

Analyse des Absinthes du Commerce

Par M. Léon RONNET,

Chimiste principal au Laboratoire municipal agréé de Reims

Ygl 10-11
501

L'analyse des absinthes du commerce comporte entr'autres déterminations l'examen de l'alcool au point de vue de ses impuretés. On sait quel intérêt présente cet examen qui permet de reconnaître si l'absinthe analysée a été préparée avec de l'alcool d'industrie, de l'eau-de-vie de vin ou de l'alcool dénaturé régénéré.

Cet essai est généralement effectué en suivant la méthode de MM. SANGLÉ-FERRIÈRE et L. CUNIASSE : On détermine d'abord, en une opération spéciale le degré alcoolique de l'absinthe à analyser; quand on connaît ce titre, on dilue une certaine quantité d'absinthe, de façon à obtenir 600 cc. de liquide à 25° et on ajoute 40 grammes de noir végétal en poudre fine et bien sec. On laisse en contact 24 heures au moins en agitant de temps en temps, on filtre, on distille 500 cc., de ce filtrat et on recueille 300 cc. On prend le degré alcoolique de ce liquide qu'on ramène ensuite à 50°. Sur cet alcool à 50°, on dose les aldéhydes, le furfurool, les alcools supérieurs et les éthers, d'après les procédés employés dans l'analyse des eaux-de-vie.

La méthode que nous préconisons pour séparer les essences et permettre l'analyse de l'alcool offre sur celle de MM. SANGLÉ-FERRIÈRE et CUNIASSE plusieurs avantages que nous exposerons plus loin.

Elle repose sur la propriété bien connue que possèdent les essences d'être très solubles dans les huiles végétales, propriété utilisée dans l'industrie pour extraire certaines essences délicates. Nous nous servons d'huile d'olive pas trop vieille qu'on purifie en la traitant dans une boue à décantation par de l'alcool chaud à 95°; on décante et on fait sécher l'huile à l'étuve à 100°. Après refroidissement elle est prête à employer.

Nous opérons sur l'alcool distillé et préalablement amené à 50° par addition d'eau. Cet alcool est agité avec précaution dans une boue à décantation avec le quart de son volume d'huile. On laisse en contact pendant une heure et on soutire l'alcool sur un petit filtre à plis de 9 centimètres imprégné d'alcool à 50°. L'alcool ainsi traité est absolument exempt d'essences ainsi que nous nous en sommes assurés par plusieurs déterminations des quantités d'iode absorbées; de plus, le dosage des alcools supérieurs dans cet alcool par la méthode à l'acide sulfurique, n'est aucunement influencé par le traitement à l'huile, ainsi que le montre l'essai suivant :

150 cc. d'alcool à 50° renfermant 0 gr. 500 d'alcool isobutylique pour 1.000 cc. ont été traités par 40 cc. d'huile d'olive lavée dans les conditions indiquées précédemment. Après décantation et filtration de l'alcool, 100 cc. ont été distillés dans un ballon incliné à 45° environ et relié à un réfrigérant de verre par un tube large et terminé en biseau; on a recueilli exactement 75 cc. qu'on a rendu homogène par agitation. Ce *modus-operandi* est, on le voit, celui employé dans le dosage des alcools

supérieurs. 10 cc. de cet alcool à 66°7 ont été traités par 10 cc. d'acide sulfurique pur en même temps que 10 cc. d'une solution de 0 gr. 667 d'alcool isobutylique dans 1 litre d'alcool pur à 66°7. Les colorations obtenues furent identiques.

Les dosages des aldéhydes, du furfurol et celui des éthers ne comportent pas non plus de cause d'erreur inhérente au procédé de traitement de l'alcool à 50° par l'huile, ainsi que nous l'ont montré plusieurs essais comparatifs.

Ceci exposé, voici la pratique de notre méthode : (tous les dosages, à part celui de l'acidité, sont effectués sur la même prise d'échantillon).

Degré alcoolique. — 250 cc. de l'absinthe à analyser, mesurés à 15° sont introduits dans le ballon de l'appareil distillatoire; on y ajoute environ 25 cc. d'eau de lavage du flacon jaugé qui a servi à mesurer l'absinthe. On distille en suivant les précautions habituelles et recueille 245 cc. environ. On amène à 250 cc. à 15° et après avoir rendu le mélange homogène, on prend le degré alcoolique T.) *La loi du 26 décembre 1908 a fixé à 65° la teneur maxima en alcool des absinthes du commerce, sauf pour celles destinées à l'exportation.*)

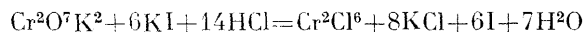
Essences. — 50 cc. de l'alcool distillé au titre T sont introduits dans un flacon de 250 à 300 cc. à large ouverture et bouché à l'émeri. On ajoute 10 cc. d'une solution à 50 gr. par litre d'iode bisublimé dans l'alcool à 95° et 10 cc. d'une solution à 60 gr. par litre, de chlorure mercurique pur dans l'alcool à 95°. On agite en évitant autant que possible de toucher le bouchon du flacon et on laisse en contact pendant trois heures à la température ordinaire. On fait exactement la même opération avec 50 cc. d'alcool pur à 65° ou d'un titre se rapprochant de celui de l'absinthe.

Au bout de ce temps on verse dans chaque flacon 15 cc. d'une solution aqueuse à 10 % d'iodure de potassium, en s'en servant, s'il y a lieu, pour laver les bouchons et cols des flacons, et on titre l'iode non absorbé, au moyen de la solution $\frac{N}{2}$ d'hyposulfite de soude, en s'aidant d'eau amidonnée comme indicateur de la fin de la réaction.

On note le volume V d'hyposulfite employé pour le témoin et le volume v employé pour l'essai. V-v représente en centimètres cubes d'hyposulfite de soude, l'iode fixé par les essences dissoutes dans 50 cc. d'absinthe.

Titrage de l'hyposulfite. — On part d'une solution normale de dichromate de potassium obtenue en dissolvant 49 gr. 17 de dichromate de potassium chimiquement pur et sec dans la quantité d'eau nécessaire pour faire 1 litre à 15°.

10 cc. de cette solution mettent en liberté 0 gr. 127 d'iode, comme l'indique la formule suivante :



A 20 cc. de cette liqueur, on ajoute environ 20 cc. de solution d'iodure de potassium à 10 %, 100 cc. d'eau et 10 cc. d'acide chlorhydrique pur à 22°B°, puis on verse goutte à goutte la solution d'hyposulfite jusqu'à décoloration en se servant vers la fin d'eau amidonnée comme indicateur.

Soit A cc. le volume d'hyposulfite correspondant à 20 cc. de bichromate; si on admet, avec MM. SANGLÉ-FERRIÈRE et CUNIASSE,

que 1 gr. du mélange des essences formant la liqueur d'absinthe absorbe 1 gr. 328 d'iode, un simple calcul montre que dans les conditions d'expérience indiquées, la proportion d'essences contenues dans 1 litre de l'absinthe analysée est donnée par la formule suivante :

$$\frac{(V-v) \times 4,103}{A}$$

(Les absinthes et similaires livrables à la consommation ne peuvent renfermer par litre plus de 3 gr. 50 d'essences de toutes sortes ni plus de 1 gr. d'essence d'absinthe. — (Décret du 12 décembre 1907 pris en vertu de la loi du 30 janvier 1907.)

Séparation des essences. — Tout ce qui reste de l'alcool distillé au titre T, c'est-à-dire 190 ou 195 cc., est amené exactement à 50° par addition d'eau distillée.

200 cc. de cet alcool à 50° sont introduits dans une boule à décantation de 500 cc. environ et agités doucement avec 50 à 60 cc. d'huile d'olive lavée comme nous l'avons indiqué précédemment. On agite encore à deux ou trois reprises différentes et on laisse en repos pendant 1 heure. Au bout de ce temps on soutire l'alcool et on le filtre sur un petit filtre à plis de 9 cc. de diamètre mouillé d'alcool pur à 50° (il en faut environ 0 cc. 5, ce qui est sans influence sur l'exactitude des dosages ultérieurs).

Un seul traitement à l'huile suffit pour absorber toutes les essences.

Aldéhydes. — 10 cc. de cet alcool à 50° servent au dosage colorimétrique des aldéhydes par le bisulfite de rosaniline. Le résultat est, comme d'habitude, exprimé en grammes d'aldéhyde éthylique par hectolitre d'alcool à 100°

Furfurol. — 10 cc. traités par l'acétate d'aniline donnent par comparaison colorimétrique le furfurol.

Alcools supérieurs. — On opère sur 100 cc. qu'on traite par le phosphate d'aniline; on distille et termine comme d'habitude. Le chiffre trouvé est calculé en alcool isobutylique pour 1 hectolitre d'alcool à 100°.

Ethers. — 50 cc. sont saponifiés par 10 cc. de soude $\frac{N}{10}$. Le nombre de cc. de soude $\frac{N}{10}$ trouvé multiplié par 35,2 donne, exprimé en acétate d'éthyle et en grammes le poids d'éthers par hectolitre d'alcool à 100°.

Acidité. — On la dose directement sur l'absinthe. On fait une prise d'essai de 25 cc. et on y ajoute la liqueur de NaOH décime en faisant des touches sur du papier de tournesol sensible.

Le nombre de cc. trouvé multiplié par 0,24 donne l'acidité par litre exprimée en acide acétique. En multipliant ce chiffre par $\frac{1,030}{T}$, on obtient l'acidité par hectolitre d'alcool à 100°.

Comme on le voit par ce qui précède, la détermination du coefficient d'impuretés de l'alcool ayant servi à préparer l'absinthe est, en employant notre méthode presque aussi rapide que s'il s'agissait d'une eau-de-vie ordinaire. Elle ne nécessite ni dilution, ni distillation supplémentaires et par conséquent élimine les causes d'erreurs qu'amènent toujours, quelques précautions que l'on prenne, ces différentes opérations.

ANALYSE DES « APÉRITIFS AMERS »

Nous avons appliqué notre procédé d'absorption des essences par l'huile d'olive à l'analyse de l'alcool employé dans la fabrication des spiritueux dits « apéritifs amers ». Nous avons obtenu d'excellents résultats en suivant exactement le *modus operandi* indiqué plus haut.

L'essence dominante de ces apéritifs étant de beaucoup l'essence d'orange de Portugal, on exprime les résultats du dosage des essences en essence d'orange qui, d'après MM. SANGLÉ-FERRIÈRE et CUNIASSE, possède un pouvoir d'absorption de l'Iode de 3,42 en moyenne pour 1 gr. d'essence. La formule indiquée précédemment donnant par litre le poids d'essence doit donc être modifiée comme suit :

$$\frac{(v-v') \times 1,485}{A} = \text{poids d'essence en grammes, par litre d'amer, exprimé en essence d'orange.}$$

Pour les autres dosages, on emploiera les mêmes facteurs que pour l'absinthe.

Encore la saccharine

L'exactitude des renseignements que nous avons fournis sur la saccharine dans le n° 16 des *Annales des Falsifications* (février 1910) ayant été mise en doute, nous croyons utile de reproduire l'extrait suivant du journal *Le Brasseur du Nord*, du 10 septembre 1909 : « **Encore la Saccharine** » La scène se déroule à Bruxelles.

« Des agents du fisc avaient appris qu'un Hollandais, Joachim D..., venait souvent à Bruxelles et que, à chaque voyage, il introduisait de la saccharine. Vendredi soir, les accisiens, avec le concours de la police de la 2^e Division, ont arrêté le fraudeur dans un café du boulevard de Hainaut. Sa valise fut ouverte et l'on constata qu'elle contenait 7 à 8 kilogrammes de saccharine.

« Le Hollandais a déclaré que cette matière prohibée était destinée à *des négociants français, ses clients depuis longtemps.*

« Cela n'a pas empêché Joachim D... d'être mis derrière les verrous et cela n'empêchera pas certains négociants français de continuer à vendre de la saccharine en attendant que leur tour vienne d'être pincés. »

Voilà qui confirme notre information, *Le Brasseur du Nord* étant bien placé pour être renseigné exactement.

D'autre part, rappelons que par jugement en date du 7 août 1909, le Tribunal correctionnel de Béthune a condamné à 100 francs d'amende le sieur Hyppolite D..., pour avoir contrevenu à l'article 10 du décret du 12 avril 1902 en faisant circuler une certaine quantité de saccharine (300 tubes de 1 gramme chacun), sans que cette saccharine soit contenue dans des caisses, boîtes ou flacons numérotés et revêtus du plomb de la Régie.

Les tubes de saccharine dont il s'agit sont ceux que nous avons décrits dans les *Annales* du mois de février dernier.