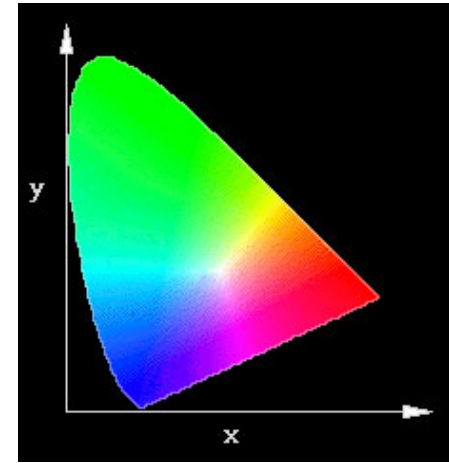
Huiles essentielles: autres paramètres

- Couleur : paramètre très important pour certaines applications.



Huiles essentielles: autres paramètres

- Mesure par comparaison avec disques colorés ou système LAB (L= lumière, a= rouge-vert, b= bleu-jaune), plus objectif.



Huiles essentielles : autres paramètres

- Odeur: comparaison d'échantillons par personnel entraîné. Permet de déceler des fraudes très fines et des artefacts (odeurs indésirables). Le nez = excellent détecteur. Paramètre essentiel en parfumerie notamment.
- Goût: l'huile essentielle est diluée dans l'éthanol puis dans de l'eau sucrée à 10 %. Permet de comparer des échantillons et de mettre en évidence des fraudes ou artefacts. Paramètre très important en agro-alimentaire.

Huiles essentielles : autres paramètres

- Point éclair: température la plus basse à laquelle la concentration de vapeurs émises est suffisante pour produire une déflagration au contact d'une flamme, d'une étincelle, d'un point chaud mais insuffisante pour produire la propagation de la combustion en l'absence de la « flamme pilote » .
- Permet de classer les produits en extrêmement inflammables ($< 0^{\circ}\text{C}$), facilement inflammable ($>0^{\circ}\text{C}$ et $< 21^{\circ}\text{C}$), inflammables ($> 21^{\circ}\text{C}$ et $< 55^{\circ}\text{C}$), peu inflammable $> 55^{\circ}\text{C}$
- Important pour le transport et pour les exportations.
- Ex: pour l'Ylang ylang = entre 78°C et 101°C (de ES à 3 ème)

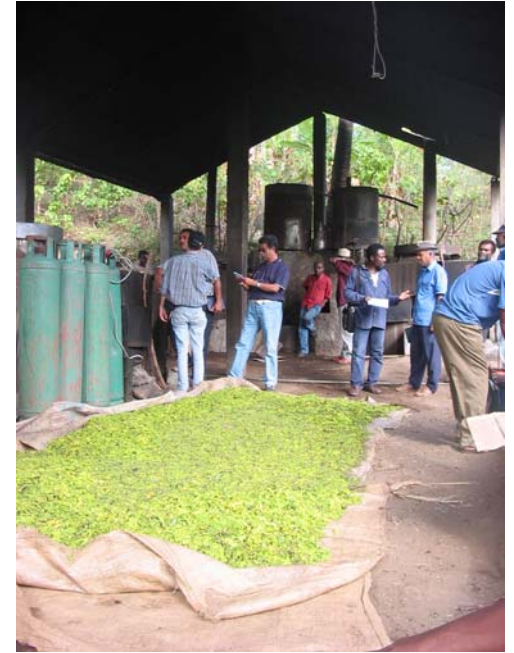
Ylang ylang

Suivi de distillation

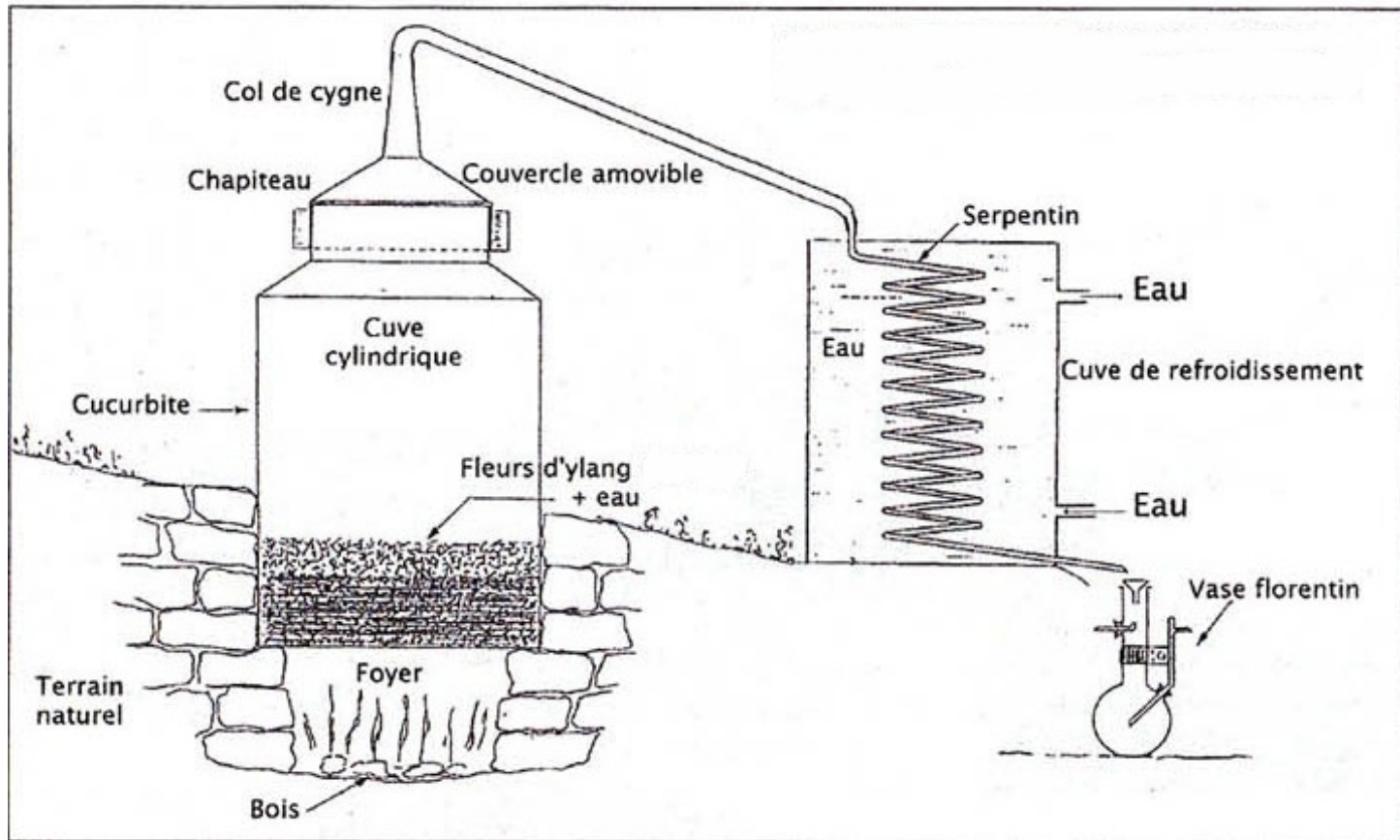
Ylang Ylang

- Des huiles essentielles d'Ylang ylang obtenues à Anjouan par 3 méthodes de chauffage (bois, pétrole, gaz) ont été analysées.
- Des échantillons ont été prélevés à différents temps au cours de la distillation.
- Buts: comparer qualitativement et quantitativement les huiles en fonction du mode de chauffage, déterminer après combien de temps on obtient les différentes qualités (extra supérieur, extra, première, deuxième, troisième).

Ylang Ylang



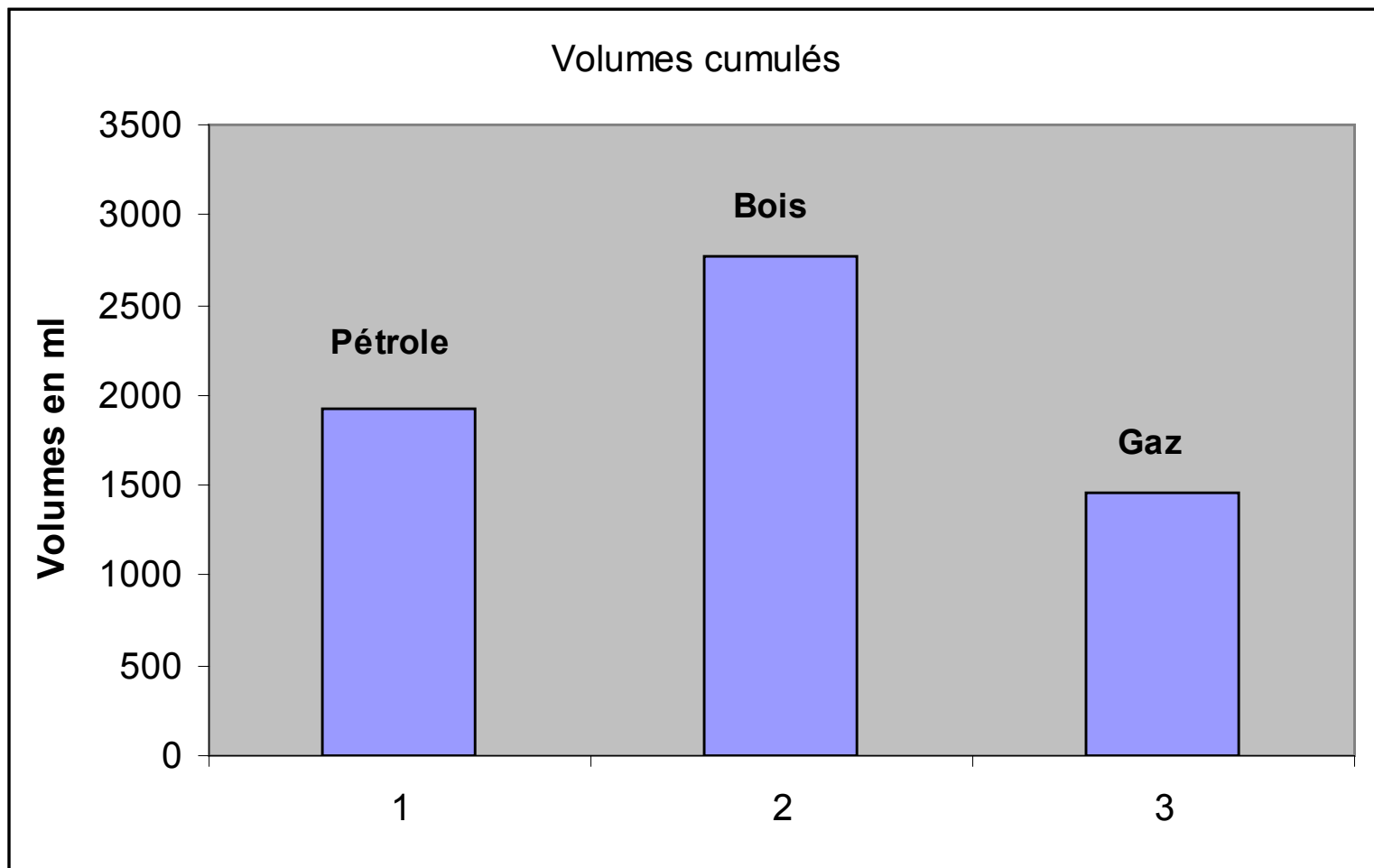
Ylang Ylang



Ylang Ylang

- Attention, pour avoir des chiffres plus précis il faut faire plusieurs répétitions et comparer différents alambics.
- Résultats pour 130 kg de fleurs.

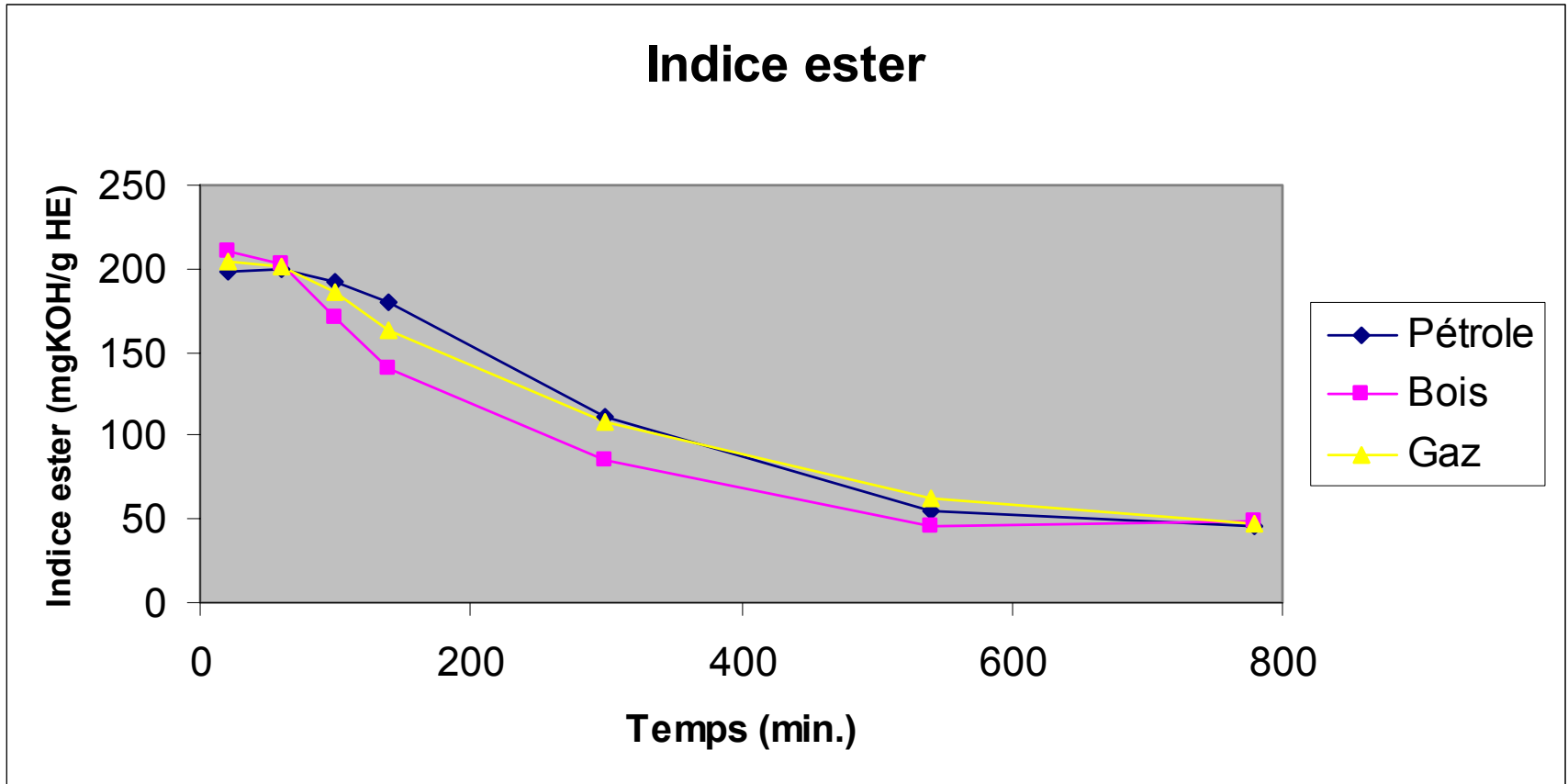
Ylang Ylang



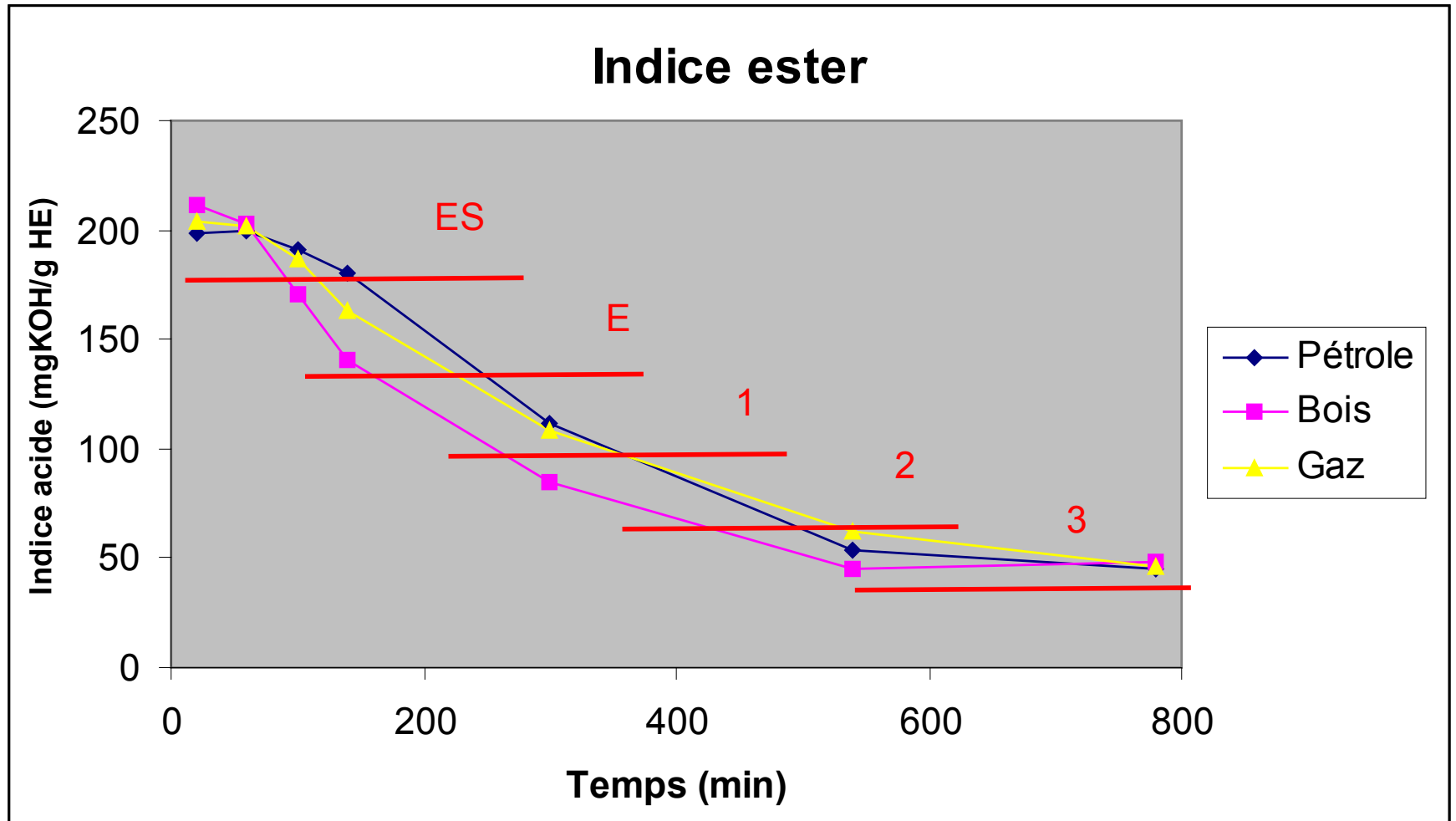
Ylang Ylang

- Indice acide: faible pour tous les échantillons, largement inférieur à 2 mg KOH / g HE. Preuve d'une bonne conservation.
- Indice ester: diminue progressivement au cours de la distillation. Logique car molécules très volatiles se retrouvant plus dans premières fractions

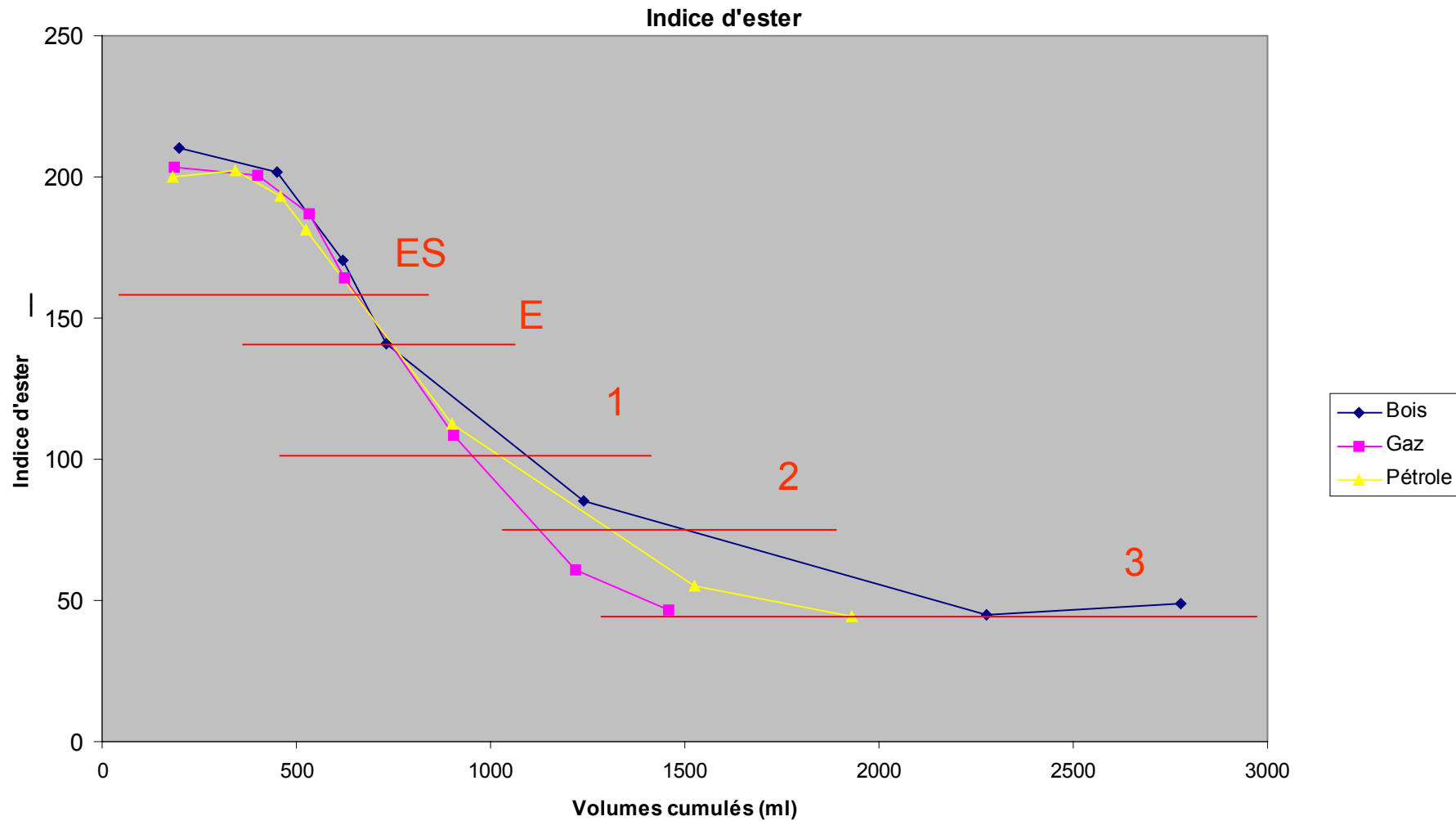
Ylang Ylang: indice ester



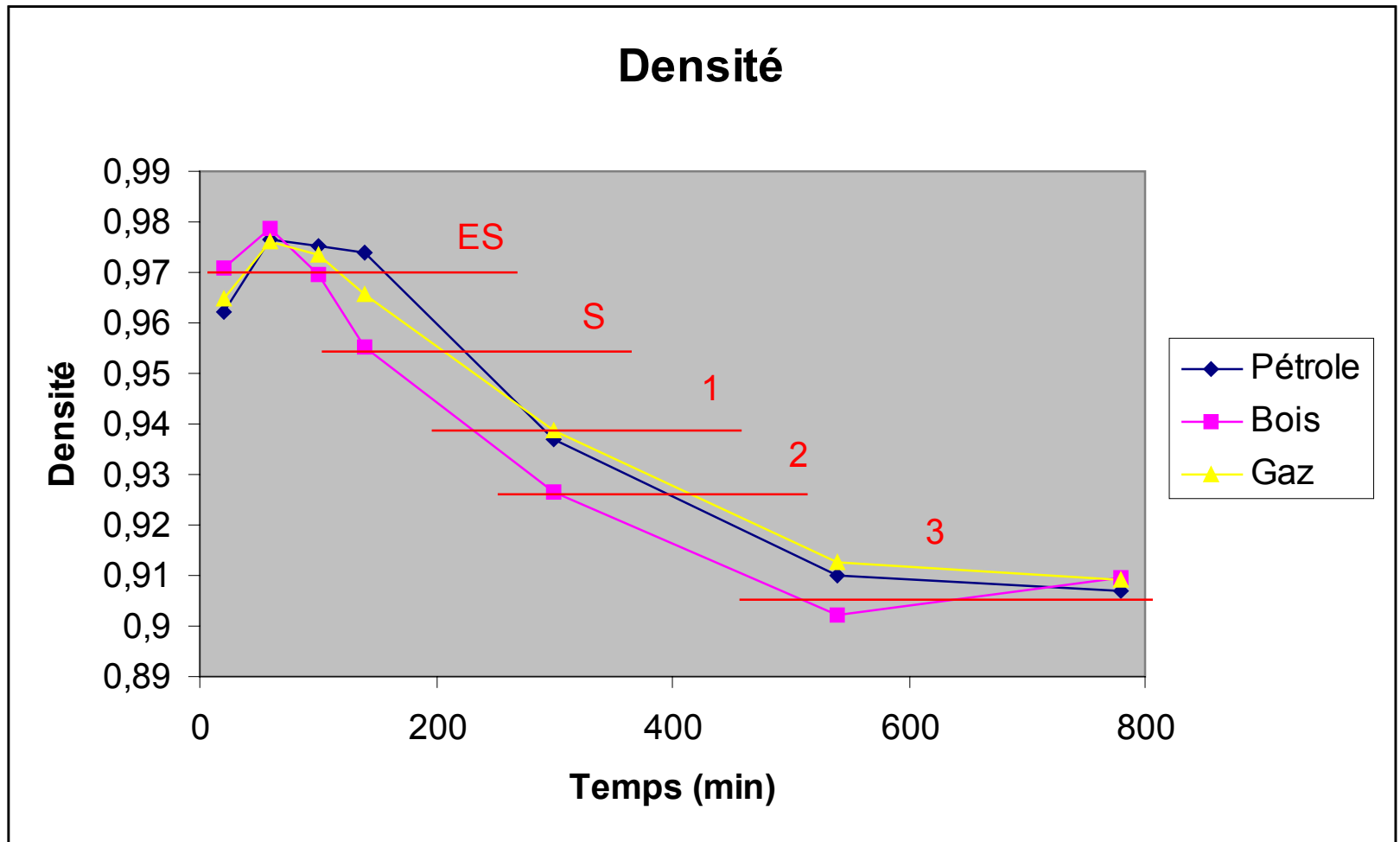
Ylang Ylang: indice ester



Ylang Ylang: indice ester



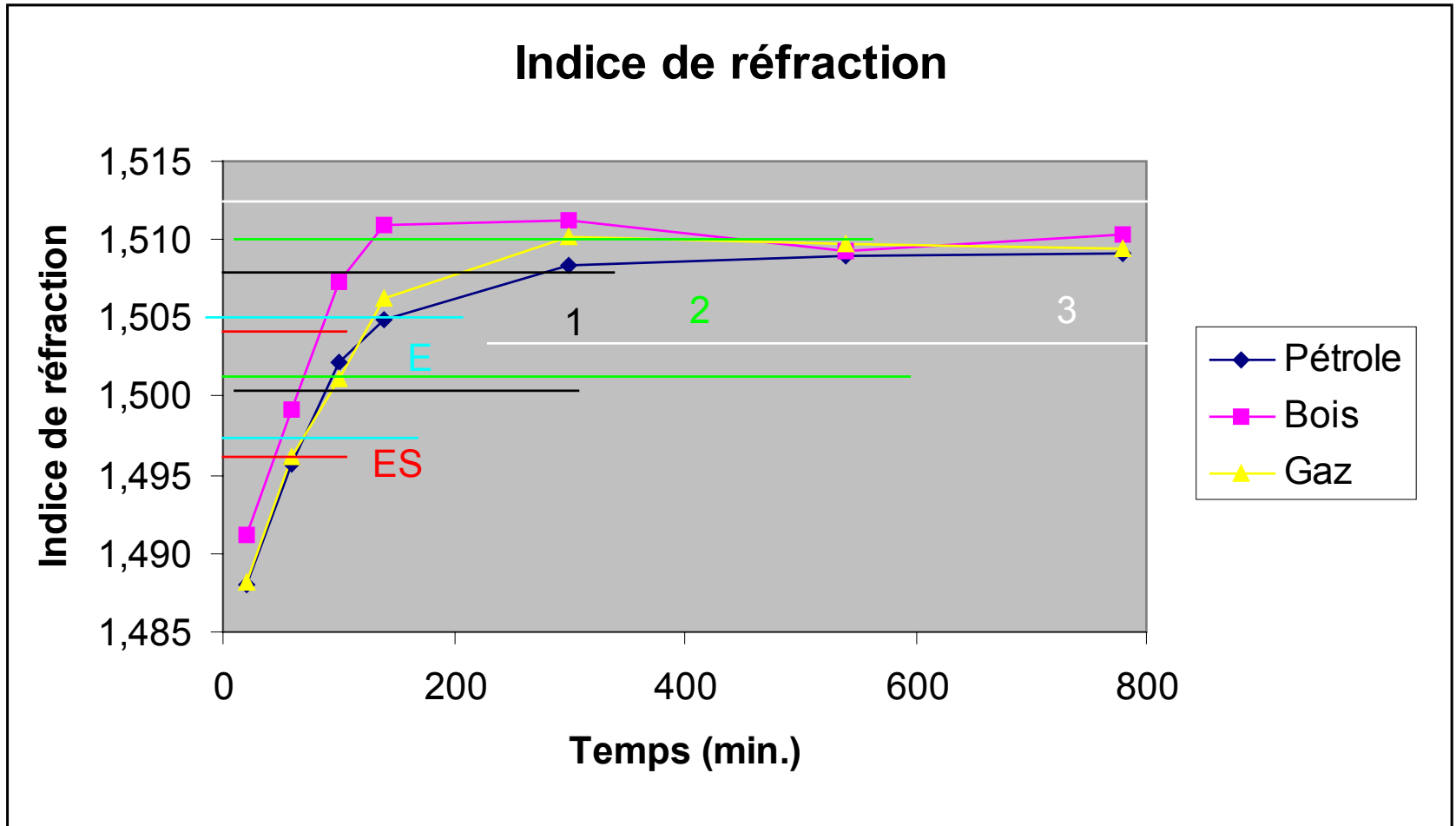
Ylang Ylang: densité



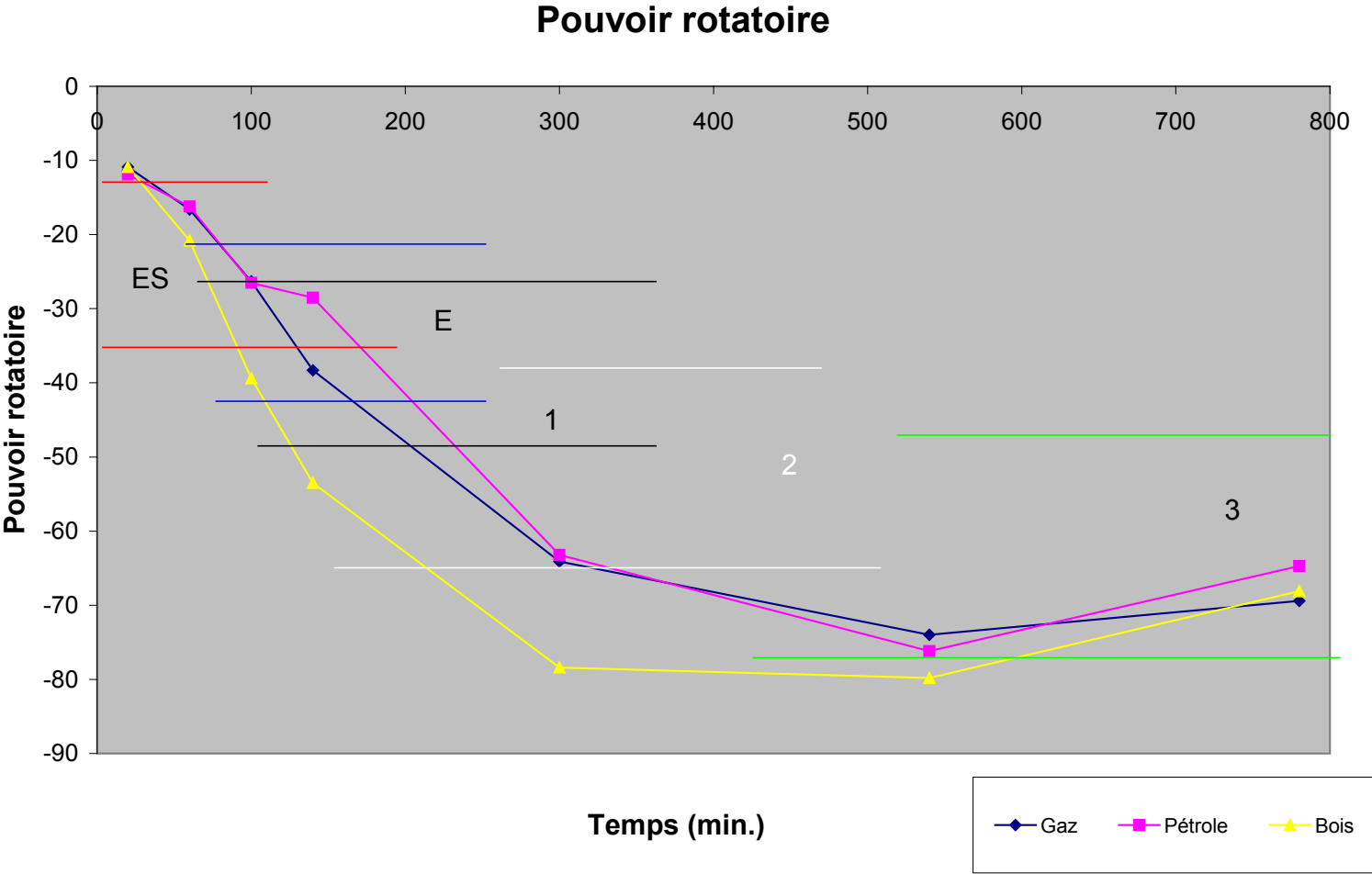
Ylang Ylang: densité



Ylang Ylang: indice de réfraction



Ylang Ylang :pouvoir rotatoire



Ylang Ylang :couleur

- Mesure réalisée avec le système LAB
- Permet surtout de comparer des productions et d'améliorer la standardisation.
- Mesure plus objective que l'œil.

Ylang Ylang : chromat

- Les échantillons ont été injectés en GC pour la quantification à l'aide d'un injecteur automatique
- Les identifications ont été réalisés en spectrométrie de masse.
- Petits pics de terpènes difficiles à interpréter.

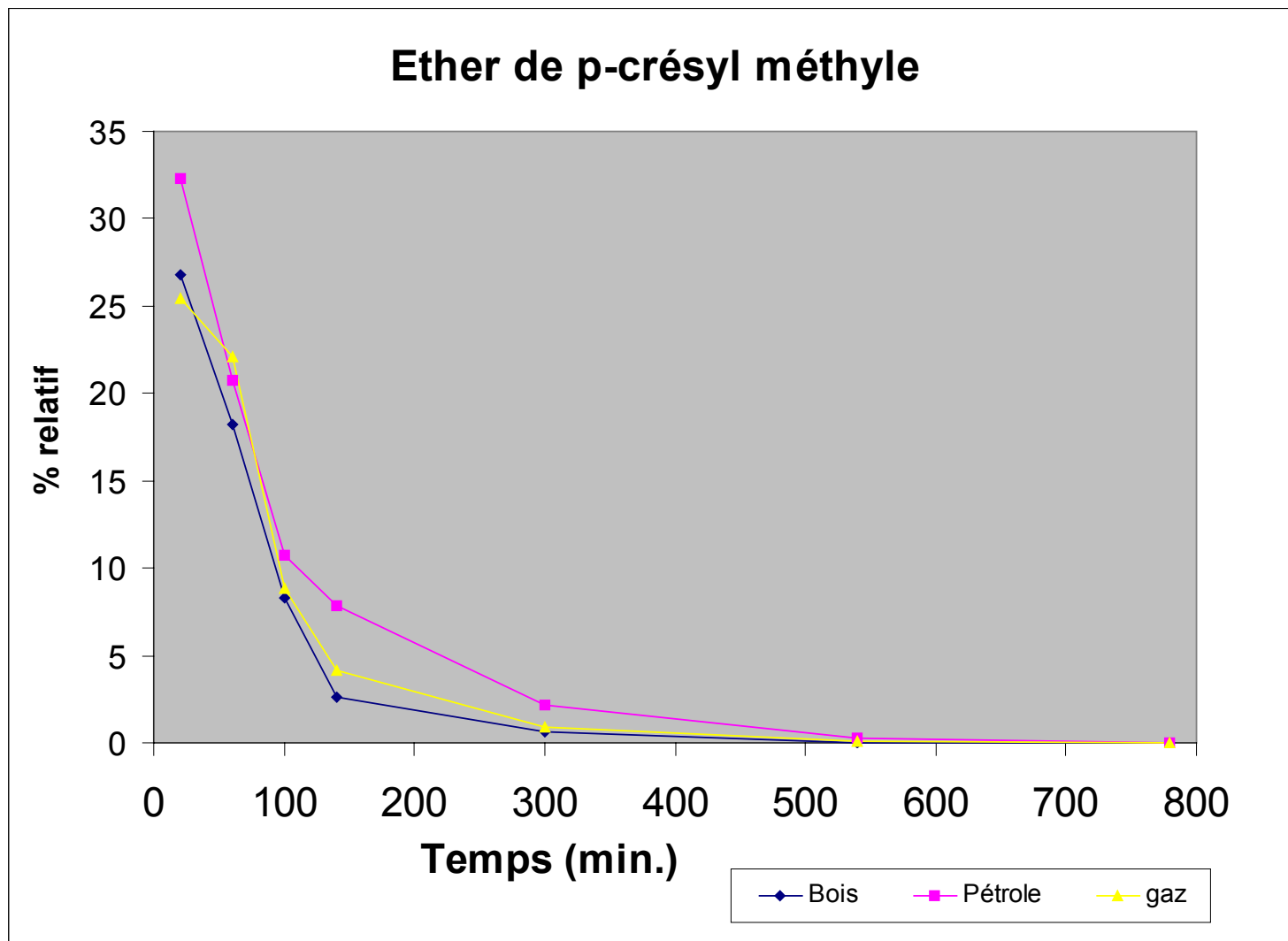
Ylang Ylang : chromato



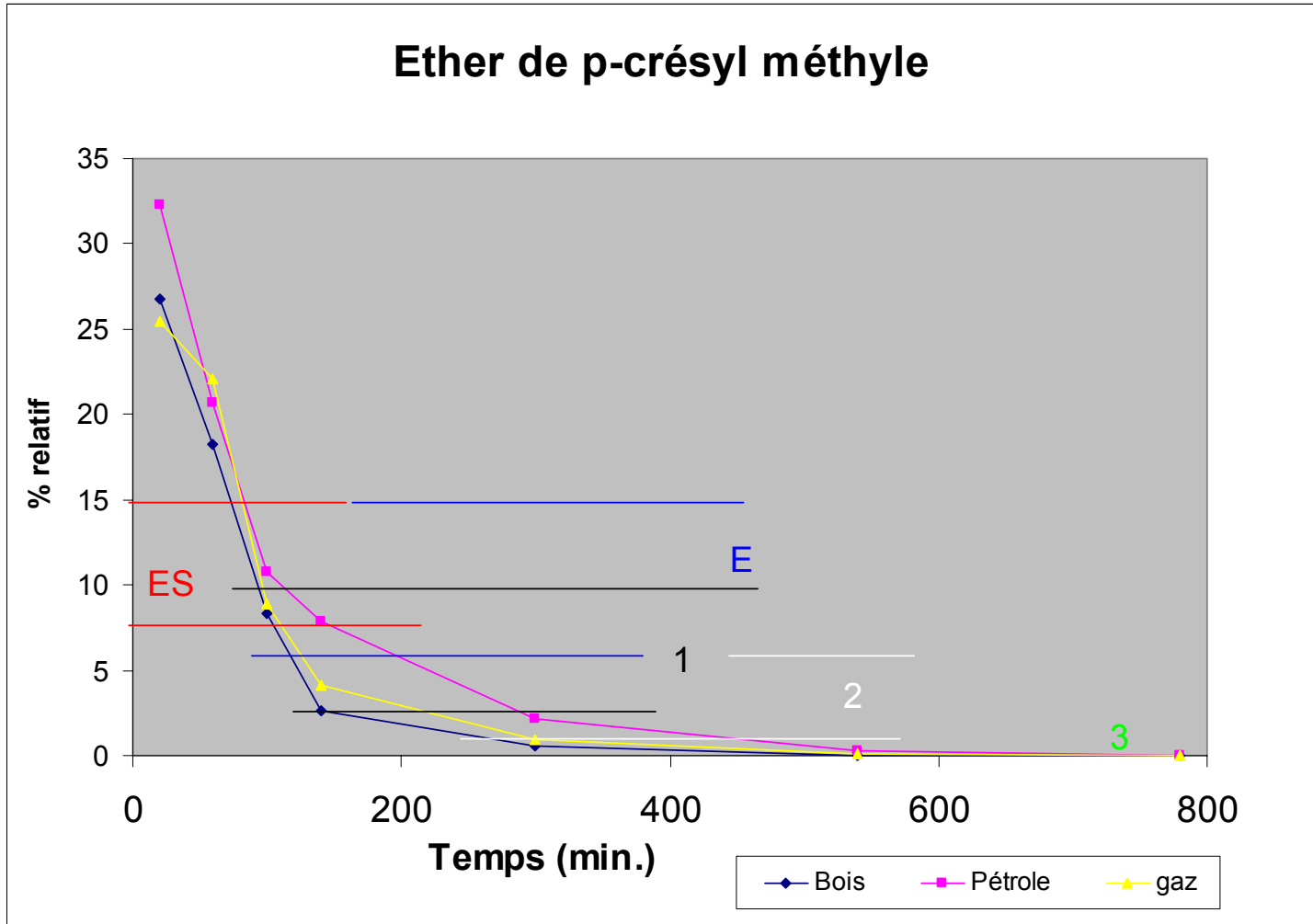
Ylang Ylang : chromatogramme

- Principaux composés retrouvés par ordre d'élution:
 - acétate de prényle
 - éther de p-crésyl méthyle
 - benzoate de méthyle
 - linalool
 - acétate de benzyle
 - acétate de géranyle
 - δ -germacrène
 - acétate de cinnamyle
 - α -humulène
 - α -farnésène
 - farnésol
 - benzoate de benzyle
 - acétate de farnésyle
 - salicylate de benzyle

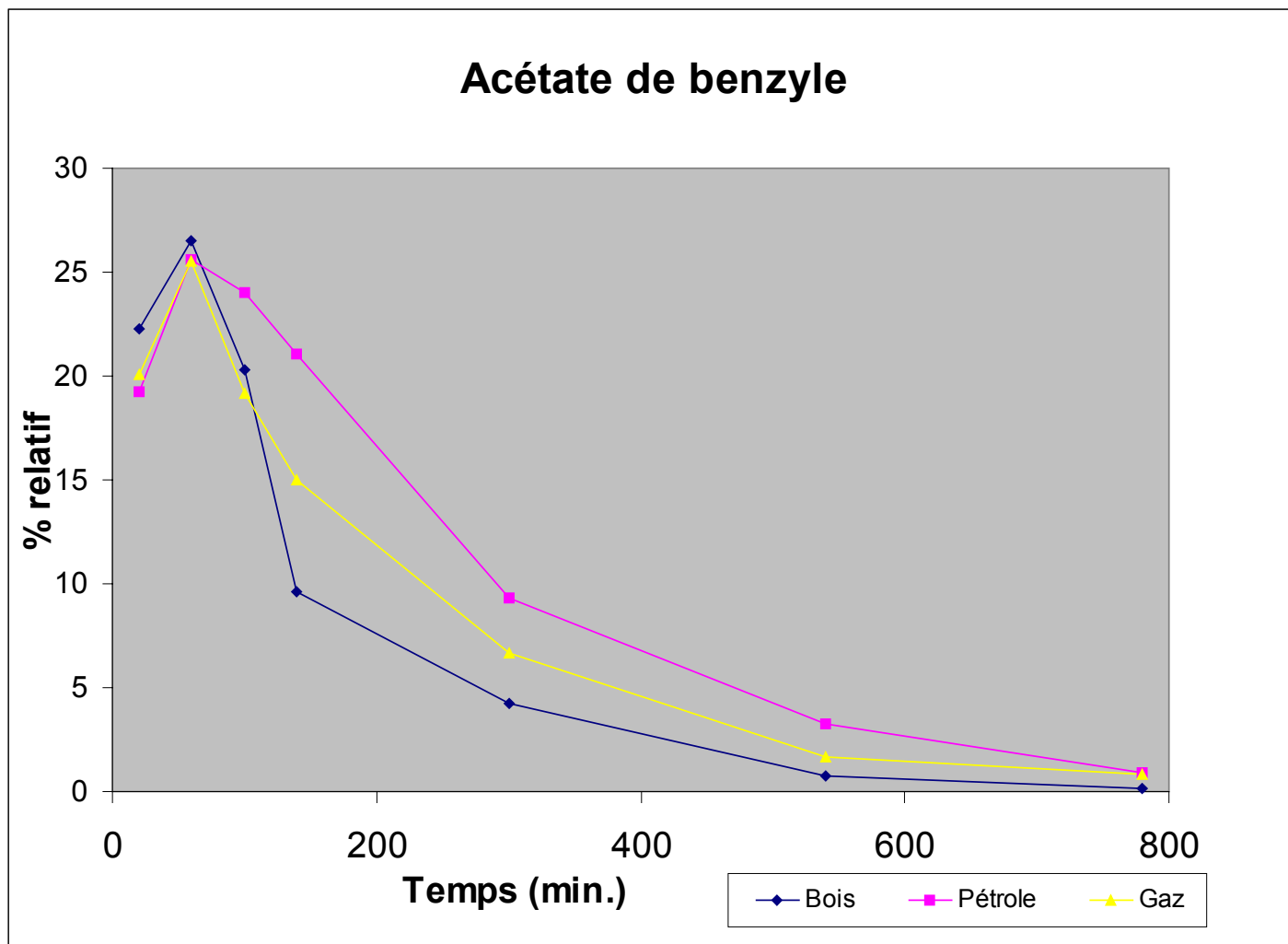
Ylang Ylang : chromato



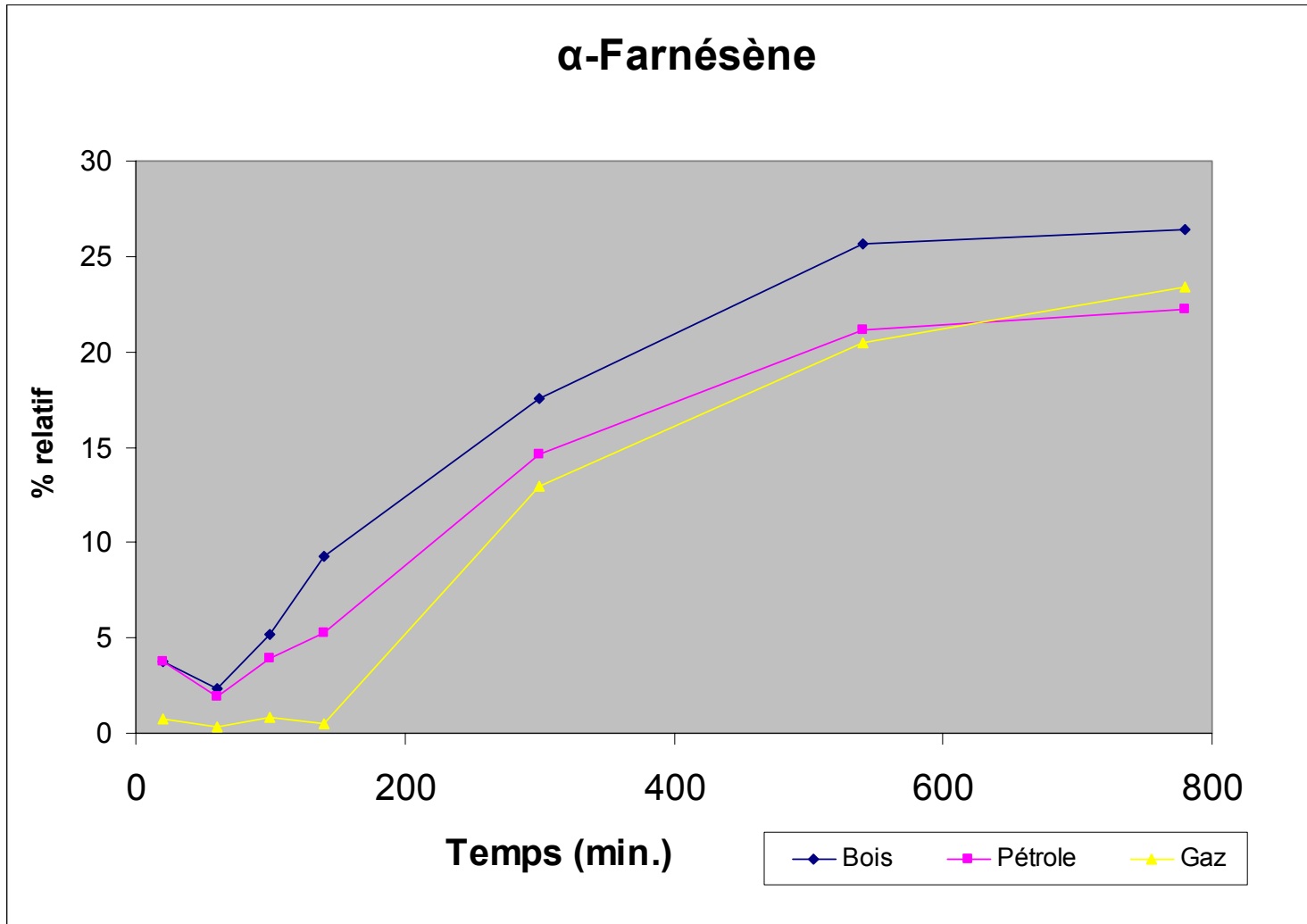
Ylang Ylang : chromato



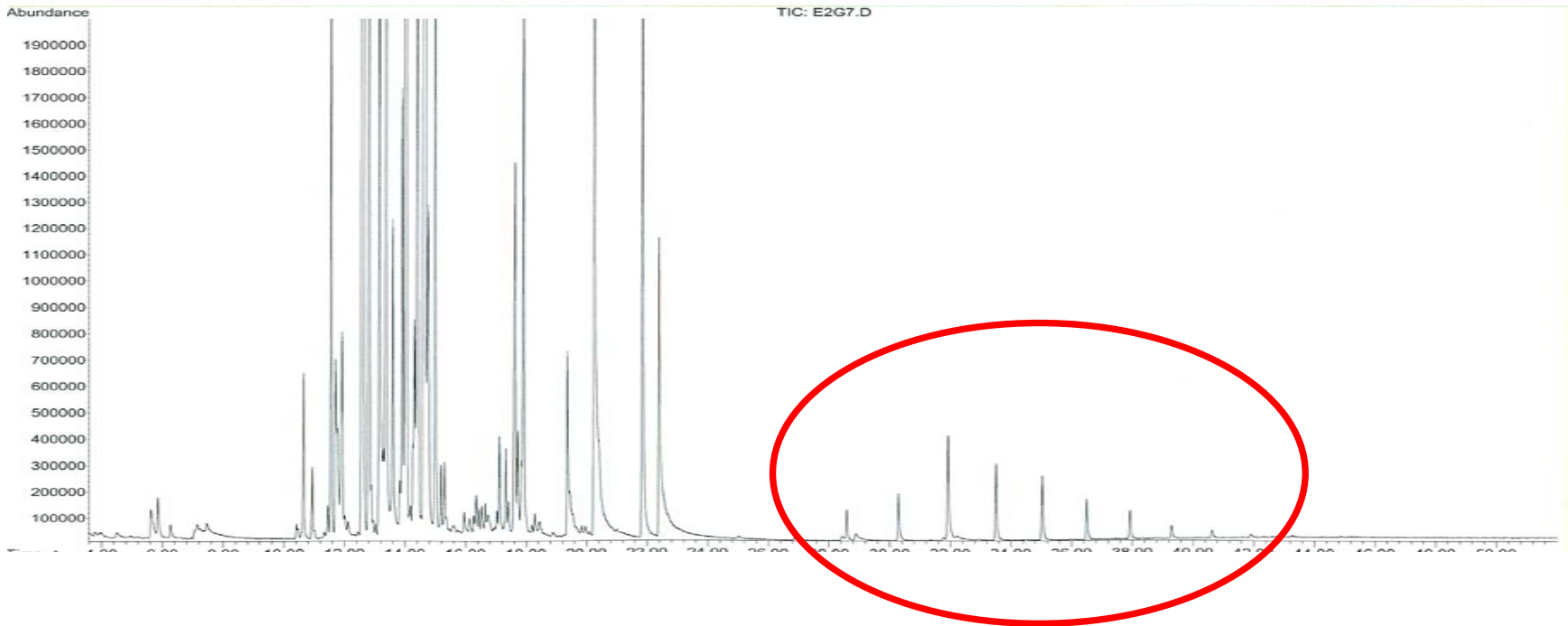
Ylang Ylang : chromato



Ylang Ylang : chromato



Ylang Ylang : chromato

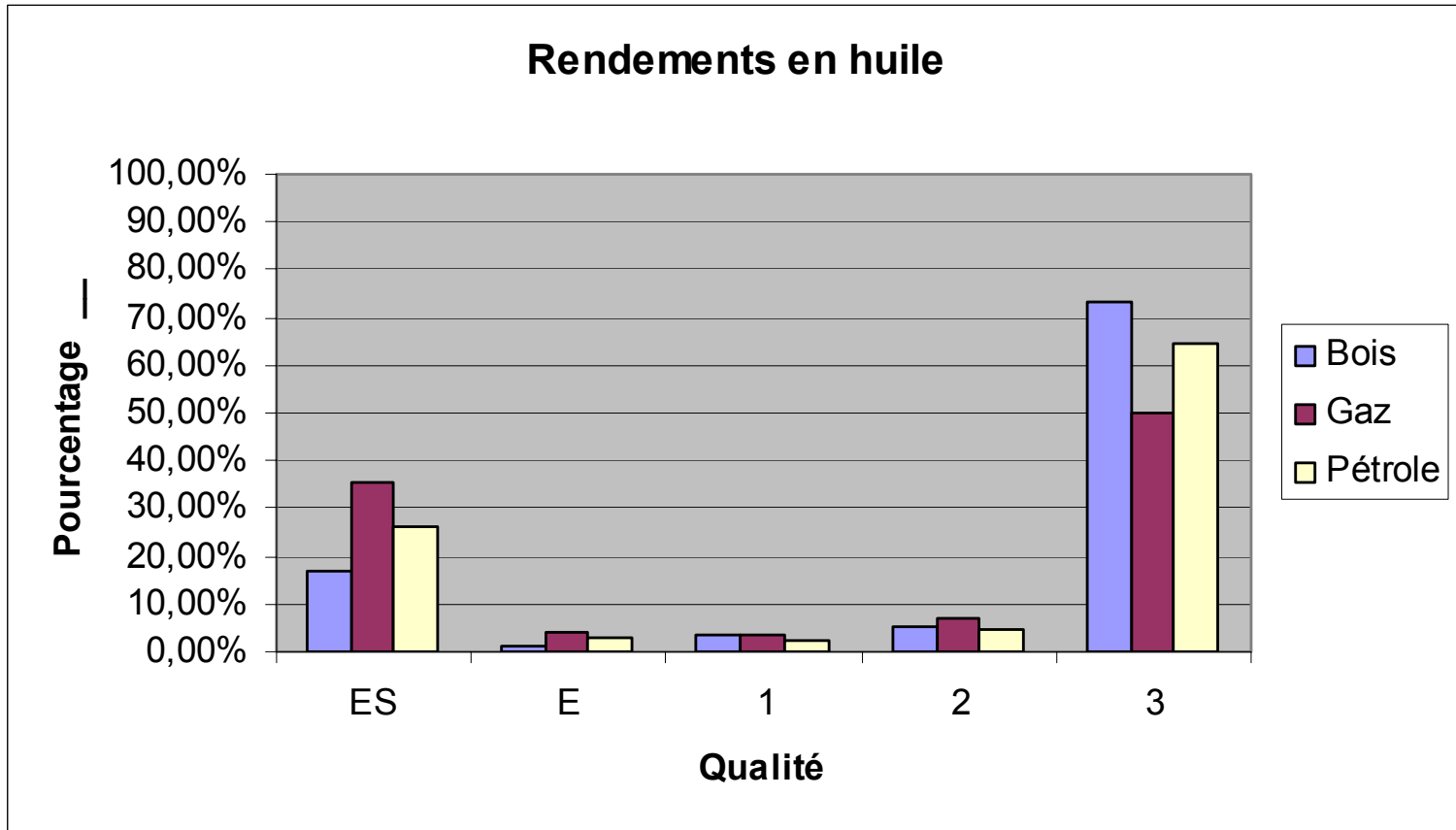


- Présence d'hydrocarbures dans plusieurs échantillons chauffés au pétrole mais aussi au gaz. Les récipients contenant les huiles sont importants aussi

Ylang Ylang :conclusions

- On peut maintenant calculer pour chaque mode de chauffage pendant combien de temps et quel volume on obtient pour chaque qualité.

Ylang Ylang : conclusions



Ylang Ylang : conclusions

- Avec quelques mesures simples on peut caractériser l'huile et détecter les fraudes
- Dans les mêmes conditions, on voit que le mode de chauffage permet d'obtenir plus ou moins d'ES
- Avec les nouvelles normes (2005), la répartition des fractions a changé
- On note l'importance du nettoyage régulier de l'alambic y compris le serpentin
- Utiliser des récipients propres et travailler soigneusement pour la collecte des fractions

Ylang Ylang : perspectives

- Valider les données avec plus d'essais
- Personnaliser la courbe de distillation en fonction de l'alambic
- Collecter un grand nombre de données pour établir un label de qualité
- Donner des conseils pour améliorer la qualité des huiles
- Comparer les rendements et la qualité en fonction du degré de maturité des fleurs

Ylang Ylang :perspectives

- Etablir des fiches pour les différents types de fraudes
 - Aider à mettre en évidence **facilement** et **rapidement** les fraudes

Merci pour votre attention