

METHODE SIMPLE D'ESTIMATION DE LA TENEUR EN ACIDE ERUCIQUE DES GRAINES DE COLZA

Par Daniel Ribaillier et Michele Riout
Cetiom - Paris - France

I - INTRODUCTION

Pour des raisons nutritionnelles, il y a nécessité de produire des huiles de colza ayant une teneur en acide érucique aussi faible que possible.

La Communauté Economique Européenne a fixé en Juillet 1977 un taux maximum de 10 %. De ce fait, les contrastes d'acheteurs de graines de colza spécifient de plus en plus une teneur maximum en acide érucique. En France, la teneur moyenne en acide érucique des graines a diminué régulièrement au cours des dernières années : 48 % en 1973, 26 % en 1974, 8 % en 1975 et 4 % en 1976. Cependant, en 1976 environ 7 % du tonnage des graines collectées avaient une teneur en acide érucique supérieure à 10 %. Dans certaines régions, ce pourcentage était nettement plus élevé.

Ces faits obligent les organismes collecteurs à classer les lots de graines en fonction de leur teneur en acide érucique et pour ce, à estimer cette teneur tant à la réception que dans les cellules de stockage.

La présente communication a pour objet la description d'une technique simple, relativement rapide et ne nécessitant pas un matériel coûteux, d'estimation de la teneur en acide érucique des huiles de graines de colza. La méthode décrite est suffisamment fiable pour permettre un premier classement des lots sans avoir recours à un équipement de chromatographie en phase gazeuse.

II - PRINCIPE

La méthode décrite ci-dessous est une adaptation des travaux de Mac Gregor (1). Elle est basée sur le fait que le temps mis par une solution alcoolique d'huile préparée à chaud, pour devenir opaque en se refroidissant, est lié à la teneur en acide érucique de l'huile utilisée.

III - MATERIEL ET PRODUITS

Le matériel utilisé pour le test est le matériel courant de laboratoire : tubes, pipettes, bain-marie, etc.

L'échantillon pour analyse est préparé selon la norme d'échantillonnage des graines oléagineuses (2). Le solvant d'extraction de l'huile est le trichloro 112-trifluoro 122 éthane, produit ininflammable, donc sans risque d'utilisation. Le solvant utilisé pour dissoudre l'huile lors du test est un mélange d'alcool méthylique et d'alcool n. propylique.

La méthode étant essentiellement un test comparatif il est nécessaire de disposer d'huile de colza de référence dont la teneur en acide érucique est exactement connue (par exemple 5 et 10 %).

IV - MODE OPERATOIRE

Des essais préliminaires décrits en détail par ailleurs (3) ont permis de mettre au point un mode opératoire simple, qu'il est nécessaire de suivre point par point pour obtenir un résultat valable.

1. Préparation de l'échantillon. Environ 5 g de graines à analyser, préalablement nettoyés grossièrement et de préférence sèches, sont broyés dans un moulin à café (10 à 20 secondes).

2. Analyse. La mouture est transférée dans un tube à essais. L'huile est extraite en agitant énergiquement avec 15 ml de trichloro 112-trifluoro 122 éthane. La phase huileuse est récupérée par filtration. Le solvant est évaporé au bain-marie à 70°C, sous une hotte ventilée. L'évaporation est facilitée par une agitation régulière du tube jusqu'à ce que le solvant ne forme plus de gouttelettes en se condensant sur les parois.

Pour faciliter l'évaporation des dernières traces de solvant, il est possible de faire le vide dans le tube. Il est en effet impératif que l'évaporation du solvant soit complète pour que le résultat soit valable. 0.3 ml de l'huile ainsi obtenue sont prélevés exactement et déposés dans un tube à essais. On y ajoute 5 ml d'un mélange alcool méthylique-alcool n propylique (300-200 v/v). Trois tubes sont préparés d'une manière identique avec les huiles de référence à 5 et 10 % d'acide érucique.

Les 3 tubes sont alors placés dans un bain-marie réglé à 70°C. Après 2 mn une agitation facilite la solubilisation de l'huile, attendre encore 2 minutes pour que l'équilibre de température soit parfait et transférer les 3 tubes dans un bécher contenant de l'eau à une température voisine de 20°C. Il apparaît alors un trouble laiteux qui se développe du fond vers la surface du liquide. La teneur en acide érucique est d'autant plus importante que l'apparition et le développement du trouble sont rapides.

3. Résultat. Quatre cas peuvent alors se présenter:

. 1er/ l'échantillon est totalement opaque avant le tube témoin 10 % : sa teneur en acide érucique est supérieure à 10 %

. 2ème/l'échantillon est opaque après le tube témoin 10 % mais avant le tube témoin 5 %: sa teneur en acide érucique est comprise entre 5 et 10 %.

. 3ème/l'échantillon est opaque après les 2 tubes témoins : sa teneur en acide érucique est inférieure à 5 %.

. 4ème/s'il y a coïncidence entre l'échantillon et un tube témoin : la teneur en acide érucique de l'échantillon est égale ou très proche de celle de l'huile du tube témoin concerné.

La méthode permet, si le mode opératoire a été scrupuleusement suivi, de différencier 2 échantillons d'huile dont les teneurs en acide érucique diffèrent de 1 %.

4. Remarques. Si le trouble apparaît immédiatement lors du transfert des tubes dans le bain à 20°C, il faut reprendre la manipulation.

Après une première observation, on peut remettre les tubes dans le bain à 70°C,

pour remettre l'huile en solution, on procède ensuite à une deuxième observation comme précédemment.

V - QUELQUES CHIFFRES OBTENUS DANS UN ESSAI

Bien que la méthode soit essentiellement comparative, le tableau ci-dessous donne, à titre d'exemple, les résultats obtenus sur 5 huiles différentes, afin de préciser plus clairement la sensibilité.

VI - CONCLUSION

Cette communication décrit une méthode simple permettant d'estimer en une

% d'acide érucique dans l'huile	Temps en secondes pour avoir une opacification totale du milieu
6,85	34,8
5,35	35,2
5,10	35,7
4,40	37,4
3,55	38,4

vingtaine de minutes la teneur en acide érucique de graines de colza, ce qui peut permettre un classement des lots à la réception. L'observation rigoureuse du mode opératoire permet d'obtenir des résultats fiables.

En 1977, un certain nombre d'organismes de collecte ont, en France, utilisé ce test et ont obtenu des résultats qui leur ont donné entière satisfaction.

Quelques échecs ont été constatés, quand les utilisateurs ont voulu faire de la méthode un test de routine utilisé sur un très grand nombre d'échantillons analysés simultanément. En effet, la mauvaise répétabilité fait que cette méthode est essentiellement comparative et que chaque huile extraite de l'échantillon à analyser doit être comparée dans le même temps à des huiles témoins de teneur en acide érucique précisément connue.

VII - BIBLIOGRAPHIE

1. Mac Gregor, D.I., 1977. Can. J. Plant Sci. 57, 133-142.
2. I.S.O., 1967. Recommandation 542.
3. Riout, M. et D. Ribaillier, 1977. Informations Techniques CETIOM n° 55, 12-19.