

BEURRE DE CACAO

Cacao oleum

Le beurre de cacao est la graisse solide obtenue par pression à partir de graines décortiquées de *Theobroma cacao* L. Les graines sont grillées ou non au préalable, et traitées ou non par l'hydroxyde de sodium ou d'autres agents alcalins.

CARACTÈRES

Graisse solide, blanc jaunâtre, d'odeur légère et agréable semblable à celle du cacao, de saveur douce et caractéristique, à cassure cireuse, facilement soluble dans l'éther de pétrole, dans l'éthanol anhydre bouillant, peu soluble dans l'éthanol à 96 pour cent.

d_{20}^{40} : voisine de 0,895.

IDENTIFICATION

Effectuez l'identification des huiles grasses par chromatographie sur couche mince (2.3.2) modifiée comme suit:

Solution à examiner (a). Dissolvez 100 mg de beurre de cacao dans du *chloroforme R* et complétez à 4 mL avec le même solvant.

Solution à examiner (b). Dissolvez 20 mg de beurre de cacao dans du *chloroforme R* et complétez à 4 mL avec le même solvant.

Solution témoin. Dissolvez 20 mg d'*huile de maïs R* dans du *chloroforme R* et complétez à 4 mL avec le même solvant.

Déposez séparément sur la plaque 5 µL de la solution à examiner (a), 2 µL de la solution à examiner (b), et 2 µL de la solution témoin. Après développement, séchez la plaque à 110 °C pendant 10 min, laissez refroidir et pulvérisez une solution de *rhodamine B R* à 0,5 g/L dans le *méthanol R*. Après quelques minutes, pulvérisez une solution d'*hydroxyde de potassium R* à 400 g/L. Les taches apparaissent immédiatement ou après quelques minutes, claires sur fond rosé. Laissez sécher la plaque à l'air ou séchez-la à l'aide d'un courant d'air chaud et pulvérisez à nouveau de la *solution d'hydroxyde de potassium R* à 400 g/L. Le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner (b) présente 3 taches semblables quant à leur position et leurs dimensions à celles du chromatogramme n° 3 du schéma III. Les chromatogrammes obtenus avec la solution à examiner (a) et la solution à examiner (b) ne présentent pas de taches entre G et L.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

ENCEINTE PARTIE HAUTE

Diamètre extérieur 130

Diamètre intérieur 35

Hauteur 70

Serpentin cuivre

Diamètre 6/8, capacité 20 ml

ENCEINTE PARTIE BASSE

Diamètre extérieur 130

Diamètre intérieur 80

Hauteur 100

Serpentin cuivre

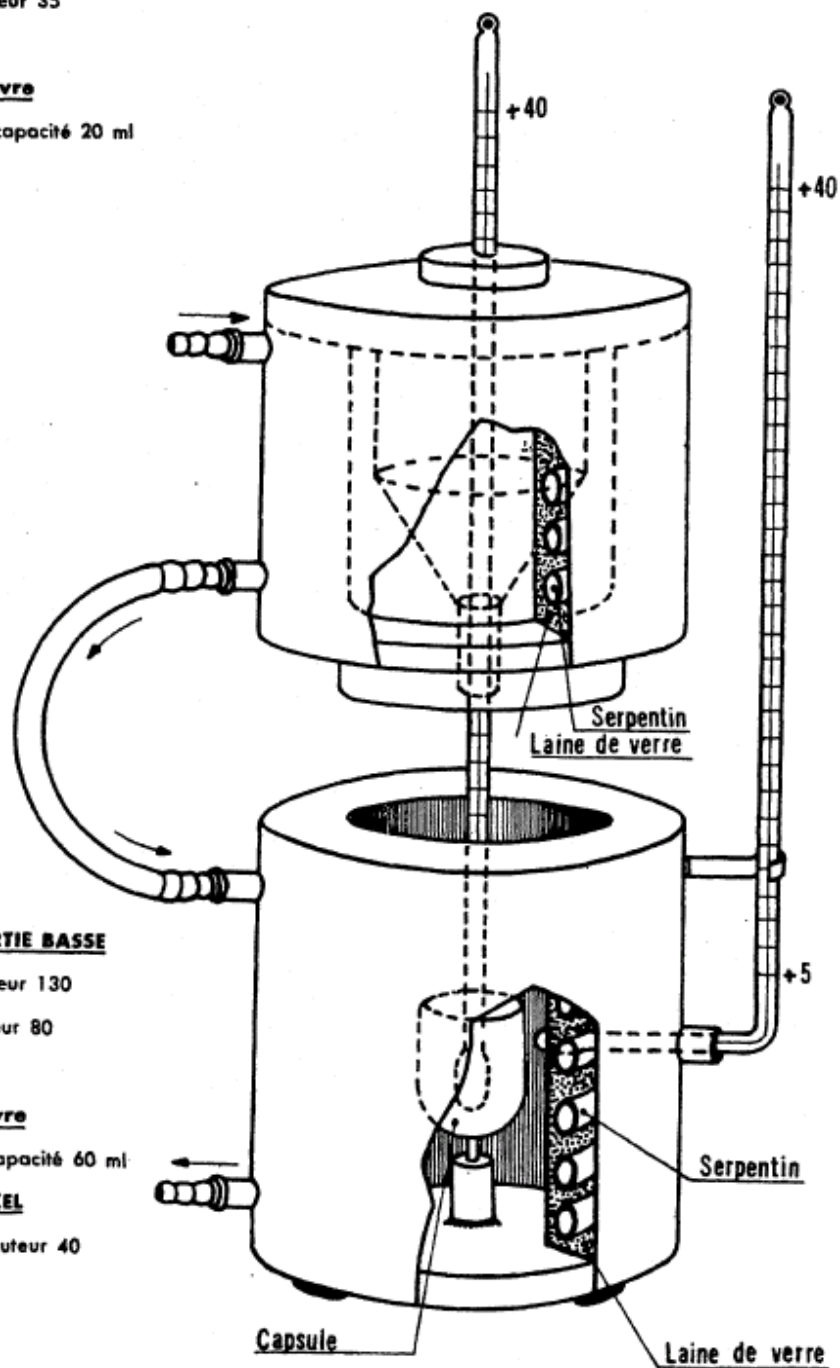
Diamètre 6/8, capacité 60 ml

CAPSULE NICKEL

Diamètre 30, hauteur 40

Epaisseur 5/10

Capacité 20 ml



Appareil pour la détermination de la courbe
de solidification du beurre de cacao

Cotes exprimées en mm

du

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

Pharmacopée française 1983

ESSAI

Indice de réfraction (2.2.6) : 1,456 à 1,459, déterminé à 40 °C.

Point de fusion (2.2.15). Déterminez le point de fusion en tenant compte des précisions suivantes: dans un vase à précipité de faible hauteur, faites fondre à 50-60 °C, 50 g environ de beurre de cacao. Refroidissez au bain-marie à 25 °C jusqu'à obtention d'une consistance pâteuse, en remuant continuellement et en évitant d'introduire des bulles d'air. Introduisez le vase à précipité dans un bain-marie à 32-33 °C et continuez à remuer jusqu'à ce que la masse ait atteint la température du bain-marie. Versez une partie de la substance visqueuse et laiteuse ainsi obtenue dans un appareil métallique, de type moule à suppositoires, à 20-22 °C et laissez reposer pendant 2 h à cette température. Introduisez la substance dans les tubes capillaires selon les indications de la méthode générale et laissez reposer les tubes à une température inférieure à 10 °C pendant 48 h au moins. Le point de fusion du beurre de cacao est de 31 °C à 35 °C.

Détermination de la courbe de solidification. Appareillage. L'appareil se compose principalement d'une enceinte métallique, en deux parties, isolée thermiquement, dans laquelle est placée une petite coupe cylindro-sphérique en nickel destinée à recevoir 20 g de beurre de cacao préalablement fondu. Cette coupe est fixée à une tige support qui la maintient au centre de l'enceinte cylindrique dont l'atmosphère est réglée à une température de $15 \pm 0,1$ °C. Le chemisage de l'enceinte contient deux serpentins tubulaires en cuivre dans lesquels on fait circuler lentement de l'eau provenant d'un thermostat dont la température (13-14 °C) permet d'ajuster exactement celle de l'enceinte à 15 °C. Deux thermomètres donnant le 1/10 de degré sont placés de manière à pouvoir suivre la variation de la température du beurre de cacao à essayer au cours de son refroidissement, et pour vérifier la température de l'enceinte (voir schéma).

Mode opératoire. Prélevez un échantillon moyen de beurre de cacao pesant 50 g environ, placez-le dans une capsule de porcelaine à fond plat et faites-le fondre à une température de 40 °C environ. Ajoutez 1 g de *sulfate de sodium anhydre R* et dispersez-le dans la masse fondue au moyen d'un agitateur en verre. Laissez quelques heures en contact à 40 °C, puis filtrez à chaud sur coton. Dans une étuve réglée à 40 ± 2 °C, introduisez la coupe de nickel et le beurre de cacao fondu déshydraté et filtré, laissez-les pendant 2 à 3 h après fusion complète. Ce temps écoulé, amenez la température de l'enceinte calorifugée à $15 \pm 0,1$ °C par circulation d'eau provenant du thermostat; introduisez rapidement le beurre de cacao fondu dans la coupe de nickel remplie jusqu'à 2 à 3 mm du bord, et placez-la dans l'appareil. Mettez en place le thermomètre de façon que le bulbe soit situé au centre de la masse de beurre de cacao fondu. Suivez la variation de la température et, dès que cette dernière atteint 30 °C, déclenchez un chronomètre et notez la température de 5 en 5 min. Reportez les valeurs sur un papier millimétré: 1 mm sur l'axe des abscisses représente 1 min; 1 mm sur l'axe des ordonnées représente 0,1 °C. Déduisez de la courbe obtenue la température minimale (début de cristallisation), la température maximale (fin de cristallisation) et l'écart entre ces deux valeurs.

Le beurre de cacao présente les caractéristiques suivantes : température minimale : 18-20 °C ; température maximale : 22-25 °C; écart : 3 °C à 5 °C.

Absorbance (2.2.25). Dans un vase à précipité, faites fondre, en chauffant doucement, 2,0 g de beurre de cacao et dissolvez dans 2 mL de *cyclohexane R*. Transvasez la solution dans une ampoule à décantation de 100 mL, rincez le vase à précipité avec 5 mL de *cyclohexane R* et transvasez dans l'ampoule à décantation. Ajoutez 3 mL de solution d'*hydroxyde de sodium R* à 160 g/L et mélangez pendant 2 à 3 min en agitant doucement par rotation. Rejetez la phase aqueuse et lavez la phase organique avec 7 fois 3 mL d'*eau R*. Ajoutez à la phase organique 5

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

mL de *cyclohexane R* et desséchez sur du *sulfate de sodium anhydre R*. Filtrez et évaporez à siccité au bain-marie. Dissolvez 0,100 g du résidu dans du *cyclohexane R* et complétez à 10,0 mL avec le même solvant. L'absorbance de cette solution, au maximum d'absorption voisin de 270 nm, n'est pas supérieure à 0,18.

Indice d'acide (2.5.1). Dissolvez 5,0 g de beurre de cacao préalablement fondu dans 25 mL du mélange de solvants prescrit. L'indice d'acide n'est pas supérieur à 3.

Indice d'iode (2.5.4): 33 à 42.

Indice de peroxyde (2.5.5) : au maximum 2 ⁽¹⁾

Indice de saponification (2.5.6) : 192 à 198.

Insaponifiable (2.5.7). Le taux de l'insaponifiable n'est pas supérieur à 0,80 pour cent *m/m*.

Cire, stéarine, suif. Dans un tube à essai à bouchon rodé, à 17 ± 1 °C, dissolvez 1,0 g de beurre de cacao dans 3 mL d'*éther R*. Plongez le tube dans un mélange de glace et d'eau. Il n'apparaît ni trouble, ni dépôt de paillettes blanches avant 3 min. Après prise en masse de la solution, portez la température à 15 °C. Il se forme progressivement un liquide limpide.

Impuretés à réaction alcaline (2.4.19). Le beurre de cacao satisfait à l'essai des impuretés à réaction alcaline dans les huiles grasses.

Huiles grasses étrangères. Opérez par chromatographie en phase gazeuse (2.4.22). La teneur en acide laurique n'est pas supérieure à 0,1 pour cent ; celle en acide myristique n'est pas supérieure à 0,3 pour cent; celle en acide linoléique n'est pas supérieure à 4,5 pour cent ; celle en acides dont le nombre d'atomes de carbone dans la molécule est supérieur ou égal à 20 n'est pas supérieure à 1,5 pour cent.

Huiles hydrogénées. Opérez par chromatographie sur couche mince (2.2.27) en utilisant une plaque préparée comme suit: étalez sur la plaque, un mélange de 30 g de *gel de silice G R* et de 60 mL d'une solution de *nitrate d'argent R* à 10 pour cent *m/m*. Laissez sécher la plaque à l'air pendant 15 min. Desséchez ensuite la plaque dans une étuve à 60 °C dont la température est portée progressivement à 115 °C en 45 min. Maintenez la plaque à cette température pendant 90 min. Si la plaque n'est pas immédiatement utilisée, elle doit être conservée à l'abri de la lumière.

Préparation de l'ester méthylique. Introduisez 4,0 g de beurre de cacao dans un ballon à col rodé de 100 mL muni d'un réfrigérant à reflux et d'un dispositif permettant de faire passer un courant de gaz. Ajoutez 40 mL de *méthanol anhydre R* et 0,5 mL d'une solution d'*hydroxyde de potassium R* à 60 g/L dans le *méthanol R*. Fixez le réfrigérant et faites passer un courant d'*azote R* à un débit d'environ 100 mL par min. Agitez et chauffez à l'ébullition. Lorsque la solution est devenue limpide, généralement après 10 min, continuez à chauffer pendant encore 5 min. Refroidissez à l'eau courante et transvasez dans une ampoule à décantation de 125 mL. Rincez le ballon avec 20 mL d'*heptane R* et versez le liquide de rinçage dans l'ampoule à décantation. Ajoutez 40 mL environ d'*eau R* et agitez doucement. S'il se forme une émulsion, ajoutez goutte à goutte de l'*heptane R*. Laissez les couches se séparer, prélevez la couche aqueuse, agitez une deuxième fois avec 20 mL d'*heptane R* et laissez décanter. Réunissez les couches organiques. Lavez avec 2 fois 20 mL d'*eau R*, desséchez sur du *sulfate*

⁽¹⁾ Le beurre de cacao étant toujours plus oxydé en surface que dans la masse, il est indispensable de veiller tout particulièrement à ce que l'échantillon soit bien représentatif de la masse totale.

de sodium anhydre R, filtrez sur coton dans une fiole conique de 50 mL et évaporez au bain-marie la quasi-totalité du solvant sous un courant d'azote *R*.

Solution à examiner. Dissolvez 10 mg de l'ester méthylique obtenu à partir du beurre de cacao à examiner dans 0,7 à 0,8 mL de *tétrachlorure de carbone R*.

Solution témoin. Dissolvez 0,1 g d'*élaïdate de méthyle R* dans du *tétrachlorure de carbone R* et complétez à 10 mL avec le même solvant.

Déposez sur la plaque, d'une part, la totalité de la solution à examiner en une bande continue d'une longueur de 15 cm environ et, d'autre part, à 2 cm de l'un des bords latéraux 0,05 mL de la solution témoin. Développez sur un parcours de 16 cm à l'obscurité avec un mélange de 75 volumes de *toluène R* et de 25 volumes d'*éther de pétrole R*. Après séchage, pulvérisez une solution de *dichlorofluorescéine R* à 1 g/L dans *l'éthanol à 96 pour cent R*. Examinez en lumière ultraviolette à 365 nm. Le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner ne présente pas de bande correspondant à la tache du chromatogramme obtenu avec la solution témoin.

CONSERVATION

En pain bien enveloppé ou en récipient bien fermé, à l'abri de la lumière et à une température inférieure ou égale à 30 °C.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.