

وزارة التعليم العالي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

FRACTIONNEMENT
ET ETUDE ANALYTIQUE
D'UNE HUILE ESSENTIELLE
D'EUCALYPTUS GLOBULUS

Proposé par :

Mme S. BOUCHTAOUI

Etudié par :

Mr H. YAHIOUCHE

Dirigé par :

Mme S. BOUCHTAOUI

PROMOTION :

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

FRACTIONNEMENT
ET ETUDE ANALYTIQUE
D'UNE HUILE ESSENTIELLE
D'EUCALYPTUS GLOBULUS

Proposé par :
Mme S BOUCHTAOUI

Etudié par :
Mr H YAHIOUCHE

Dirigé par :
Mme S BOUCHTAOUI

PROMOTION : JUIN 1990

DEDICACES

Je dedie ce modeste travail a :

- * Mes tres chers parents.
- * Mes freres et soeurs.
- * A tous mes freres et amis

H. Yahiouche



R E M E R C I E M E N T S

Le present travail a ete realise au departement de genie chimique sous la direction de madame BOUCHTAOUI, assistante stagiaire; quelle trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour son aide et ses conseils precieux.

Je remercie encore les membres de jury d'avoir accepter de jujer mon travail.

Mes remerciements vont egalement a tous ceux qui gont contribue de loin ou de pres a la realisation de ce travail.

H. YAHIOUCHE.

S O M M A I R E



Partie théorique - Introduction

A/ I - Généralités

- 1/ Les huiles Essentielles
- 2/ L'Eucalyptus
- 3/ L'Eucalyptus globulus

II - Huile Essentielle d'Eucalyptus globulus

- 1/ Paramètres Influçant la composition chimique de l'huile
 - 1-1 Influence de la partie de la plante
 - 1-2 Influence des saisons
 - 1-3 Influence de la méthode d'extraction
- 2) Propriétés physico-chimiques et organoleptiques
- 3) Composition chimique
- 4) Utilisation

B/ Méthodes séparatives

I Distillation

- 1/ Distillation fractionnée
- 2/ Principe et théorie de la distillation fractionnée
- 3/ Distillation à pression réduite

II Chromatographie d'adsorption liquides - solide

- 1/ Définition
- 2/ Mécanisme de séparation
- 3/ Adsorbant
 - 3-1/ Choix de l'Adsorbant
- 4/ Choix de la phase mobile.

4-1 Contrainte pratique

4-2 Force Eluante

4-2-1- Solvant unique

4-2-2- Mélange de solvant

C/ Technique d'Analyse

I - Introduction

II - Chromatographie en phase gazeuse

1/ Principe

2/ Colonnes capillaire

3/ Analyse qualitative par C.B.G.

3 - 1 Identification par les indices de rétention

3 - 2 Identification par couplage C.P.G. avec Autres méthodes

III - Chromatographie sur couche mince

IV - Méthodes spectroscopiques.

Plan Partie Expérimentale

I - Propriétés physico- chimique

I - 1 propriétés physique

I-1-1 Densité

I-1-2 Indice de réfraction

I-1-3 Pouvoir rotatoire

I-1-4 Pourcentage en cinéol

I- 2 Propriétés chimiques

I-2-1 Mixibilité dans l'éthanol

I-2-2 Indice d'acide

II Analyse par chromatographie en phase gazeuse

II - 1 Appareillage

II - 2 Choix des conditions opératoires

II - 3 Analyse qualitative sur colonne capillaire P E G 20 M

II - 3 - 1 Identification par utilisation des étalons témoins

II - 3 - 2 Identification par utilisation des indices de rétention

II - 3-2-1 Interprétation

III - Fractionnement de l'huile Essentielle d'Eucalyptus globulus

III - Distillation fractionnée à pression réduite

III - 1- 1 Appareillage

III - 1 - 2 Mode opératoire

III - 1 - 3 Analyse par C.P. G.

III - 1 - 3 - 1 Interprétations.

- III - 2 Séparation par chromatographie d'adsorption sur colonne
- III - 2 - 1 Appareillage
- III - 2 - 2 - Technique du travail
- III - 2 - 2 - 1 Préparation de la colonne
- III - 2 - 2 - 2 Charge du mélange à séparer
- III - 2 - 2 - 3 - Elution et collection des différents composants
du mélange
- III - 2 - 3 Analysé par C.P.G.
- III - 2 - 3 - 1 Interprétation
- VI Analyse qualitative sur colonne capillaire OV.101

Conclusion

INTRODUCTION /

La chimie des terpènes comme celle des huiles essentielles, dont ils font partie, occupe une place relativement modeste en chimie appliquée. Un grand nombre de scientifiques ont étudié ce domaine intéressant depuis des dizaines d'années, mais il s'est agi le plus souvent de recherche pure concernant la structure des composés complexes des sucres végétaux, l'extraction et le traitement de ces huiles essentielles, conduisant à des parfums, et à des arômes, aussi bien qu'à des produits pharmaceutiques, ayant acquis depuis des siècles une importance aujourd'hui encore justifiée.

L'étude Chimique des composants des huiles essentielles au 19^{ème} siècle a permis de découvrir un certain nombre d'hydrocarbures isomères, de formule $C_{10}H_{16}$, et qui furent appelés terpènes. On découvrit aussi des terpènes oxygénés surtout des alcools et des cétones, ainsi que d'autres constituants volatils des plantes qui contiennent des squelettes en C_{15} , C_{20} , ou C_{30} , la nomenclature a pour base une unité terpenique en C_{10}

C_{10} monoterpènes	C_{15} Sesqui-terpènes
C_{20} diterpènes	C_{30} triterpènes (1)

L'analyse des huiles essentielles fait appel à plusieurs techniques et méthodes.

L'évolution des moyens techniques a conduit à une plus grande précision des résultats et à une réduction des masses d'échantillon à analyser (2). L'analyse par la chromatographie en phase gazeuse permet non seulement l'obtention d'un reflet de la composition chimique,

d'une huile essentielle, mais aussi l'évaluation précise de la concentration de chacun des constituants considérés comme importants (3) La chromatographie d'adsorption liquide-solide met en ~~œuvre~~ des phases stationnaires ayant des propriétés adsorbantes, principalement des gels de silice poreux et des gels d'alumine. Elle s'applique bien à la séparation des composés présentant des groupements fonctionnels différents et à celle de certains isomères. (4)

Le travail que nous avons tenté de réaliser consiste à déterminer les conditions opératoires optimales chromatographiques (phase stationnaire, température de la colonne) permettant la séparation et l'identification des divers constituants de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus.

Afin d'améliorer l'identification , une distillation de l'huile est menée sous pression réduite, a fourni plusieurs fractions soumise à leur tour à des séparation par chromatographie d'adsorption sur colonne.

Toutes les fractions obtenues sont analysées par la chromatographie en phase gazeuse.

A/

I Généralités

I - 1/ Les huiles Essentielles

Les huiles essentielles sont des liquides volatils localisée dans diverses parties des plantes telles que les fruits, les feuilles, les ~~fruits~~ fleurs, les écorces et les racines. Utilisées dans la préparation des essences et des parfums, la qualité d'une huile essentielle dépend de différents facteurs. La partie de la plante utilisée, la variété et son lieu d'origine, la méthode d'extraction et son processus de rectification (5)

Les propriétés parfumantes, aromatisantes, thérapeutiques et toxicologiques d'une huile essentielle sont étroitement liées à sa composition chimique. La recherche de la conformité de cette composition chimique à celle d'une huile essentielle de référence est la base du contrôle de la ~~qualité~~ qualité les huiles essentielles sont définies à la fois d'après :

- la matière végétale d'où elles proviennent
- Leur mode d'obtention.
- Leur composition chimique. (6)

I - 2 Eucalyptus

Les Eucalyptus sont d'ordinaire de grands arbres, spontanés, la plupart se trouvent dans les zones tropicales. (7)
La croissance des Eucalyptus est extrêmement rapide et certains atteignent des dimensions colossales, dépassant 100 m de hauteur avec 2,5 mètres de circonférence. (8) Les arbres sont peu exigeants du point de vue des conditions du sol. Les pays producteurs les plus importants sont actuellement l'Australie, l'Inde, l'Algérie et l'Amérique du nord. (9)
il existe un grand nombre de variétés d'Eucalyptus qui sont employées pour la préparation d'essence d'Eucalyptus. Suivant la composition de leurs essence ils sont réparties en trois groupes.

- L'Eucalyptus riche en phellandrène

Sert comme solvant dans la Flottation des minerais et comme base à la synthèse industrielle du thymol, du menthol et aussi comme agent des infectants.

- L'Eucalyptus riche en citronellal et en Acetate de Géranyle

L'huile extraite à partir de ces espèces est utilisée en parfumerie.

- Eucalyptus riche en cinéole

Les principales espèces à partir des quelles l'huile

- L'Eucalyptus australiana	70 à 75 % en cinéole
- L'Eucalyptus Globulus	70 à 80 % "
- L'Eucalyptus Polybratéea	80 à 88 % "
- L'Eucalyptus smithi	75 à 88 % "
- L'Eucalyptus du rosa	70 à 75 % "

I - 5/ Eucalyptus Globulus

Son nom Latin, Eucalyptus globulus lui a été donné en raison de la forme spéciale de ses fleurs. Elles sont en effet fermées donc "bien couvertes" soit en grec Eu bien et Kaluptos = couvert (10) L'Eucalyptus globulus, dit gommier bleu de Tasmanie est l'espèce la plus connue et la plus appréciée. Cet arbre a été découvert par LABILLARDIERE en Tasmanie en 1792 et introduit en Europe par Ramel en 1856. (11). L'Eucalyptus Globulus vit sous un climat très doux régulièrement tiède et humide avec une pluviométrie relativement faible (12) C'est un arbre très intéressant qui pousse sur les sols argilosableux au niveau de la mer. (13) Ses propriétés remarquables et Excellentes en ont fait propager la culture dans tout les continents. (7).

Les particularités évidentes de l'*Eucalyptus globulus* résident dans ses feuilles adultes dont la longueur varie entre 23 cm et 46 cm et son fruit est facilement distinguable de la plus part des autres espèces. (9)

II - Huile essentielle d'*Eucalyptus globulus*

L'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* est obtenue par distillation à la vapeur d'eau des feuilles et des jeunes rameaux récemment coupés de l'*Eucalyptus globulus*

II - 1 Paramètres influençant la composition chimique de l'huile

II - 1-1 Influence de la partie de la plante

Le rendement le plus élevé en huile provient des feuilles supérieures des arbres, celles-ci ont une meilleure solubilité et un plus grand rendement en cinéole que celui des feuilles inférieures l'opération de distillation dure de 4 à 6 heures et on obtient 200 à 240 litres de condensat (huile + eau) pour un kilogramme de feuilles d'*Eucalyptus globulus* (14)

I - I - 1 Influence des saisons

La période favorable pour la distillation va du mois d'Avril au mois de septembre car le rendement en huile essentielle est en moyenne de 0,80 % **et celui** en cinéole de 70 à 80 % par contre, durant l'hiver le rendement en huile baisse à 0,7 et celui en cinéole varie de 60 à 65 % (14)

I - I - 3 Influence de la méthode d'extraction

Le procédé d'obtention de l'huile essentielle intervient de façon déterminante dans sa composition. (15)
A ce titre, les procédés d'extraction par les dissolvants volatils (benzène, hexane) sont toujours préférables pour l'obtention des extraits végétaux.

L'huile essentielle dans sa composition diffère tant qualitativement que quantitativement, du contenu végétal volatil(16).

En effet, dans le cas de l'hydrodistillation des phénomènes physiques et chimiques se produisent qui modifient sensiblement le contenu du matériel végétal et par conséquent l'huile essentielle qui en est libérée.

II - 2/ Propriétés physico-chimiques et organoleptiques

Les huiles essentielles sont des produits d'une grande valeur marchande, on conçoit aisément que la sophistication de tels produits est une mine inépuisable, l'huile essentielle est contrôlée et caractérisée grâce à ses propriétés physico-chimiques et organoleptiques qui sont données par la NORME AFNOR (17)

Propriétés organoleptiques de l'huile d'Eucalyptus globulus (17)

Aspect	Limpide
Couleur	Presque incolore à jaune clair
Odeur	Caractéristique, appelant celle du cinéole.

Propriétés Physico-Chimiques(17)

Propriétés physico-chimiques	Norme AFNOR
Densité d_{20}^{20}	min 0,906 max 0,925
Indice de réfraction à 20°C	min 1,4590 max 1,4670
Pouvoir rotatoire à 20°C	0° et 10°
Miscibilité à éthanol à 70 % (v/v) 20°C	2 à 3
Pourcentage en cinéole	min 70 %

Les Feuilles adultes sont plus riches en huile que les jeunes et leur huile est également plus riche en cinéole (13).

II - 3 COMPOSITION CHIMIQUE

La première analyse de l'essence d'Eucalyptus globulus a été entre prise en 1870 par CLOEZ. Il en retira par distillation fractionnée un corps bouillant à 175°C qu'il nomma eucalyptol dans la première fraction de distillation de l'huile BUCHARDAT et OLIVIERO(14) ont isolé l'alcool éthylique, ainsi que des aldéhyde isovalérique, butyrique qui seraient responsables de l'odeur suffocante. WALLACH et GILDMESTER (11) dans la fraction distillant à 165°C Isolèrent le - pinène. Dans la fraction de point d'ébullition 155°,

schimmel et Cie caractérisèrent le camphène. Plus récemment par spectrométrie infra-rouge on a identifié le B- Pinène, le B-Phellandrène, le par-cymène et le limonène.

Parmi les composés oxygénés monoterpéniques JAHNS (17) Identifia par la méthode de L' α grésol, le 1,8 Cinéole. Ensuite le terpinéol fut identifié par SCHMIDJ au point d'ébullition 113°C. Le géraniol est rapporté par GANDINI (14) comme étant constituant principal de la fraction alcoolique I.L. WILLIS, (14) caractérisa l'acétate de géranyle. Dans la queue de distillation on a pu identifier le globulol ainsi que la présence d'alcool ses quiterpéniques.

Brian.M - Lawrence (18) resume la composition de l'Essence en consituants principaux comme suit : 1,8 Cinéole (68,5 - 91,8 %)

Monoterpène hydrocarbure (6,1 - 15,9 %)

Hydrocarbures ses quiterpène (0 - 2,8 %)

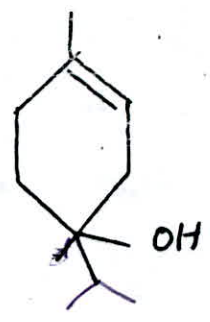
Monoterpènes Alcools (0- 5,5 %)

Sesquiterpenes alcools(0, 6,6 %)

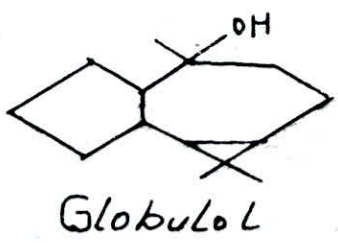
Quelques formules des constituants

Alcools Terpènes cycliques

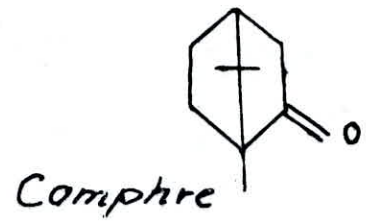
α -Terpinéol



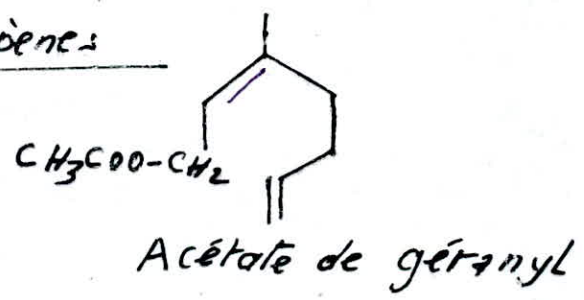
Sesquiterpène



Cétones - Terpènes bicyclique



Esters Terpènes



Oxydes :



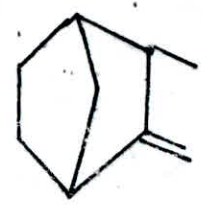
Hydrocarbures: Terpènes cyclique



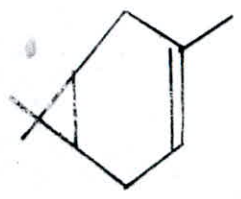
α -Pinène



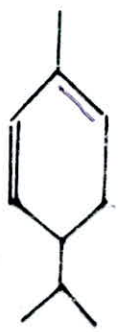
β -Pinène



Camphène



Δ^3 -Carène



α -Phellandrène



Limonène

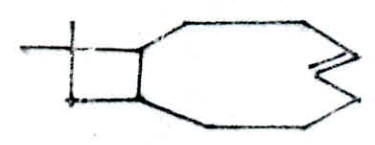
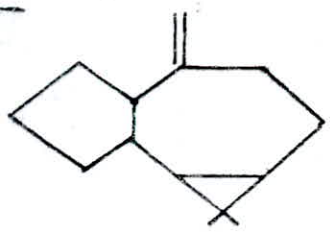
- Aromatique



P-Cymène

- Sesquiterpènes

Atomadendrène



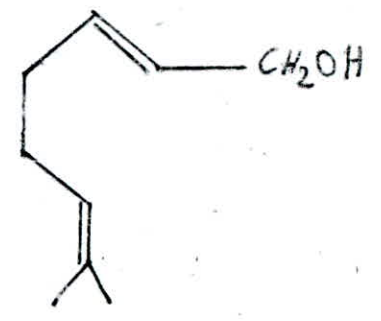
Caryophyllène

Alcools - Aliphatiques

Linalol



Géraniol



-II- 4/ - UTILISATION

Très demandé en pharmacie pour le composé majeur de son essence, en l'occurrence l'eucalyptol, l'Eucalyptus globulus est très utilisé dans le reboisement.

En effet les forêt d'eucalyptus donneraient en 15 ou 20 ans ce que l'on obtiendrait en 100 ou 150 ans dans les forêts ordinaires l'eucalyptus est également utilisé comme agent d'assainissement. Pour ses propriétés absorbantes les émonations aromatiques qu'il répand autour de lui prévoit qu'il ne peut que jouer un rôle salubre dans les pays marécageux (19).

L'huile d'Eucalyptus globulus est très utilisée à l'échelle pharmaceutique.

- Inhalation : diphtérie, scarlatine, coqueluche, bronchite, pneumonie, influenza.
- Friction : Contre les rhumatismes.
- Injections sous cutanées : Septicémie, érysipèle (20)

B/ - METHODES SEPARATIVES

Vu le grand nombre de constituants présent dans une essence et leur diversité, il s'avère souvent difficile voir impossible de mener une étude qualitative et quantitative sur l'huile essentielle en nature. En effet en plus de leur diversité chimique, les composants sont présents dans des proportions très variables, On en trouve qui sont majoritaires et d'autres présents à l'état de traces. Si au début les investigations ont eu pour but d'identifier les principaux d'entre eux elles se sont orientées de plus en plus vers la recherche des constituants mineurs mais olfactivement intéressants ou présentant une activité pharmacologique particulière. Pour ce faire, il est toujours utile de procéder à une séparation préalable en deux ou plusieurs fractions ayant une composition plus restreinte, plus homogène et donc se prêtant mieux à une analyse fine et poussée. Comme méthodes de séparation nous pouvons citer.

- La distillation fractionnée sous vide.
- L'entraînement des produits volatils par l'azote et la condensation à base température.
- L'extraction à l'aide d'un solvant approprié (21).
- Chromatographie d'adsorption sur colonne.
- La chromatographie liquide à haute pression.

Parmi ces méthodes nous sommes intéressés à la distillation sous-vide et à la chromatographie d'adsorption liquide solide pour réaliser un fractionnement en familles des composants de notre huile essentielle.

LA DISTILLATION

La purification d'un liquide par distillation consiste à le transformer en vapeur, et à condenser celle-ci dans un appareil approprié pour recueillir le produit soit à l'état liquide, soit à l'état solide sous forme d'agrégat. L'emploi de cette méthode dépend de la stabilité de la substance à sa température d'ébullition, celle-ci peut être abaissée si l'on procède à la distillation à pression réduite, sa chute est d'environ 100 - 120°C lorsqu'on passe de la pression atmosphérique au vide au moyen d'une pompe à vide (21). Donc on peut distiller à pression réduite un grand nombre de substances se décomposent à leur température d'ébullition.

On distille généralement à la pression atmosphérique les composés organiques relativement simples et à bas point d'ébullition tels que les hydrocarbures, les alcools, les esters et les amines.

On n'abaisse la pression de la distillation que pour les corps se décomposant facilement et pour ceux dont la température d'ébullition est élevée (22).

La distillation, qu'elle soit effectuée à pression réduite ou à pression ordinaire, n'a pas seulement pour but de recueillir un produit pur en éliminant les impuretés solides, on l'emploie très souvent pour la séparation de substances volatiles en utilisant leurs différentes tensions de vapeur et leurs points d'ébullitions différents, elle porte alors le nom de distillation fractionnée.

-I- 1/- DISTILLATION FRACTIONNEE

Lorsqu'il s'agit de séparer par la distillation plusieurs produits volatils mélangés d'une huile essentielle l'opération est difficile. Plus les températures d'ébullition sont rapprochées les unes des autres, plus la séparation est délicate, il n'est déjà plus très aisé, par les méthodes usuelles de laboratoire, de fractionner avec une certaine précision des substances à points d'ébullition voisins de 10° les uns des autres, l'appareil permettant d'avoir un meilleur fractionnement est la spirale de WIDMER (Figure 1).

Son petit diamètre interne permet de l'employer avec succès lors de la distillation de quantités minimes de substances les mélanges de liquide bouillant à plus de 120° sont d'abord fractionnés en portions distillant à des intervalles de température sensiblement égaux.

Chaque portion est ensuite soumise à une nouvelle distillation dans des appareils plus petits, et les fractions résultantes distillées à nouveau un certain nombre de fois dans des limites de plus en plus rigoureuses. Les liquides en mélange ne sont pas tous séparables par distillation certaines substances définies et différentes distillent simultanément à température constante (23).

-I- 2/ - THEORIE ET PRINCIPE DE LA DISTILLATION FRACTIONNEE

Prenons par exemple la distillation d'un mélange d'alcool amylique (point d'ébullition 137°C) et d'alcool méthylique (point d'ébullition 66°C).

Traçons la courbe d'ébullition et la courbe de rosée des mélanges d'alcool amylique et d'alcool méthlique (Figure 2) et pour étudier la distillation fractionnée de ce mélange, prenons par exemple la colonne de CHARLES (Figure 3).

fig. n° 4

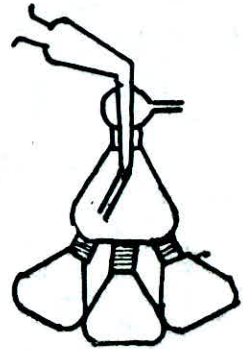
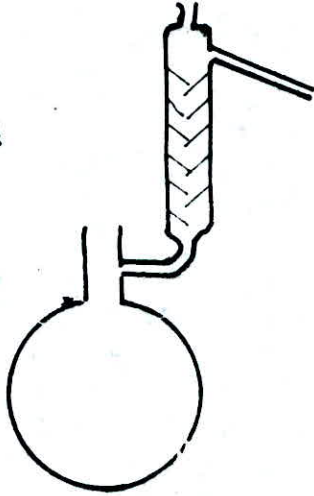


fig n° 5

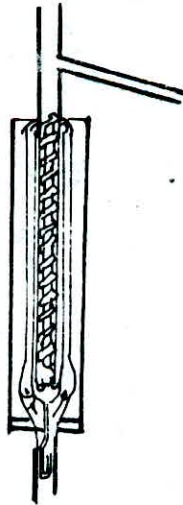


fig n° 1

Partons d'un mélange d'alcools de composition C chauffons le. Arrivé à la température T, il va bouillir et émettre une vapeur de composition C₁. Cette vapeur en arrivant dans le plateau N° 1 plus froid va se condenser et donner un liquide qui aura pour composition C₁. De nouvelles vapeurs arrivant du ballon vont réchauffer ce liquide C₁, le faire bouillir à la température T₁, il émettra des vapeurs de composition C₂. Ces vapeurs C₂ arrivant dans le plateau N° 2 plus froid, vont se condenser et donneront un liquide de composition C₂, et ainsi de suite. Si notre chauffage est bien réglé, il n'arrivera à la hauteur de la tubulaire latérale que des vapeurs d'alcool méthylique. Nous aurons ainsi réalisé la séparation des deux alcools (23).

-I- 3/ DISTILLATION A PRESSION REDUITE

Presque toutes les substances organiques, considérées du point de vue de la thermodynamique sont à l'état métastable. L'élévation de la température, conduisant tout corps à l'état d'équilibre, provoque dans le cas particulier sa décomposition. On proposera donc comme règle d'éviter autant que possible d'exposer inutilement un produit organique à une élévation de température. Il sera alors convenable de procéder dans un certain nombre de cas à une distillation à pression réduite, la méthode présentant le grand intérêt d'abaisser le point d'ébullition de plus de 100 °c (21). Pour effectuer une distillation sous une pression réduite on peut prendre le ballon de vigreux (Figure 4) pour recueillir séparément les produits de la distillation. Sans interrompre le vide.

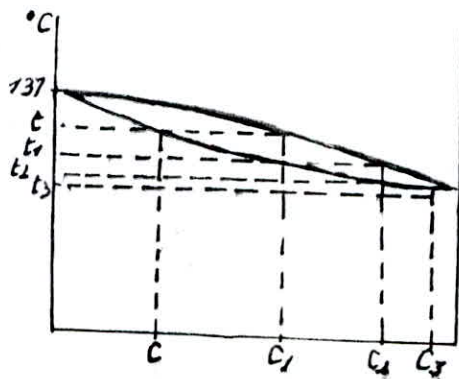


Fig N° 2

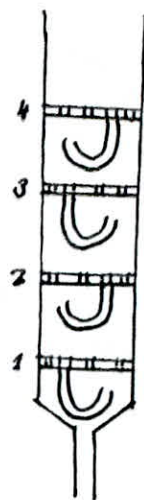


Fig N° 3

On utilise un séparateur. On emploie le séparateur de Plauly (Figure 5) comportant un certain nombre de flacons que l'on amène successivement devant l'extrémité de l'allonge par où s'écoule le distillat.

- II- CHROMATOGRAPHIE D'ADSORPTION LIQUIDE-SOLIDE

-II- 1/- DEFINITION

La chromatographie est avant tout une méthode de séparation dans laquelle les composants à séparer sont répartis entre deux phases, l'une d'entre elle est constituée par un lit de matériaux stationnaire au travers duquel s'infiltré la deuxième phase. Le processus chromatographique est le résultat d'adsorptions et de désorptions répétées. Lors de la traversée de la phase stationnaire et la séparation obtenue est due aux différences entre les coefficients de partage des composants de l'échantillon (24). Puisque l'adsorption correspond essentiellement à un phénomène de surface, il est évident que le degré de séparation dépend de la surface développée de l'adsorbant, d'où l'intérêt d'un adsorbant de faible granulométrie dans tout les cas cependant le facteur le plus important est le coefficient de partage K d'une substance entre les deux phases de système. On a

$$K = \frac{\text{Quantité de soluté par unité de volume de la phase stationnaire}}{\text{Quantité de soluté par unité de volume de la phase mobile}}$$

En chromatographie d'adsorption ce coefficient dépend de la température et généralement de la concentration de la substance étudiée

-II- 2/- MECANISME DE SEPARATION

Le volume de rétention d'un soluté est directement lié à la compétition entre les molécules de solvant M et de soluté S à la surface de l'adsorbant a. L'on admet, en général, que cette surface recouverte d'une couche monomoléculaire constituée par des molécules de phase mobile M et de soluté.

On utilise un séparateur. On emploie le séparateur de Plauly (Figure 5) comportant un certain nombre de flacons que l'on amène successivement devant l'extrémité de l'allonge par où s'écoule le distillat.

- II- CHROMATOGRAPHIE D'ADSORPTION LIQUIDE-SOLIDE

-II- 1/- DEFINITION

La chromatographie est avant tout une méthode de séparation dans la quelle les composants à séparer sont répartis entre deux phases, l'une d'entre elle est constituée par un lit de matériaux stationnaire au travers du quel s'infiltré la deuxième phase. Le processus chromatographique est le résultat d'adsorptions et de désorptions répétées. Lors de la traversée de la phase stationnaire et la séparation obtenue est due aux différences entre les coefficients de partage des composants de l'échantillon (24). Puisque l'adsorption correspond essentiellement à un phénomène de surface, il est évident que le degré de séparation dépend du surface développée de l'adsorbant, d'où l'intérêt d'un adsorbant de faible granulométrie dans tout les cas cependant le facteur le plus important est le coefficient de partage K d'une substance entre les deux phases de système. On a

$$K = \frac{\text{Quantité de soluté par unité de volume de la phase stationnaire}}{\text{Quantité de soluté par unité de volume de la phase mobile}}$$
En chromatographie d'adsorption ce coefficient dépend de la température et généralement de la concentration de la substance étudiée

-II- 2/- MECANISME DE SEPARATION

Le volume de rétention d'un soluté est directement lié à la compétition entre les molécules de solvant M et de soluté S à la surface de l'adsorbant a. L'on admet, en général, que cette surface recouverte d'une couche monomoléculaire constituée par des molécules de phase mobile M et de soluté.

-II- 4/- CHOIX DE LA PHASE MOBILE

La phase mobile joue un rôle très important en chromatographie liquide solide puisque de son choix dépendra, en grande partie la réussite ou l'échec de la séparation envisagée, la sélectivité et la durée d'une séparation dépendent avant tout de la nature de la phase mobile. Le choix d'un solvant dépend d'abord de contraintes pratiques puis de sa force éluante. (26).

-II- 4-1 CONTRAINTES PRATIQUES

Les solvants susceptibles de réagir avec la phase stationnaire ou de se polymériser à son contact sont évidemment à éliminer cependant, il arrive quelque fois que des solvants insuffisamment purifiés, des impuretés s'adsorbent irréversiblement si la phase mobile est constituée par plusieurs solvants, ceux-ci doivent être totalement miscibles et les solutés à séparer doivent être solubles (26).

-II-4-2 FORCE ELUANTE

-II-4-2 -1/ - SOLVANT UNIQUE

Le choix d'un solvant de force éluante convenable permet de contrôler les valeurs des facteurs de capacité bien entendu, plus la force éluante du solvant est élevée, plus les facteurs de capacité sont faibles en première approximation on peut admettre qu'une variation de 0,05 unité de la force éluante d'un solvant entraîne une variation de K' des solutés d'un facteur compris entre 2 et 4. Il est donc important de classer les solvants les plus couramment utilisés par ordre croissant de leurs forces éluantes. C'est ce que l'on appelle une série éluotropique. Cette recherche du solvant de force éluante convenable peut s'effectuer soit directement sur colonne soit par chromatographie sur couche mince (28).

.../...

-II- 4 - 2 - 2/ - MELANGE DE SOLVANTS

Il est très rare qu'un solvant unique permette d'aboutir à des valeurs des facteurs de capacité convenables et surtout à une résolution optimale c'est pourquoi on utilise très souvent des mélanges binaires.

Etant donné que dans le cas de l'adsorption d'un mélange il ya compétition sur les sites actifs du support, le solvant fort tendra à se concentrer dans le volume, va de la phase mobile adsorbée (28)

C/- TECHNIQUES D'ANALYSE

-I- INTRODUCTION

Les huiles essentielles sont parmi les mélanges les plus compliqués auxquels plusieurs techniques d'analyse ont été appliquées. Parmi les méthodes les plus utilisées on distingue la chromatographie en phase gazeuse qui est basée sur les différences de coefficient de partage des produits à séparer entre la phase mobile ~~et gazeuse~~ et les méthodes spectroscopiques telles-que la spectrométrie de masse la spectrométrie I.R. resonance magnetique nucleaire. *stationnaire* *la phase*

Toutes ces méthodes sont de nos jours des outils indispensables aux chimistes organiciens.(1).

-II- CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

La chromatographie en phase gazeuse (C.P.G.) depuis son apparition, apporté une contribution inestimable à la séparation des produits organiques. Dans l'analyse des huiles essentielles, l'utilisation des données de rétention est souvent considéré comme un artifice analytique important dans l'identification des substances (29).

-II- 1/ - PRINCIPE

Un fluide appelé phase mobile parcourt un tube appelé colonne, renfermant un granulé poreux éventuellement imprégné d'un liquide appelé solvant ou phase liquide stationnaire.

A l'instant initial, le mélange à séparer est injecté à l'entrée de la colonne ou il se dilue dans la phase mobile qui l'entraîne à travers celle-ci. Si la phase stationnaire a été bien choisie, les constituants du mélange appelés généralement "solutés", sont inégalement entretenus par "rétention", il résulte que les constituants du mélange injecté se déplacent tous moins vite que la phase mobile et que leurs vitesses de déplacement sont en outre inégales. Ceci les conduit à sortir de la colonne les uns après les autres. (29).

Le processus de séparation chromatographique essentiellement discontinu consiste donc en la séparation d'un mélange complexe dilué dans un fluide en une succession de mélanges binaires soluté fluide. Ce processus analytique conduit à une méthode d'analyse moderne du fait que grâce à un analyseur de mélange binaire appelé détecteur.

-II- 2/ - COLONNES CAPILLAIRES

Comme les huiles essentielles sont des mélanges complexes des produits organiques appartenant aux classes les plus diverses (29) donc l'utilisation d'une colonne capillaire est ^{recommandé} recommandée, elle est constituée par un tube vide dans le quel la phase stationnaire est non plus fixe sur un support, mais répartie sur les parois internes de la colonne. La couche mince et uniforme de phase stationnaire imprègne régulièrement la surface interne de la colonne, cette imprégnation étant réalisée par évaporation d'une solution le diamètre de la colonne doit être très petit par rapport à sa longueur.

Un des principaux avantages des colonnes capillaires est de permettre d'obtenir une grande efficacité et un haut pouvoir de résolution. EN effet, alors qu'on ne peut dépasser que difficilement 10000 plateaux théoriques avec les colonnes remplies traditionnelles de longueur courantes. On obtient très facilement 50000 plateaux théoriques avec une colonne capillaire de 40 m de long (29).

-II- 3/ - ANALYSE QUALITATIVE PAR C.P.G.

La chromatographie en phase gazeuse a souvent la réputation de permettre une identification des mélanges. La facilité d'identification n'est réelle que lorsqu'il ne s'agit que de localiser sur le chromatogramme la position des pics correspondants à des constituants connus d'un mélange.

Il suffit alors d'introduire, sur la même colonne dans les mêmes conditions d'analyse, les produits purs et de noter leurs temps de rétention.

Le problème est autrement plus difficile quant il s'agit d'identifier les éléments inconnus d'un mélange, et bien souvent on doit avoir recours aux techniques spectrométriques pour aider à l'identification. Il ne faut pas se dissimiler que celle-ci sera longue et délicate si le mélange est complexe et il convient également de penser que la précision des mesures chromatographiques n'est pas suffisante pour obtenir une certitude sur l'identité d'une pic sans procéder à des vérifications par d'autres méthodes.

-II-3 - 1/- IDENTIFICATION PAR LES INDICES DE RETENTION.

Pour une meilleure identification pour les mélanges complexes, on préfère utiliser les indices de rétention qui représentent une échelle universelle, qui sont proposées par Kovats (1963). Ces derniers sont fondés sur la relation linéaire constatée entre le logarithme du volume de rétention spécifique et le nombre d'atomes n de carbone du soluté, dans une famille de produits homologues, par exemple celle des hydrocarbures saturés aliphatiques.

$$\text{Log } r_g = a n + b$$

r_g : Volume de rétention spécifique

n : Nombre d'atomes de carbone du soluté

Cette relation n'est pas valable pour les premiers termes de la série des alcanes elle n'est vérifiée qu'à partir de 05.

Elle n'est vraie qu'en chromatographie isotherme (29)

si par convention, on attribue à chaque hydrocarbure de référence un indice égal au nombre d'atomes de carbone de leur chaîne, multiplié par 100, on peut calculer l'indice de rétention du soluté inconnu, sur une colonne quelconque. Dans le cas de l'isotherme on utilise la relation suivantes :

$$I_i = 100 Z + 100 \frac{\ln (tr_i / tr_z)}{\ln (tr_{z+1} / tr_z)}$$

I_i : Indice de rétention du soluté

tr_z : temps de rétention de la n paraffine dont le pic sort immédiatement avant celui du soluté et dont le nombre d'atomes de carbone est Z.

tr_{z+1} : temps de rétention de la paraffine (z+1) atomes de carbone, sortant immédiatement après le soluté.

Pour la programmation de la température vander dool et kratz (31) ont introduit des indices de rétention calculés par une interpolation linéaire des températures de rétention des solutés et des n paraffines diluées avant et après le soluté.

$$I_{\text{prog}} = 100z + 100 \frac{Tr_i - Tr_z}{Tr_{z+1} - Tr_z}$$

$$\text{ou } Tr = T_0 - r \cdot t \cdot r$$

avec

T_0 : Température initiale (°c)

r : gradient de température (°c/mn)

tr : temps de rétention (mn)

-II- 3 - 2/ - IDENTIFICATION PAR COUPLAGE DE CHROMATOGRAPHIE

EN PHASE GAZEUSE AVEC UNE AUTRE METHODE.

On peut à la sortie d'une colonne chromatographique piéger les solutés successivement, au besoin par une méthode permettant d'obtenir des échantillons de masses suffisamment importantes, puis leur appliquer tout procédé voulu d'identification.

Cependant, il est parfois possible de coupler plus ou moins directement la méthode d'analyse auxiliaire avec le chromatographe, l'appareil utilisé pouvant être considéré comme un détecteur secondaire (31).

À l'heure actuelle, la spectrométrie de masse, améliorée en bien des points par rapport au départ, reste l'instrument de couplage par excellence. Chaque soluté sortant de la colonne chromatographique peut être soumis à l'analyse spectrométrique, réalisant ce que l'on appelle la chromatographie.

- III - CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

Le principe de la chromatographie sur couche mince consiste à révéler les composés sur des plaques en verre recouvertes par du gel de silice, les gouttes sont placées sur une ligne horizontale, un solvant permet la migration des composés sur la plaque qui seront localisés à l'aide des réactifs chimiques appropriés ou d'un dispositif à la lumière ultraviolette de courte longueur d'onde. Dans le cas des terpènes on utilise comme réactif chimique le révélateur vinillique. Les constituants du mélange sont identifiés par leur facteur de rétention.

$$R_f = a/b$$

a : est la distance en (cm) entre la ligne de start et le centre de la tache

b : est la distance en (cm) entre la ligne de start et la ligne du front.

Le facteur de rétention dépend de la nature des composés analysés, de la concentration de ces derniers, lorsque deux composés ont le même R_f , ils sont identiques.

-IV- METHODES SPECTROSCOPIQUES

Dans de nombreux cas, la composition qualitative et quantitative, ainsi que la structure des molécules peuvent être déterminées au moyen de la spectroscopie d'absorption.

Les méthodes de spectroscopie les plus importantes sont :

Méthode	Abréviation
Spectre dans le domaine de la lumière visible ou ultraviolette.	UV / Vis
Spectre dans le domaine de la lumière infra-rouge	IR
Spectres de résonance nucléaires	N M R (R M N)
Spectres de masse	M S

Le choix ou la combinaison des méthodes dépendent du problème posé :

Méthode	Utilisable pour :
U V / Vis	Molécules possédant des liaisons multiples ou des paires d'électrons libres (substances colorés et non colorées).
I R	Groupes fonctionnels, structure de la molécule
N M R (R M N)	Protons, leur environnement et leur genre de liaisons (stéréo chimie).
M. S	Masse moléculaire formé par brûle, fragments, structure de la molécule.

Les méthodes spectroscopiques se signalent par la petite quantité de substance nécessaire et par leur rapidité. (32).

Introduction

L'objectif de notre travail est de pouvoir préciser les conditions les plus favorables de détermination des constituants les plus importants de l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* par chromatographie en phase gazeuse. L'identification des constituants majeurs de notre huile essentielle se fait par comparaison avec des étalons témoins et par les indices de rétention de Kovats.

Afin d'améliorer l'identification des constituants de l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus*, nous faisons une séparation de notre huile par distillation fractionnée les fractions obtenues seront séparées une autre fois par chromatographie d'adsorption sur colonne.

Ces séparations pourront éventuellement améliorer l'analyse de l'huile.

I - Propriété physico- chimiques d'huile essentielle
d'Eucalyptus globulus

L'huile essentielle d'Eucalyptus globulus a un aspect limpide, de couleur jaune pâle, son odeur caractéristique rappelle celle du cinéole.

I - 1 - Propriétés physiques.

I - 1-1 Densité

La densité relative à 20° d'une huile essentielle est le rapport de masse d'un certain volume d'huile essentielle à 20°C, la masse d'un égal volume d'eau distillée à 20c. (33)
Nos mesures sont faites à l'aide d'un piénomètre de (ml et d'une balance analytique digitale.

I- 1- 2 Indice de réfraction.

L'indice de réfraction d'une huile essentielle est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux monochromatique (longueur d'onde déterminée), passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à température constante. (34)

$$n_D^t = n_D^{t'} \pm 0,0004 (t' - t)$$

$n_D^{t'}$: valeur de la lecture, obtenue à la température t'

Nous avons effectué la mesure d'indice de réfraction à l'aide d'un réfractomère de type "ATOGD - S T, permettant la lecture directe des indices de réfractons étaloné de manière à obtenir à la température de 20° c, l'indice de réfraction de 1, 333° pour l'eau distillée.

I- 1 - 3 Pouvoir rotatoire

La déviation polarimétique d'une huile essentielle est l'angle dont tourne le plan de polarisation de la lumière, quand celle-ci traverse une certaine épaisseur d'huile essentielle dans les conditions bien déterminées (34)
Elle est mesurée sous un décimètre ou bien sous une épaisseur différente et ramenée à un décimètre,

il est donné par l'expression suivante

$$D_{20^{\circ}\text{c}} = \frac{A}{l}$$

dans laquelle

A : est l'angle de rotation observé, exprimé en degrés

l : est l'épaisseur d'huile essentielle, exprimée en décimètres.

I - 4 Pourcentage en cinéol (Eucalyptol)

Nous anticipons sur les résultats à l'aide du chromatogramme de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus pour en déduire la teneur en cinéol.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau N° 1

Tableau 1 Densité/

Propriétés physiques	Valeurs expérimentales	valeurs AFNOR
Densité à 20 c	0,918	(min) 0,906 (min) 0,925
Indice de réfraction	1,464	(min) 1,459 (max) 1,467
Pouvoir rotatoire	2,05°	0° et + 10°
Teneur en cinéol	<u>78 %</u> CPG	(min) 70

Nous remarquons que les valeurs expérimentales de la densité et de l'indice de réfraction sont comprises dans l'intervalle des valeurs données par les normes AFNOR pour l'huile essentielle d'Eucalyptus.

propriétés physiques de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus de divers pays.

Tableau 2 (36)

Origine	Densité D	Indice de réfraction n_D^t	Pourcentage en cinéole.
Australie	0,913	1,4663	-
Australie	0,9116 - 0,9166	1,4980	-
Australie	0,910 - 0,930	1,460 - 1,470	70 - 75 %
Espagne	0,905 - 0,922	-	71 - 84,5 %
Espagne	0,915 - 0,925	1,4663 - 1,4665	-
Portuguel	0,920 - 0,927	1,461 - 1,466	min 70 %
Sicile	0,9301 - 0,9284	1,415 - 1,423	-
Corsica	0,9185	1,4633	66 %
Bresil	0,9070 - 0,9105	1,4612 - 1,4655	68,2 - 69,9%
Inde	0,9065 - 0,9155	1,4630 - 1,4660	60 %
Equateur	0,9261	1,4593	86 %

D'après le tableau 2, nous pouvons conclure que la composition de l'huile du point de vue quantitatif dépend de son lieu d'origine, la densité de l'huile d'Eucalyptus globulus augmente quand son pourcentage en cinéol augmente par contre, son indice de réfraction diminue.

II - 2 Propriétés chimiques

II - 2 - 2 Miscibilité dans l'éthanol /

Une huile essentielle est dite miscible à V volumes et plus d'éthanol de titre alcoométrique déterminé à la température de 20°C, lorsque le mélange de 1 volume de l'huile essentielle considérée avec V volumes de cet éthanol est limpide et le reste après addition graduelle d'éthanol de même titre, jusqu'à un total de 20 volumes (37)

II - 2 - 2 Indice d'Acide : I A

L'indice d'acide est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres contenues dans 1 gramme d'huile essentielle .(38)

Mode Opératoire

On pèse 2 grammes d'huile essentielle à (1 mg près), on introduit la prise d'essai dans un ballon de 100 ml, on ajoute 5 ml d'éthanol à 95 %, 5 gouttes de phenolphthaleine et on neutralise la solution par K OH alcoolique 0,1 N

$$I,1 = \frac{5,61 \times V}{m}$$

V : volume en ml de K O H utilisé

m : masse en gramme de la prise d'essai

les résultats sont présentés dans le tableau N° 3.

Tableau N° 3 / Propriétés Chimiques

PROPRIÉTÉS CHIMIQUES	Valeurs Expérimentales
Miscibilité dans l'éthanol	(10 - 15 V) 13V
Indice d'acide	(1,4 ; 1,8) 1,6

Conclusion /

Les indices physico-chimiques évalués expérimentalement nous ont permis de caractériser l'essence d'Eucalyptus globulus. Cependant de telles propriétés ne peuvent à elles seules permettre un contrôle de la quantité, aussi est il nécessaire de leur faire subir d'autres analyses qualitatives et quantitatives que nous pouvons atteindre par chromatographie en phase gazeuse sur colonnes capillaires.

Caractéristique de certains étalons d'huile essentielle d'Eucalyptus
Globulus 38 TABLEAU N° 4/

Etalons	Densité 20c (d_{20}^{20})	Indice de réfraction à 20° c	Masse moleculaire
α - Pinène	0,856	1,466	136,24
Camphène	0,870	1,470	136,24
Δ^2 Carène	0,864	1,473	136,24
Phelland_ rène	0,838	1,471	136,24
B - Pinène	0,860	1,472	136,24
Limonène	0,842	1,473	136,24
P-Cymène	0,857	1,491	136,24
Aromadendrène	0,912	1,497	204,36
Caryophyllène	0,907	1,499	204,36
LINALOOL	0,862	1,462	154,24
Géraninol	0,880	1,477	154,24
Terpineol	0,934	1,483	154,24
Camp tre	0,990	1,460	154,24
Acetate de Géranyl	0,912	1,462	196,28
Eucalyptol	0,912	1,458	154,24

II - Analyse par chromatographie en phase gazeuse

II - 1 Appareillage utilisé

- \$ - Chromatographe type pye - Unicam série 304 chromatograph.
- \$ - Colonnes
- \$ - Délecteur à ionisation de flamme F I D
- \$ - Enregistreur et integrateur électronique type pye - unicam 4810

II - 2 Choix des conditions Opératoires.

Pour l'étude des huiles essentielles par la chromatographie en phase gazeuse se pose le problème du choix des conditions opératoires les plus adéquates.

Les huiles essentielles ont une constitution chimique complexe.

Les composés qui les constituent ont de volatilité, de polarité et de concentration différentes.

Le choix de la phase stationnaire est primordial, c'est le principal facteur intervenant dans la séparation et il dépend du mélange à analyser. En général, la polarité de la phase doit correspondre à celle des constituants de la substance. Pour un échantillon contenant des composés peu polaires, une phase non polaire est toute indiquée. Pour une fraction polaire, une phase polaire s'impose telle que la polyéthylène glycol (carbowax) notamment la P.E.G. 20 M. Au cours de notre étude deux types de colonnes ont été utilisées l'une P.E.G 20 M et l'autre OV. 101

Conditions d'utilisation colonne capillaire carbowax 20 M

- Colonne	- Colonne capillaire en silice fondue de 25 m de long, diamètre intérieur 0,32 mm diamètre extérieur 0,45 mm
- Phase stationnaire	- Polyéthylène glycol 20 M
- Gaz vecteur	- Helium
débit	1 30 ml/min
- Température de l'injecteur	200° C
- Température de la colonne	Programmation linéaire
- Température	300° C
- Début	50° C
- Fin	200° C
- Gradient de température	4° C/min
- Volume injecté	0,1 μ l
- Atténuation	64
- Vitesse du papier	0,5 cm/min
Sensibilité	10 ³

II - 3 - Analyse qualitative sur colonne capillaire P E G 20 M

L'objectif de la plupart des séparations est de fournir une analyse qualitative de l'échantillon.

Elle permet de déterminer le nombre et la nature des composants de l'échantillon.

Pour notre étude, nous avons utilisé

- Essai d'Identification à l'aide des substances étalons
- Essai d'Identification à l'aide des indices de rétention

II - 3 - 1 Essai d'Identification à l'aide des substances étalons

L'Identification a été réalisée en comparant les temps de rétention de chaque constituant dans des conditions opératoires bien déterminées.

Les différents pics identifiés par comparaison des temps de rétention sont donnés dans le tableau 5.

Tableau N° 5

Temps de rétention des étalons.

Constituants	temps de rétention	presence dans l'huile
α-Pinène	2,58	+
Comphène	2,83	-
Carène	3,36	-
Phellandrene	4,28	-
B - Pinène	3,21	-
Limonène	4,37	-
α-Terpinen	4,65	-
Eucalyptol	5,21	+
P-Cymen	6,39	+
Camphre	13,27	+
Linalool	13,88	-
Aromadendren	14,04	-
Bornéol	16,87	-
Terpineol	17,45	-
Caryophylène	16,06	+
Acétate de géranyl	18,68	-
Géraniol	21,52	+
Globulol	26,09	+

+ Composé identifié

- Composé non identifié.

Interprétation des résultats tableau 5

L'intégration effectuée sur le chromatogramme de l'huile essentielle révèle la présence d'une centaine de composés (voir chromatogramme N° 1) qui, nous le voyons ne sont pas simples à séparer. En fait une première comparaison de ce chromatogramme avec les résultats obtenus pour les substances étalons (tableau 5) nous montre la difficulté qui se pose pour l'identification, du fait de la présence du composé majeur l'Eucalyptol qui, par sa concentration importante empêche les composés voisins comme le phellandrène ($T_R = 4,28$), le limonène ($t_R = 4,37$) le α -terpinène ($t_R = 4,65$) de se séparer.

Par ailleurs, les composés les plus lourds déjà, en quantité nettement plus faible ne trouvent pas de conditions favorables de séparation quand ils sont présents dans le mélange complexe.

Toutes ces considérations nous ont donc poussé à proposer les méthodes de séparation qui nous permettrait d'améliorer l'analyse chromatographique.

II - 3 - 2 Essai d'identification à l'aide des indices de rétention

La série d'alcane injectée dans les mêmes conditions que l'huile essentielle nous a donné le chromatogramme N° Dont

l'explication, en utilisant la relation de vander dool (3a)

Pour les indices de rétention en programmation de température a donné les résultats regroupés dans le tableau N° 6 Nous rappelons que

$$I \text{ prog} = 100 Z + 100 \frac{T_{R,i} - T_{R,Z}}{T_{R,Z} + 1 - T_{R,Z}}$$

où $T_R = T_0 + r t_R$

avec T_0 : Température initiale (°c)

r : Gradient de température (°c/mm)

t_R : Temps de rétention (mn)

Pour les substances étalons les calculs des indices de rétention sont regroupés dans le tableau 7.

graphe n° 1

Variation des températures de rétention
en fonction de l'indice de rétention

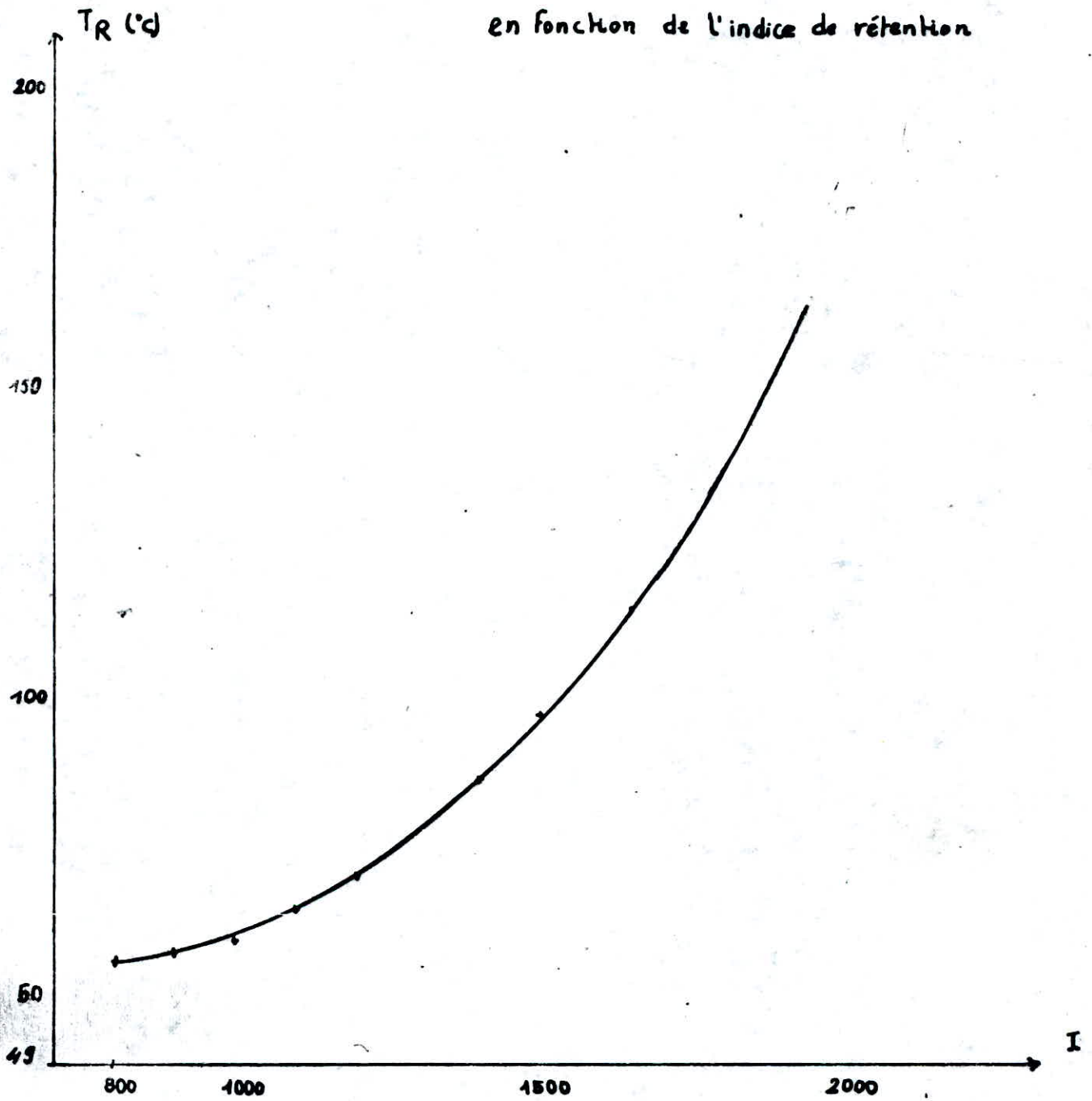


Tableau N° 6/

Nalcanes	t R (mn)	T a(°c)	Indice de rétention
C8	1,77	57,08	800
C9	1,94	57,76	900
C10	2,39	59,96	1000
C11	3,9	65,6	1100
C12	5,09	70,36	1200
C14	9,40	87,6	1400
C15	12,07	98,26	1500

Pour la détermination des indices de rétentions on trace $T = f(I)$, et par extrapolation de cette courbe, nous pouvons à partir de la température de rétention du composé fixer l'indice correspondant pour les n - alcanes figure n° 1

Tableau N° 7 Temps, température, indice de rétention des étalons.

Constituants	temps de rétention (mn)	température de rétention (°c)	I prog
α . Pinène	2,58	60,32	980
Camphène	2,83	61,32	1030
Carène	3,36	63,44	1070
Phellandrène	4,28	67,12	1160
B- Pinène	3,21	62,84	1050
Limonène	4,37	67,48	1170
α Terpinène	4,65	68,6	1180
Eucalyptol	5,21	70,84	1210
γ Terpinène	6,26	75,04	1270
ρ Cymène	6,39	75,56	1280
Linalool	13,88	105,52	1560
Aromadendrene	14,04	106,16	1565
Borneol	16,87	117,48	1635
Terpineol	17,45	119,8	1650
Acetate de Géranyl	18,68	124,72	1680
Géranol	21,52	136,08	1740
Globulol	26,09	154,36	1820
Camphre	13,27	103,08	1540
Caryophyllène	16,06	114,28	1610

III - Fractionnement de l'huile d'Eucalyptus globulus

En raison de la complexité, et de la concentration variables des divers constituants de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus, il semble difficile d'obtenir une analyse efficace des principaux composés sans avoir recours à des séparations préalables en plusieurs fractions.

III - 1 Distillation Fractionnée à Pression réduite

III - 1 - 1/e Montage réalisé (figure 1) est composé de :

- 1 - Chauffe ballon électrique avec régulateur de température
- 2 - Ballon rodé
- 3 - Colonne vigreux (longueur 20 cm, diamètre 1,0 cm)
- 4 - Thermomètre
- 5 - Réfrigérant
- 6 - Séparateur de pauly
- 7 - Vide assuré par une pompe à vide
- 8 - Ballons pour récupération de distillat
- 9 - Allonge coude

III - 1 - 2 Mode Opératoire

Nous avons soumis 20 gr d'huile essentielle à la distillation, pour cela une fois le montage de la figure 1 effectué, nous réalisons le vide de 25 mm de mercure à l'aide de la pompe à vide. Nous laissons les conditions (température, pression) s'équilibrer et nous chauffons progressivement afin de récupérer des fractions à des intervalles de températures aussi petits que possible.

Les résultats du fractionnement sont regroupés dans le Tableau N° 8/

Densité, Indice de réfraction et masses des fractions obtenues.

Fractions	Température (°c)	Masse (g)	% masse	Densité a 20	Indice réfraction
1	60 - 70°	4,7046	23,52	0,8802	1,4596
2	74 - 80°	1,506	7,53	0,8832	1,4590
3	78 - 82°	2,6019	13,31	0,8881	1,4588
4	82 - 83°	4,5417	22,71	0,8905	1,4586
5	84 - 92	2,0512	10,25	0,8920	1,4580
Resi du	-	3,0946	13,47	0,9337	1,4842

$$n_{20} = 1,4580$$

$$d_{20} = 0,9240$$

Il semble que les fractions obtenues leurs indices de réfraction se situent dans la tranche du cinéol.

Nous constatons aussi que les densités de cinq premières fractions sont pratiquement les mêmes. Par contre, celle du résidu est assez importante car elle est constituée des constituants lourds de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus.

III - 1 - 3 Analyse par chromatographie en phase gazeuse sur PEG 20 M
Tableau N° 9

Constituants	Fract 1	Fract 2	Fract 3	Fract 4	Fract 5	Résidu
α -Pinène	29,805	23,642	9,338	2,583	0,414	/
Camphène	0,238	/	/	/	/	/
Carène	/	/	/	/	/	/
Phellandrene	/	/	/	/	/	/
B-Pinène	/	/	/	/	/	/
Limonène	/	/	/	/	/	/
α -Terpinène	/	/	/	/	/	/
Eucalyptol	66,5	74,32	87,815	93,921	94,911	46,48
P-Cyène	/	/	1,305	1,641	1,852	1,143
Camphre	/	/	0,321	0,451	0,588	6,140
Linalool	/	/	/	/	/	1,518
Aromadendren	/	/	/	/	/	/
Boreneol	/	/	/	/	/	1,175
Terpineol	/	/	/	/	/	0,473
Caryophyllène	1,108	0,649	0,979	1,014	1,00	24,345
Acétate de	/	/	/	/	/	3,144
Géranyle						
Géranol	/	/	/	/	/	1,488
Globulol	/	/	/	/	/	0,609

IV - 1-3-1 Interpretation du tableau N° 9

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse des fractions de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus a permis de mettre en évidence de nouveaux constituants qui n'apparaissent pas lors de l'analyse chromatographique de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus.

Lors de l'analyse par chromatographie des fractions, nous remarquons que les composés comme bornéol, terpinéol, acétate de géranyle, géraniol et globulol n'apparaissent que dans les fractions lourdes. Les profils chromatographiques six fractions sont représentés sur les chromatogrammes 20 à 25.

IVI - 2 Fractionnement par chromatographie d'adsorption sur colonne

Afin d'améliorer la séparation des constituants de notre huile essentielle d'eucalyptus globulus, toutes les fractions obtenues par la distillation fractionnée à pression réduite seront fractionnées une autre fois par la chromatographie d'adsorption sur colonne.

Pour cela on réalise le montage fig (2)

III - 2 - 1 Appareillage /

- 1 - Reservoir
- 2 - Phase mobile
- 3 - Laine de verre
- 4 - Colonne
- 5 - Adsorbant ou la phase stationnaire (90% gel de silice + 10 % Ag N O₃)
- 6 - Tube à essai.

III - 2- 2 Technique de travail /

Préparation de la phase stationnaire la phase stationnaire est composée de gel de silice 60 Merck granulométrie (70 -230 mesh) de nitrate d'Argent. Elle est préparée comme suit.

Dans un ballon de 500 ml recouvert de papier d'Aluminium,

on met 100 g de silicagel Merck 60.

On prépare aussi dans un bûcher une solution aqueuse de 100 ml de nitrate d'argent à 10 % en masse .

On verse cette solution préparée dans le grand ballon. On élimine l'eau à l'aide d'un évaporateur rotatif.

III 2 -2-1 Préparation de la colonne/

La quantité de phase stationnaire doit être dans un rapport de 1/30 avec la quantité de substance engagée.

Le rapport entre la hauteur et le diamètre aux environs, de 30.

La hauteur de la phase stationnaire ne doit dépasser les 2/3 de la colonne.

La colonne est remplie d'éluant aux 3/4. On ajoute ensuite la phase stationnaire en laissant l'éluant s'écouler par robinet légèrement ouvert, simultanément, on agite ou on frappe la colonne à petits coups

A la fin de l'opération, le niveau de la phase stationnaire reste toujours inférieur à celui de l'éluant.

III 2-2-2 Charge du mélange à séparer

Le mélange est dissous dans un minimum de solvant, puis la solution est déposée avec précaution sur la colonne à l'aide d'une pipette.

Afin de permettre une bonne répartition, on laisse pénétrer la solution dans la phase stationnaire, puis on rince plusieurs fois la surface à l'aide de petites quantités d'éluant. La colonne est ensuite remplie d'éluant.

III - 2 - 2 - 3 Elution et collection des différents composants du mélange.

Pendant l'élution, il est impératif de ne pas laisser la phase stationnaire sécher. Le niveau de la phase mobile doit rester constamment au-dessus de la phase stationnaire, est pourquoi on remplace continuellement la phase mobile qui s'écoule à l'extrémité de la colonne par l'éluant frais.

On prend régulièrement des échantillons du liquide qui sort de la colonne et on porte sur une plaque de couche mince on sèche celle-ci et regarde si l'échantillon contient une substance.

Aussi longtemps qu'il n'ya pas de substance dans l'éluant, il n'ya aura pas de tache sur la plaque dès l'instant où on observe une tache, on recueille alors les fractions de grandeurs égale pendant toute la durée de l'élution. Les fractions identiques sont réunies et le solvant est évaporé.

Les substances incolores sont très difficilement observables, elles exigent différentes techniques de révélation dans notre cas on utilise comme révélation des taches les réactifs chimiques, à l'aide de ces réactifs chimiques, on peut modifier une substance incolore en une substance colorer.

Ceci est effectué par vaporisation d'un réactif spécifique(0,1 g de vaniline dissout dans 50 ml d'acide sulfurique concentré) sur la plaque.

Afin de changer la polarité d'Eluant, on a utilisé pendant toute l'élution un mélange d'hexane (apolaire) et d'Acetate d'ethyle(polaire) à différente proposition on resume toutes les proportions dans le tableau suivant.

HEXANE %	Acetate d'ethyle %
100	0
97	3
90	10
80	20
50	50

III - 2- 3 Analyse par chromatographie en phase gazeuse sur P E G 20 M

La fraction séparée est la fraction 4 obtenue par distillation nous resumons les résultats obtenus dans le tablequ N° 10

Constituants	F 4	F41	F42	F43	F 4 ⁴	F4 ⁵	F4 ⁶	F4 ⁷	F4 ⁹	F4 ¹⁰
α-Pinène		+	+	+	/	+	/	/	/	/
Camphnène		+	/	+	/	+	/	/	/	/
Carène		+	/	+	/	+	/	/	/	/
Phellandrene		+	+	+	/	/	+	+	/	/
B-Pinène		+	/	/	/	/	/	/	/	/
Limonène		/	/	/	/	/	/	/	/	/
α-Terpineol		/	/	/	/	/	/	/	/	/
Eucalyptol		+	+	/	+	+	+	/	/	/
Terpinen		/	/	/	+	+	/	/	/	/
P.Cymen		/	/	/	/	+	/	/	/	/
Camphre		/	/	/	/	+	+	+	+	+
Linalool		/	/	/	/	+	+	+	+	/
Aromadendren		/	/	/	/	/	/	+	+	/
Caryophyllene		/	/	/	/	+	+	+	+	+
Borneol		/	/	/	/	/	+	+	/	/
Terpineol		/	/	/	/	/	+	+	/	/
Geraniol		/	/	/	/	/	/	+	/	/
Globulol		/	/	/	/	/	/	/	/	/

F4 : Fraction obtenue par distillation fractionnée

F4i : Fractions obtenues par chromatographie d'adsorption sur colonne

+ : constituant identifié

- : non identifié.

III - 2-3-1 Interprétation Tableau N° 12

Les fractions obtenues par séparation chromatographique d'adsorption sur colonne sont soumises à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse, nous constatons que les constituants légers apparaissent dans les premières fractions c'est à dire les constituants les moins polaires mais par contre les constituants lourds et polaires apparaissent dans les dernières fractions.

De nouveaux composés sont apparus mais, vu que la gamme des étalons que nous disposons pour notre huile ne couvre pas les constituants de l'huile, ces composés se sont pas identifiés.

Donc pour une bonne identification des constituants de l'huile dans les fractions obtenues, il est préférable d'utiliser le procédé de couplage de la chromatographie en phase gazeuse avec la spectroscopie de masse.

Les chromatogrammes de ces fractions sont représentés sur les chromatogrammes de 26 à 34.

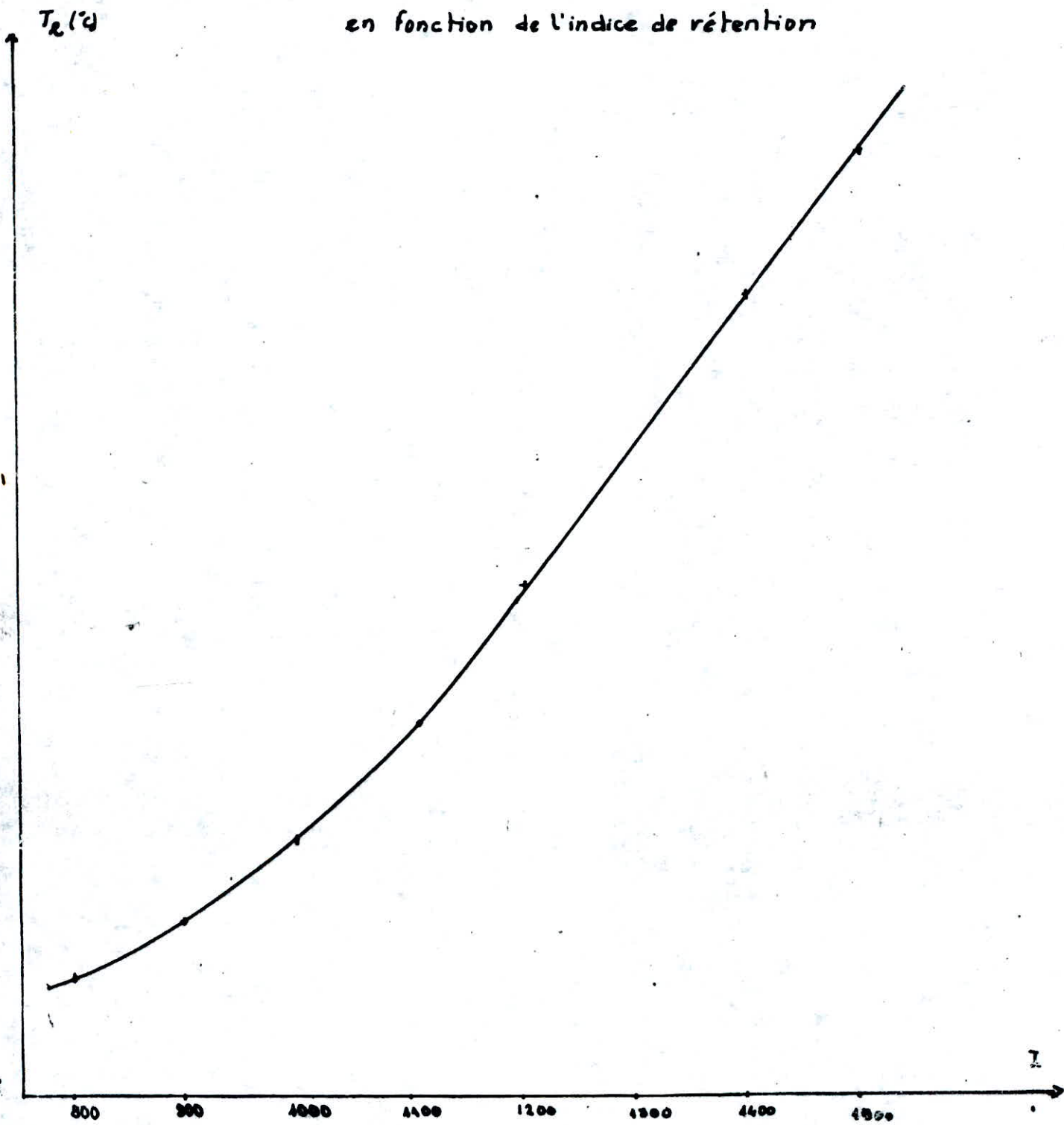
VI - Analyse qualitative sur colonne capillaire OV. 101

Nous avons effectué des analyses avec les mêmes constituants élués sur colonne capillaire OV.101 en programmation linéaire de température.

Caractéristiques de la colonne

- Colonne	Colonne capillaire en silice fondue de 25m de longueur, diamètre intérieur 0,22 mm diamètre extérieur 0,33 mm.
- Phase stationnaire	100 % Methyl silicone
- Gaz vecteur	Helium
Débit	30 ml/min
- Détecteur	
pression : Hydrogène	14 PSI
Pression Dir	7 PSI
Température	300°C
- Température de l'injecteur	200°C
- Température de la colonne	programmation linéaire

Variation des températures de rétention
en fonction de l'indice de rétention



début 70°C
Fin 200°C
Gradient de température 3°C/mn
- Volume injecté 0,1 µL
- Atténuation 64
- Sensibilité 100

Identification à l'aide des indices de rétention

Les résultats obtenus sont rassemblés dans les tableaux 11, 12 et 13

Tableau N° 11/

Température et indice de rétention des hydrocarbures de références.

n alcanes	t _R (mn)	T _R (°C)	Indice de rétention
n-C8	3,58	80,74	800
n-C 9	5,13	85,39	900
n-C 10	7,62	92,86	1000
n-C 11	11,09	103,27	1100
n-C12	15,22	115,66	1200
n-C14	23,82	141,46	1400
n-C15	27,97	153,97	1500

A l'aide des valeurs du tableau N° 11 nous avons également calculé les indices de rétention des étalons.

Tableau N° 12 /

Indices de rétention des étalons flués sur colonne capillaire OV.101

Constituants	temps de rétention (mn)	Température de rétention	I Prog
α - Pinène	5,88	87,64	922
Camphène	6,28	88,84	935
Carène	8,18	94,54	1030
β - Pinène	7,27	91,81	980
Limonène	8,87	96,61	1060
α Terpinen	8,29	94,87	1020
Eucalyptol	8,80	96,40	1055
γ . Terpinen	9,82	99,46	1070
P-Cymen	8,60	95,80	1030
Linalhol	11,38	104,14	1110
Aromadendren	25,32	145,96	1435
Terpineol	15,19	115,57	1205
Terneol	13,01	109,03	1152
Acétate de Géranyle	19,14	127,42	1294
Géraniol	17,22	121,66	1251
Globulol	30,43	161,29	1545

Tableau N° 13/

Tableau récapitulatif des résultats obtenus.

Constituants	Composé identifié sur colonne capillaire PEG 20M	Composé identifié sur colonne capillaire OV.101
α -Pinène	+	+
Camphène	+	+
δ^2 -Carène	+	+
Phellandrène	+	/
β -Pinène	+	+
Limonène	*	*
α -Terpinen	/	/
Eucalyptol	+	+
γ -Terpinen	+	/
P-Cymen	+	/
Camphre	+	+
Linalool	+	/
Aromadendren	+	+
Car g phylène	*	*
Terneol	+	+
Terpineol	+	+
Acetate de géranyllic	+	+
Geraniol	+	+
Globulol	+	+

+ Composé Identifié

* Composé existe en grande quantité mais non certifié

/ Composé non Identifié.

D'après le tableau 13, nous avons pu identifier 18 Constituants de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus. Cette identification est confirmée par la comparaison des résultats obtenus sur deux types de colonnes.

Le tableau N°14 représente la comparaison des huiles essentielles d'Eucalyptus globulus de différents pays. Les croix (+) indiquant que les constituants sont décelés mais ne précisant pas le pourcentage nous constatons que notre huile se rapproche plus celle d'Espagne de par le grand nombre de constituants en commun.

Ce qui confirme que la qualité d'une huile dépend de son lieu d'origine, de l'humidité de l'année et de la nature du sol.

Etude comparative de notre huile avec les huiles essentielles d'Eucalyptus globulus de divers pays.

Constituants	d'huile à % (3) Espagne	d'huile du Maroc (3V) 10	huile d' Amérique (4I)	Valeur Expérimentale
Valéraldéhyde	0,4	-	-	-
Pinène	14,4	12,13	-	10,775
Camphène	0,4	0,17	-	+
B-Pinène	0,3	0,11	+	0,122
B-Menthane	-	-	-	-
Carène	-	0,08	-	0,37
Myrcène	0,4	-	-	-
phellandrene	0,3	-	+	+
B-Terpinène	-	0,70	-	0,092
Terpinène	-	-	+	-
Limonène	2,7	2,16	-	-
1.8 Cinéole	71,3	59,66	+	78,44
P-Cymène	1,8	1,59	-	-
Penchone	-	-	-	-
Terpiolène	0,1	-	-	-
Pinène epoxyde	0,3	-	-	-
thajone	-	-	-	-
linabol	0,1	0,08	+	0,188
Camphre	-	-	-	1,225
PIPERITONES	-	-	+	-
Burnéol	-	-	+	0,406
TerpinèneH. ol4	-	0,20	+	-
Pinicevone	1,0	-	-	-
Carvone	-	0,21	-	-
Terpineol	0,3	1,03	-	0,372
Bunolde t, de	0,1	-	-	-
Terpénolacétone	0,7	0,5	-	-
Citral	-	-	-	-
cis-carvicol	0,3	-	-	-

.../...

Constituants	d'huile 3% V d'Espagne	d'huile du Maroc(V)40	huile Amériq. 4I	valeur Expérimentale
Géranol	-	-	-	0,257
Aromadendren	I,I	6,39	+	0,197
Cadienne	-	-	-	-
Acétate de géranyl	-	0,II	-	0,372
Globulol	-	6,34	+	0,087

CONCLUSION

Conclusion/

L'étude analytique de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus nous a amené à déterminer par la chromatographie en phase gazeuse les conditions opératoires optimales donnant une bonne séparation des constituants :
pour cela une étude comparative et complémentaire est menée entre deux colonnes capillaires de polarités différentes (carbowax 20 M, OV 100).

Pour l'analyse qualitative de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus, nous avons utilisé les indices de rétention de van der Boel. Nos résultats obtenus peuvent contribuer à l'étude analytique d'autres huiles essentielles ^{renferment} ~~renferment~~ les mêmes constituants que notre huile essentielles.

Le fractionnement par distillation et par la chromatographie d'adsorption sur colonne a permis l'identification de composé légers ainsi que d'isoler certains composés comme le 1,8 cinéol et caryophellène.

En fin, vu la gamme d'étalon que nous disposons, ne couvre pas tous les constituants de notre huile essentielle, c'est pourquoi, pour compléter l'identification, il est conseillé d'utiliser les procédés de couplage de la chromatographie en phase gazeuse avec d'autres méthodes tels que le couplage G.C.S.M.

B I B L I O G R A P H I E
#####

Bibliographie/

- 1 - ALLINGER- CAVA - JOHNSON.
Chimie organique, tome 3. Ed. Mac graw hill, 1983
- 2 - M. ROSSET. Manuel pratique de la chromatographie en phase
liquide Ed Masson et Cie . 1982
- 3 - G. DJEGHERI
Contribution à l'étude des huiles essentielles, INA, Alger
1975.
- 4 - CHANG BROBST J.AM. Oil chemists soc.
35, P.671, 1961.
- 5 - GJ DICKES. PWNICHOLAS
Gas chromatographie in food analysis Ed. Butter worth, ltd, 1976
- 6 - R. DELANGER
Essences naturelles et parfums Ed. Armond dollin 1930
- 7 - B GILDEMESES et FRIOPMANN
les huiles essentielles, tome 3 Ed. J.B. Baillièrre et Fils, 1912
- 8 - J. Perrot
Matières premières usuelles du règne végétale
Ed. Masson et Cie, 1943-1944
- 9 - QUENTHERE THE Essential oils vol 1 - 6
Van nostrand 1948 - 1952
- 10 - P DURA FFOURD
Les huiles essentielles et la santé
Ed; la maison du Bien - 2 tre, 1987
- 11 - J.P DURVELLE
Fabrication des essences et des parfums
Ed librairie centrale des sciences, 1930

- 12 - A SEIGUE
La forêt Circumné diterranéene et ses problèmes
Ed. Maisonneur et Larose, 1985
- 13 - N- LEPREVCH - BELAROUCT
Les reboisements en Algérie et leurs perspectives d'avenir
thèse de docteur sciences Agronomique, Gembloux, Belgique
(1961)
- 14 - ECOENTHIER, THE essential oil tome IV
Ed R.E. KRIEGER (1972)
- 15 - T,R NAVES " Qu'est ce qu'une huile essentielle"
Industrie chimique Belge, 11(1964) par F cosm, savons 9,200
(1966).
- 16 - J. Canero, Riv Ital.E P P.O.S. 58, 105 (1976)
- 17 - Norme AFNOR
Huile essentielle d'Eucalyptus globulus
N.F.I. 75 - 404, Juin (1982)
- 18 - Dr Brian M Lawrence R.J. Reynolds
progressin Essential oils
vol. 11, decem~~ber~~ 1986/Janvier (1987)
- 19 - P. BASSIRI.
Introduction à l'étude des parfums
Ed Masson et Cie (1960)
- 20 - M.P. OTTO
L'industrie des parfums Ed. Dunod, 1924
- 21 - G ATTERMANN
Mannuel pratique de chimie organique E;D Dunod Paris (1946).
- 22 - N. Chavanne A Iullien
chimie organique experimentale
Ed BELIN Canada (1986)
- 23 - n VAN. WINKLE
Distillation Ed. Mac. Craw hill, (1967)

- 24 - R.YOBE
Pratique de la chromatographie liquide ed technique et
documentation, (1980)
- 25 - D -R BROWINC
Chromatographie Ed Masson et Cie, 1971
- 26 - Technique de l'ingénieur
Séparation chimique
chromatographie liquide -solide
P.1455, 1-3 Strasbourg (1982)
- 27 - JM BOBETT
Introduction à la chromatographie
Ed Gauthier - villars, 1972
- 28 - BERTHILLER
La chromatographie et ses applications
Ed. Danod 1972.
- 29 - J TRANCHAMP
Manuel pratique de la chromatographie en phase gazeuse
Ed Masson et Cie 1968.
- 30 - J. KRUPCİK, D.REPKA, T.HOVBSI, USE OF "KOVATS" retention
indice for caractérising soluts in complex samples,
séparated by linéar temperature - programmed capillary gaz -
liquide chromatograpy. Journal of, chromatography, vol 406
ER. Elsevier science publishers, B.V.
Amsterdam, october,2,1987
- 31 - ORO,J.HICHER,D.W et WIKSBERG, S.A.J
Gas chromat, 2,105,1965.
- 32 - Denges
Guide pratique du laboratoire de chimie
4 méthodes d'analyse
Edition DELTA et SPES CH - 1026, (1984)

- 33 - Huile essentielle détermination de la densité relative à 20°C NF T75- 111 Juin 1982.
- 34 - Huile essentielle, détermination de l'indice de réfraction NFF - 75 - 112 - Août 1982.
- 35 - Huile essentielle, détermination du pouvoir rotatoire NF.T. 75 - 113 Juin 1982.
- 36 - Man s H. Boc l n s.
Essential oils and Aroma chemicals from Eucalyptus globulus labl
VO9 - December 1984.
- 37 - Huile essentielle miscibilité dans l'éthanal.
N.F. T. 75 - 101 Août 1982.
- 38 - Huile essentielle détermination de l'indice d'acide
N.F. T 75 - 103 Juin 1982.
- 39 - GARCIA - MARTIN and M.C. GARCIA - VALLEJO
Comparative study of spanish essential oil of Eucalyptus globulus and some others Essences that could be used for the same Industrial purpose
- 40 - R. CHEMOURS
Contribution à la connaissance de l'huile essentielle d'Eucalyptus globulus cultivé au Maroc thèse de magister, décembre 1975.
- 41 - H. NISHIMURA and M. CALVIN essential oil of Eucalyptus globulus in californin Ed. Agriculture Food chemical, vol n, 2 , 1979.

A N N E X E

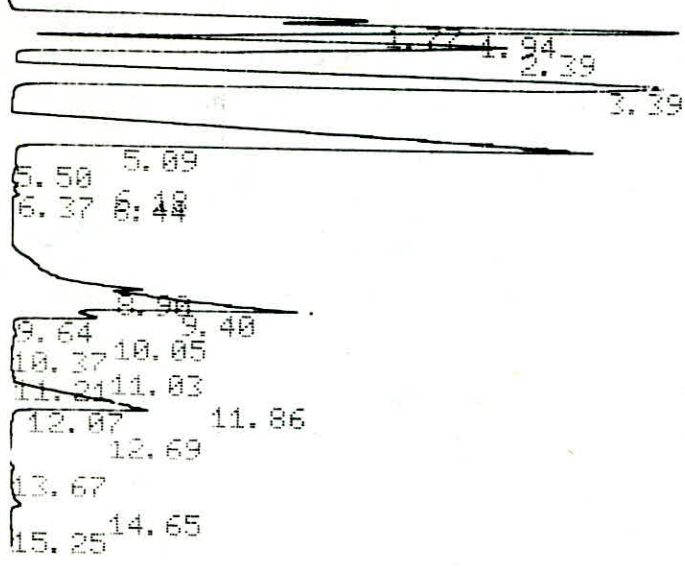
C H R O M A T O G R A M M E S O B T E N U S
A P A R T I R D E L A C O L O N N E C A P I L L A I R E P . E . G 2 0 . M

L:
PT= 12.

C8-C15

0

CHANNEL A INJECT 01/06/90 10:39:02



01/06/90 10:39:02 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

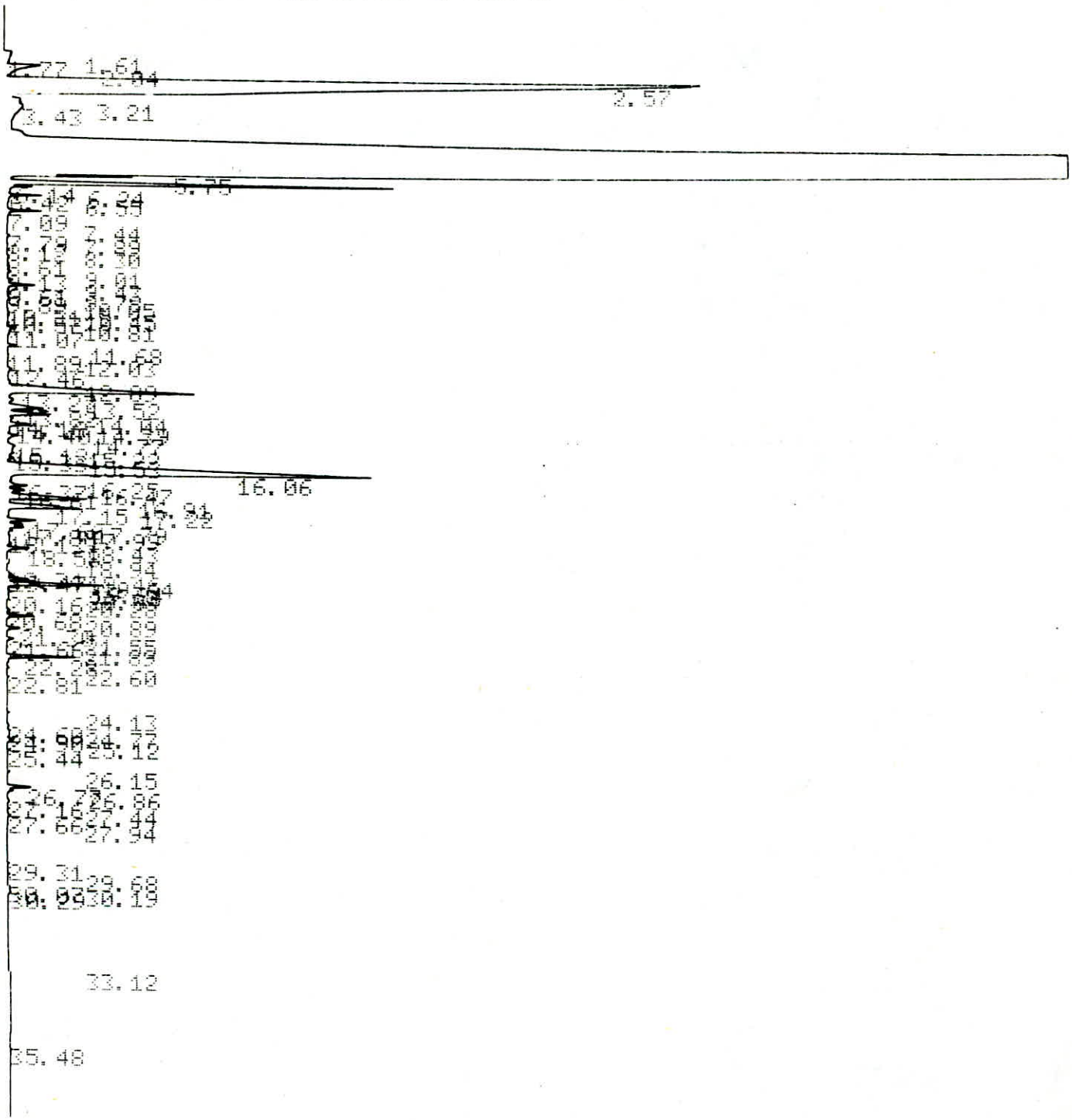
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	4.767	1.77	134118	02
2	15.427	1.94	434018	02
3	12.901	2.39	362973	02
4	21.538	3.39	605955	02
5	24.759	5.09	696583	03
6	0.048	5.5	1353	01
7	0.06	6.18	1680	02
8	0.053	6.37	1485	02
9	0.041	6.44	1156	03
10	4.554	8.9	128129	02
11	9.009	9.4	253473	02
12	1.361	9.64	38286	02
13	0.122	10.05	3426	02
14	0.012	10.37	337	03
15	0.015	11.03	424	02
16	0.029	11.21	819	02
17	2.419	11.86	68069	02
18	2.516	12.07	70796	03
19	0.006	12.69	166	01
20	0.063	13.67	1760	01
21	0.29	14.65	8168	01
22	0.01	15.25	273	01

TOTAL 100. . 2813447

huitte essenkelle d'Eucoyphu
globulus 1

999 999 999 999 999PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT: 10/05/90 17:03:48



PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.003	1.58	215	02
2	0.013	1.78	995	02
3	0.264	2.04	20833	02
4	10.775	2.58	850758	02
5	0.122	3.23	9610	02
6	0.37	3.41	29247	02
7	78.744	5.78	6217333	02
8	1.393	6.15	109962	02
9	0.046	6.25	3599	02
10	0.009	6.43	736	02
11	0.092	6.56	7242	02
12	0.096	7.09	7543	02
13	0.005	7.44	375	03
14	0.005	7.8	382	02
15	0.004	7.89	310	03
16	0.005	8.12	432	01
17	0.004	8.3	307	02
18	0.016	8.61	1233	02
19	0.014	9.01	1072	02
20	0.017	9.13	1349	02
21	0.023	9.43	1807	02
22	0.093	9.61	7331	02
23	0.003	9.78	262	02
24	0.004	9.89	333	02
25	0.016	10.05	1286	02
26	0.005	10.2	420	02
27	0.005	10.44	427	02
28	0.009	10.57	707	02
29	0.007	10.81	517	02
30	0.001	10.9	58	02
31	0.05	11.06	3926	02
32	0.008	11.42	652	02
33	0.031	11.67	2451	02
34	0.008	11.89	667	03
35	0.014	12.46	1097	01
36	0.01	12.89	801	02
37	1.225	13.27	96694	08
38	0.026	13.51	2074	06
39	0.188	13.82	14881	06
40	0.197	14.06	15592	06
41	0.018	14.16	1450	06
42	0.003	14.26	223	06
43	0.097	14.39	7628	07
44	0.039	14.76	3092	01
45	0.058	15.13	4577	02
46	0.034	15.32	2657	02
47	0.021	15.53	1649	02
48	3.491	16.06	275620	08
49	0.003	16.25	225	05
50	0.008	16.37	645	06
51	0.058	16.47	4575	06
52	0.067	16.62	5284	06
53	0.406	16.91	32086	06
54	0.374	17.22	29517	07

57	0.051	17.88	4055 02
58	0.012	17.99	983 03
59	0.003	18.13	198 01
60	0.008	18.43	642 02
61	0.075	18.58	5882 03
62	0.002	18.94	181 01
63	0.016	19.46	1269 02
64	0.07	19.64	5501 02
65	0.372	19.84	29362 03
66	0.011	20.04	894 02
67	0.003	20.16	271 03
68	0.001	20.27	105 01
69	0.014	20.67	1089 02
70	0.082	20.89	6498 03
71	0.046	21.3	3659 01
72	0.025	21.66	1963 01
73	0.001	21.89	109 01
74	0.237	22.27	18746 02
75	0.007	22.59	534 02
76	0.009	22.81	710 03
77	0.001	23.83	86 01
78	0.004	24.13	315 01
79	0.006	24.6	440 01
80	0.004	24.77	283 02
81	0.001	24.89	97 03
82	0.025	25.12	1936 01
83	0.003	25.43	250 01
84	0.005	26.15	391 01
85	0.087	26.76	6849 02
86	0.014	26.86	1082 03
87	0.004	27.15	338 01
88	0.003	27.43	200 01
89	0.007	27.65	566 02
90	0.003	27.93	247 03
91	0.003	29.3	276 01
92	0.003	29.68	259 01
93	0.002	30.06	190 02
94	0.004	30.19	295 02
95	0.011	30.29	883 03
96	0.008	31.93	602 01
97	0.003	33.11	242 01
98	0.001	34.31	95 01
99	0.015	35.61	1222 01

TOTAL 100. 7895645

CHANNEL A

INJECT

03:39:44

Camphen 4

1.87	2.00				1.38
		2.18	2.23		
				2.83	
3.25	3.32				
4.27	4.38				

INPUT OVERRANGE AT RT= 3.12

03:39:44

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 7 INDEX 7

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	14.164	1.38	11998504	02
2	0.056	1.87	47802	02
3	0.033	2.	27724	02
4	0.802	2.18	679745	02
5	0.242	2.23	204663	02
6	0.546	2.23	462158	02
7	0.532	2.33	450891	02
8	83.375	2.83	70627748	02
9	0.033	3.17	27674	02
10	0.011	3.25	9294	02
11	0.01	3.32	8488	02
12	0.015	3.48	12309	02
13	0.004	3.52	3066	02
14	0.039	3.65	32628	02
15	0.03	3.78	25601	03
16	0.071	4.07	59868	02
17	0.009	4.12	7614	02
18	0.022	4.27	18784	02
19	0.008	4.38	6730	03

TOTAL 100 04711004

PT= 13.

Phelandren 5

CHANNEL A

INJECT

03:21:41

1.39
 1.68
 2.06
 2.23
 2.34
 2.73
 2.85
 3.1
 3.33
 4.28
 4.41
 4.48
 4.87
 5.01
 5.39
 5.64
 5.83
 5.89
 5.99
 6.15

4.28

INPUT OVERRANGE AT RT= 4.28

03:21:41

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.301	1.39	180728	02
2	0.029	1.68	17367	02
3	0.002	2.06	1162	02
4	0.006	2.23	3844	02
5	0.058	2.34	34955	02
6	0.	2.73	224	02
7	0.002	2.85	1214	02
8	0.001	3.1	314	03
9	0.011	3.33	6466	02
10	96.164	4.28	57690771	02
11	0.185	4.35	110718	02
12	0.029	4.41	17387	02
13	0.206	4.48	123304	08
14	0.001	4.79	441	06
15	0.015	4.87	9029	06
16	0.002	5.01	1207	07
17	2.984	5.39	1790251	08
18	0.001	5.64	546	05
19	0.	5.83	245	02
20	0.001	5.89	517	02
21	0.001	5.89	427	03
22	0.	5.99	90	01
23	0.001	6.15	868	01

TOTAL 100. 59992075

CHANNEL A INJECT 01/06/90 10:16:19

Limonene 7

2.68
3.05
3.69
4.37
5.42

01/06/90 10:16:19

CH= "R" PS= 1.

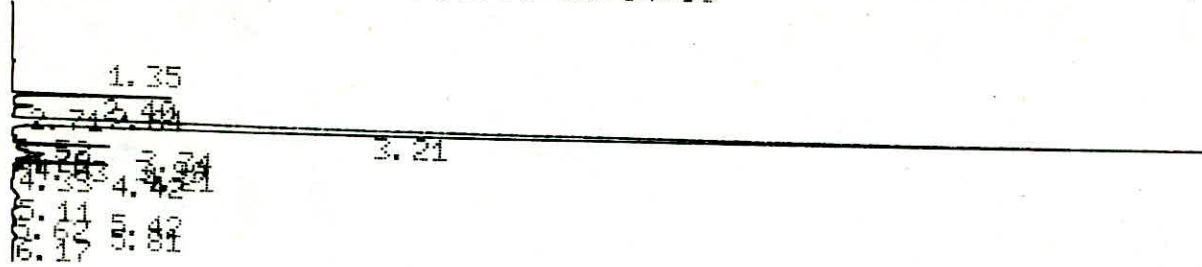
FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	7.43	2.68	24750	02
2	0.839	3.05	2796	03
3	0.063	3.69	210	02
4	91.518	4.37	304849	03
5	0.149	5.42	497	01

TOTAL 100. 333102

CHANNEL A INJECT 01/06/90 10:04:58

B-pinene 8



01/06/90 10:04:58 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 3. INDEX 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.216	1.35	816	01
2	4.166	2.4	15719	01
3	0.041	2.64	156	02
4	0.744	2.71	2808	03
5	83.309	3.21	314329	01
6	0.128	3.52	483	01
7	2.377	3.74	8968	02
8	0.102	3.79	384	02
9	2.262	3.99	8533	02
10	1.362	4.03	5137	02
11	2.846	4.21	10738	08
12	0.251	4.33	946	06
13	0.144	4.42	544	07
14	0.986	5.11	3721	02
15	0.225	5.42	849	03
16	0.023	5.62	88	01
17	0.199	5.81	749	02
18	0.619	6.17	2335	03

TOTAL 100. 377303

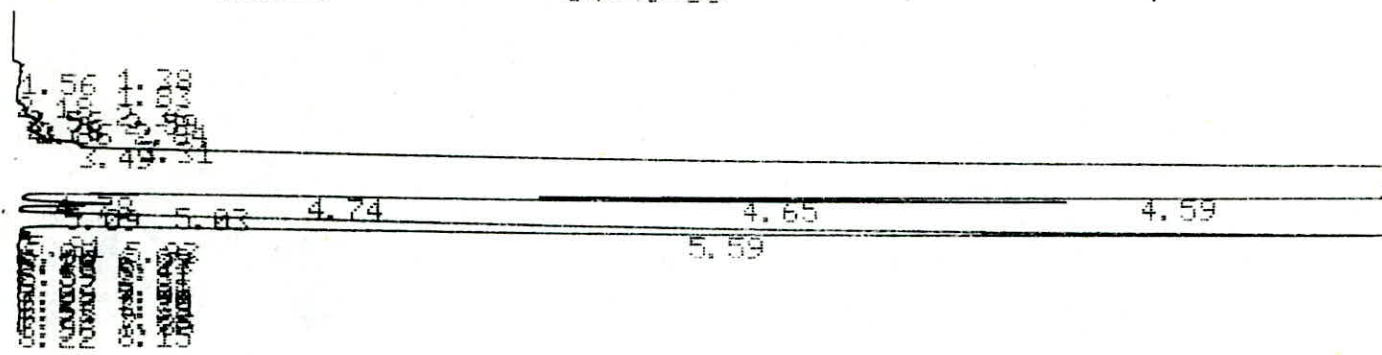
PT= 12.

CHANNEL A

INJECT

04:49:35

α-terpinen 9



04:49:35

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 9 INDEX 9

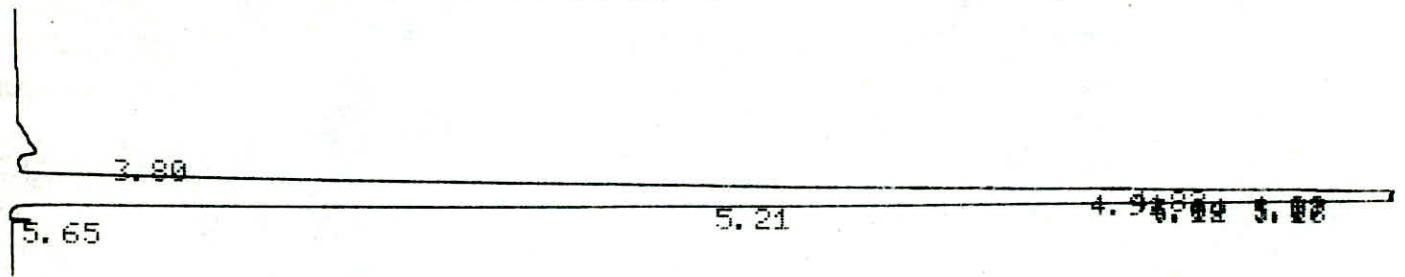
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.028	1.38	19729	02
2	0.026	1.56	18693	02
3	0.021	1.83	14662	02
4	0.002	2.18	1356	02
5	0.003	2.36	1896	02
6	0.041	2.56	29135	02
7	0.035	2.59	24717	02
8	0.024	2.76	16875	02
9	0.047	2.84	33619	02
10	0.141	2.86	100656	02
11	0.145	3.31	103736	02
12	0.214	3.49	152664	02
13	87.66	4.59	62595354	02
14	2.797	4.65	1997454	02
15	1.446	4.74	1032817	02
16	0.111	4.78	78954	02
17	0.162	5.03	115584	02
18	0.098	5.09	69886	02
19	6.943	5.59	4957789	08
20	0.015	5.81	10530	05
21	0.015	5.93	10793	06
22	0.	6.	247	07
23	0.	6.09	195	05
24	0.	6.16	81	06
25	0.001	6.23	817	06
26	0.001	6.28	696	06
27	0.	6.41	165	07
28	0.005	6.59	3746	05
29	0.	6.81	338	02
30	0.001	6.87	655	02
31	0.002	7.	1204	02
32	0.001	7.08	502	02
33	0.	7.2	118	02
34	0.002	7.27	1520	02
35	0.	7.39	289	02

1000 1000 1001 1002 1003 1002 1002 1002 1001 1000 1001 1001
 1001 1001 1001 1000PT EVAL:

PT= 108.

4.0 Cinesc 10

CHANNEL A INJECT 01/06/90 10:26:48



01/06/90 10:26:48 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 5 INDEX 5

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.312	3.8	7180	01
2	28.175	4.82	647852	02
3	11.12	4.91	255686	02
4	13.485	4.99	310067	02
5	8.996	5.04	206844	02
6	8.109	5.07	186454	02
7	10.302	5.12	236883	02
8	6.874	5.16	158054	02
9	12.538	5.21	288296	03
10	0.09	5.65	2074	01
TOTAL	100.		2299390	

007

1.541:37
1:00

2.51
27 3.05

3.05
3.27 3.87

3.87
3.91 3.98

3.98
4.04 4.1

4.1
4.17 4.25

4.25
4.29 4.32

4.32
4.38 4.41

4.41
4.44 4.86

4.86
4.97 5.05

5.05
5.08 5.13

5.13
5.17 5.22

5.22
5.32 6.11

6.11
6.15 6.23

6.23
6.26 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.36
6.36 6.36

6.26

6.15 6.23

6.15 6.23

05/06/90 09:34:24 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.004	1.37	3224	02
2	0.021	1.54	17953	02
3	0.004	1.8	3288	03
4	0.014	2.51	11639	02
5	0.002	3.05	1708	02
6	0.01	3.27	8719	02
7	0.008	3.6	6882	02
8	0.026	3.87	22239	02
9	0.013	3.91	10710	02
10	0.028	3.98	23959	02
11	0.017	4.04	14495	02
12	0.039	4.1	32975	02
13	0.007	4.17	5816	02
14	0.005	4.17	4511	02
15	0.012	4.19	10314	02
16	0.021	4.25	17570	02
17	0.011	4.29	9241	02
18	0.015	4.32	12611	02
19	0.025	4.38	21172	02
20	0.01	4.41	8463	02
21	0.015	4.44	12966	02
22	5.168	4.86	4412051	02
23	3.96	4.97	3380957	02
24	2.84	5.05	2424985	02
25	1.352	5.08	1154698	02
26	2.402	5.13	2051145	02
27	1.38	5.17	1177841	02
28	2.126	5.22	1814784	02
29	5.781	5.32	4935222	02
30	72.352	6.11	61771693	02
31	0.853	6.15	728498	02
32	0.97	6.23	828438	02
33	0.349	6.26	298287	08
34	0.018	6.36	15729	05

P. cymen 12

5.48 5.52

45

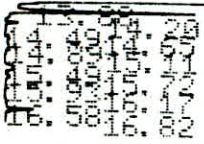
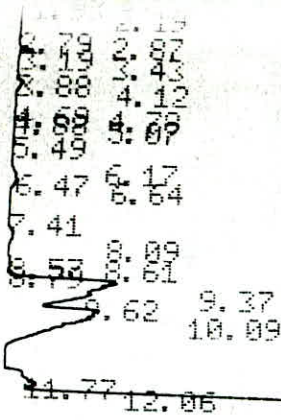
6.39

01:08:19

CH= "R" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.122	1.4	97575	02
2	0.062	1.57	49682	02
3	0.088	1.69	70124	02
4	0.007	2.06	5230	02
5	0.038	2.21	30157	02
6	0.092	2.32	73599	02
7	0.088	2.47	70560	02
8	0.055	2.65	43546	02
9	0.01	2.8	8107	02
10	0.051	2.81	40605	02
11	0.018	3.11	14649	02
12	0.02	3.22	15859	02
13	0.012	3.32	9718	02
14	0.012	3.4	9507	02
15	0.039	3.68	31425	02
16	0.08	3.79	64038	02
17	0.057	3.86	45223	02
18	0.016	3.93	12546	02
19	0.035	3.95	27994	02
20	0.171	4.12	136331	02
21	0.131	4.18	104278	02
22	0.041	4.21	32688	02
23	0.119	4.26	94613	02
24	0.074	4.31	58783	02
25	0.016	4.33	12388	02
26	0.05	4.35	40096	02
27	0.103	4.37	82376	02
28	0.1	4.43	79877	02
29	0.068	4.47	54025	02
30	0.079	4.52	62672	02
31	0.102	4.57	81130	02
32	0.081	4.65	64605	02
33	0.043	4.67	33934	02
34	0.077	4.72	61033	02
35	0.06	4.74	47741	02
36	0.07	4.8	55842	02
37	0.086	4.83	68410	02
38	0.104	4.88	82898	02
39	8.333	5.4	6646615	02
40	5.321	5.52	4243817	02
41	2.544	5.56	2029499	02
42	80.052	6.39	63849726	02

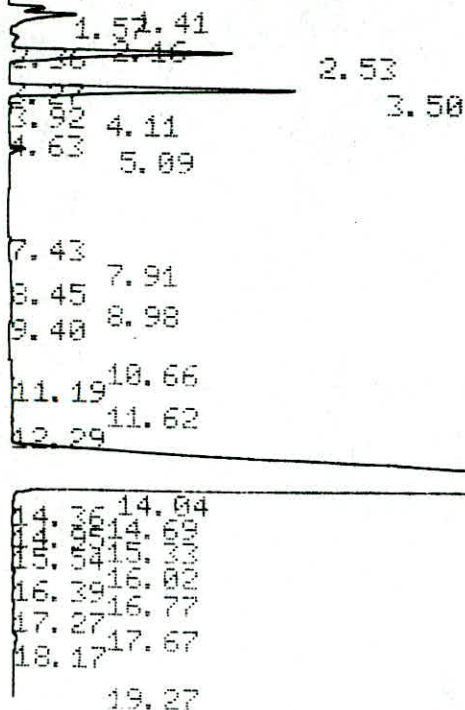


00:42:16 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 2 INDEX 2

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.009	1.41	5138	02
2	0.07	1.58	41163	02
3	0.055	1.66	32188	02
4	0.078	1.93	46043	02
5	0.008	2.19	4405	03
6	0.	2.79	59	02
7	0.001	2.87	846	03
8	0.023	3.19	13411	02
9	0.002	3.43	1459	03
10	0.011	3.88	6641	02
11	0.055	4.12	32362	02
12	0.007	4.69	4004	02
13	0.001	4.78	830	02
14	0.003	4.88	1638	02
15	0.004	5.07	2378	03
16	0.001	5.49	749	01
17	0.004	6.17	2193	02
18	0.058	6.47	34141	02
19	0.067	6.64	39624	03
20	0.005	7.41	3226	02
21	0.092	8.09	54029	02
22	0.019	8.57	11191	02
23	0.018	8.61	10662	02
24	0.03	8.79	17424	02
25	1.398	9.37	820919	02
26	0.902	9.62	529350	02
27	2.062	10.09	1210718	02
28	0.115	11.77	67761	02
29	0.304	12.06	178528	02
30	93.852	13.88	55106316	02
31	0.449	14.2	263639	02

Aromadendren 14



04:19:59

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.567	1.41	82260	02
2	1.589	1.57	230509	02
3	0.187	2.16	27178	02
4	0.023	2.36	3297	02
5	5.52	2.53	800667	03
6	0.005	3.27	775	02
7	6.507	3.5	943865	02
8	0.05	3.92	7228	02
9	0.034	4.11	4967	03
10	0.003	4.63	383	01
11	0.301	5.09	43642	01
12	0.002	7.43	297	01
13	0.004	7.91	532	02
14	0.017	8.45	2402	02
15	0.01	8.98	1455	02
16	0.01	9.4	1423	03
17	0.001	10.66	180	01
18	0.026	11.19	3703	01
19	0.011	11.62	1651	02
20	0.054	12.29	7782	02
21	84.303	14.04	12228311	02
22	0.076	14.36	11001	02

10.01 9.52
 11.17 10.81
 12.29 11.69
 13.06 12.79
 13.77 13.35
 14.60 13.89
 15.29 14.95

16.87

INPUT OVERRANGE AT RT= 1.53

05:34:53 CH="A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	82.148	1.51	46010946	02
2	0.006	2.08	3303	02
3	0.047	2.21	26297	02
4	0.019	2.48	10605	02
5	0.006	2.63	3470	02
6	0.05	2.82	28255	02
7	0.014	3.25	7985	02
8	0.019	3.44	10559	02
9	0.102	3.64	57116	02
10	0.152	3.9	85019	02
11	0.154	4.12	86473	02
12	0.02	4.63	11004	02
13	0.	4.92	249	02
14	0.064	5.08	35950	03
15	0.	5.72	193	01
16	0.01	8.17	5635	01
17	0.001	9.52	494	01
18	0.001	10.01	832	01
19	0.025	10.81	14234	02
20	0.009	11.17	5124	03
21	0.017	11.69	9336	02
22	0.003	12.29	1693	03
23	0.002	12.79	978	02
24	0.027	13.06	15364	02
25	0.007	13.35	3847	02
26	0.008	13.77	4393	02
27	0.004	13.89	2138	03
28	0.001	14.6	705	02
29	0.001	14.95	779	02
30	0.189	15.29	106063	02
31	16.892	16.87	9461032	03
TOTAL	100.		56010151	

8.79
 9.49
 10.62 10.33
 11.46
 12.29 12.54
 13.09 13.12
 13.63
 14.85
 15.56
 16.09
 17.45
 18.53
 19.57
 20.33
 20.76 20.98
 21.24

01:25:57 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.301	0.54	99897	02
2	0.158	0.69	52604	02
3	0.849	1.05	281998	03
4	0.123	3.9	40734	02
5	0.056	4.1	18648	03
6	0.752	5.09	249852	01
7	0.097	8.79	32131	01
8	0.043	9.49	14260	01
9	0.055	10.33	18196	02
10	0.069	10.62	22866	03
11	0.087	11.46	29025	01
12	0.019	12.29	6188	02
13	0.014	12.54	4711	03
14	0.866	13.09	287681	02
15	1.318	13.12	437756	03
16	0.636	13.63	211240	01
17	6.778	14.85	2252111	01
18	2.673	15.56	888207	02
19	1.486	15.75	493856	02
20	0.815	16.09	270946	02
21	65.949	17.45	21911470	02
22	2.682	17.91	890964	02
23	2.48	18.53	823858	02
24	0.027	18.82	9044	02
25	9.551	19.57	3173166	02
26	0.056	19.94	18772	02
27	0.077	20.33	25727	02
28	1.916	20.76	636552	02
29	0.047	20.98	15749	02
30	0.02	21.24	6580	03

TOTAL 100. 33224789

PT= 32.

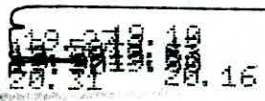
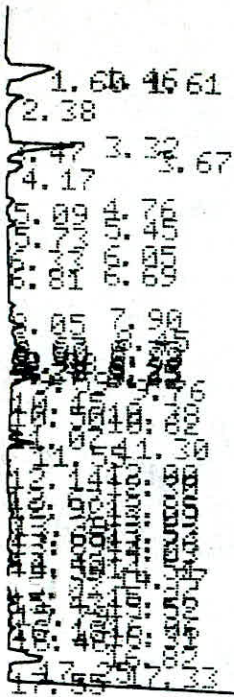
Acetate de Geranyl

CHANNEL A

INJECT

05:03:45

17



18.68

18.66

Fract 3.22

1.79 1.56

2.28

2.87 3.02

5.29

10.64 10.86
20.14
20.92 20.55

15.07

05/06/90 06:41:01

CH= "R" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 1 INDEX 1

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.004	1.56	2313	02
2	0.003	1.79	1751	03
3	9.338	2.28	6039360	02
4	0.11	2.87	71452	02
5	0.29	3.02	187649	02
6	0.113	3.42	72764	02
7	87.865	5.29	56829719	02
8	1.305	5.64	844328	02
9	0.007	5.91	4378	02
10	0.037	6.02	23800	02
11	0.063	6.53	40620	02
12	0.003	6.79	1769	02
13	0.007	6.89	4829	02
14	0.006	7.21	3814	02
15	0.006	7.34	3578	02
16	0.014	7.51	8774	02
17	0.003	7.69	1932	02
18	0.001	7.9	674	02
19	0.011	8.02	7070	02
20	0.007	8.22	1000	02

22	0.008	8.5	4939 02
23	0.011	8.81	7031 02
24	0.04	8.98	25866 02
25	0.002	9.25	1395 02
26	0.006	9.42	3619 02
27	0.001	9.56	622 02
28	0.001	9.7	366 02
29	0.004	9.93	2403 02
30	0.002	10.17	1608 02
31	0.013	10.39	8664 02
32	0.002	10.77	1457 02
33	0.006	10.96	4035 03
34	0.001	11.24	354 01
35	0.002	11.72	1354 02
36	0.001	11.81	684 02
37	0.001	11.93	626 03
38	0.002	12.11	1600 02
39	0.211	12.4	136793 08
40	0.001	12.63	343 06
41	0.003	12.71	1893 06
42	0.002	12.85	1301 06
43	0.017	13.1	10750 07
44	0.002	13.42	1550 01
45	0.009	13.62	5967 01
46	0.004	13.98	2503 02
47	0.002	14.06	1208 02
48	0.001	14.4	661 02
49	0.005	14.51	3390 02
50	0.002	14.67	1542 03
51	0.369	15.07	238878 01
52	0.001	15.32	390 01
53	0.	15.48	173 01
54	0.003	15.68	1749 02
55	0.002	15.69	1484 02
56	0.007	15.89	4346 02
57	0.01	15.98	6461 03
58	0.005	16.33	3310 02
59	0.015	16.39	9960 03
60	0.005	16.81	3171 01
61	0.003	17.02	2156 01
62	0.001	17.24	575 01
63	0.	17.45	203 01
64	0.	17.66	201 02
65	0.003	17.85	2065 03
66	0.001	18.71	465 02
67	0.002	18.86	1365 02
68	0.011	19.02	6978 03
69	0.	19.29	253 01
70	0.002	20.14	1114 01
71	0.002	20.55	1300 01
72	0.	20.92	220 01

TOTAL

100.

64670007

CHANNEL A INJECT 06:36:51

Fract 4 23

1.56 1.74

2.99 2.85
3.72 3.44

2.25

5.35

1.56 1.74 1.92 2.08 2.25 2.41 2.57 2.73 2.89 3.05 3.21 3.37 3.53 3.69 3.85 4.01 4.17 4.33 4.49 4.65 4.81 4.97 5.13 5.29 5.45 5.61 5.77 5.93 6.09 6.25 6.41 6.57 6.73 6.89 7.05 7.21 7.37 7.53 7.69 7.85 8.01 8.17 8.33 8.49 8.65 8.81 8.97 9.13 9.29 9.45 9.61 9.77 9.93 10.09 10.25 10.41 10.57 10.73 10.89 11.05 11.21 11.37 11.53 11.69 11.85 12.01 12.17 12.33 12.49 12.65 12.81 12.97 13.13 13.29 13.45 13.61 13.77 13.93 14.09 14.25 14.41 14.57 14.73 14.89 15.05 15.21 15.37 15.53 15.69 15.85 16.01 16.17 16.33 16.49 16.65 16.81 16.97 17.13 17.29 17.45 17.61 17.77 17.93 18.09 18.25 18.41 18.57 18.73 18.89 19.05 19.21 19.37 19.53 19.69 19.85 20.01 20.17 20.33 20.49 20.65 20.81 20.97 21.13 21.29 21.45 21.61 21.77 21.93 22.09 22.25 22.41 22.57 22.73 22.89 23.05 23.21 23.37 23.53 23.69 23.85 24.01 24.17 24.33 24.49 24.65 24.81 24.97 25.13 25.29 25.45 25.61 25.77 25.93 26.09 26.25 26.41 26.57 26.73 26.89 27.05 27.21 27.37 27.53 27.69 27.85 28.01 28.17 28.33 28.49 28.65 28.81 28.97 29.13 29.29 29.45 29.61 29.77 29.93 30.09 30.25 30.41 30.57 30.73 30.89 31.05 31.21 31.37 31.53 31.69 31.85 32.01 32.17 32.33 32.49 32.65 32.81 32.97 33.13 33.29 33.45 33.61 33.77 33.93 34.09 34.25 34.41 34.57 34.73 34.89 35.05 35.21 35.37 35.53 35.69 35.85 36.01 36.17 36.33 36.49 36.65 36.81 36.97 37.13 37.29 37.45 37.61 37.77 37.93 38.09 38.25 38.41 38.57 38.73 38.89 39.05 39.21 39.37 39.53 39.69 39.85 40.01 40.17 40.33 40.49 40.65 40.81 40.97 41.13 41.29 41.45 41.61 41.77 41.93 42.09 42.25 42.41 42.57 42.73 42.89 43.05 43.21 43.37 43.53 43.69 43.85 44.01 44.17 44.33 44.49 44.65 44.81 44.97 45.13 45.29 45.45 45.61 45.77 45.93 46.09 46.25 46.41 46.57 46.73 46.89 47.05 47.21 47.37 47.53 47.69 47.85 48.01 48.17 48.33 48.49 48.65 48.81 48.97 49.13 49.29 49.45 49.61 49.77 49.93 50.09 50.25 50.41 50.57 50.73 50.89 51.05 51.21 51.37 51.53 51.69 51.85 52.01 52.17 52.33 52.49 52.65 52.81 52.97 53.13 53.29 53.45 53.61 53.77 53.93 54.09 54.25 54.41 54.57 54.73 54.89 55.05 55.21 55.37 55.53 55.69 55.85 56.01 56.17 56.33 56.49 56.65 56.81 56.97 57.13 57.29 57.45 57.61 57.77 57.93 58.09 58.25 58.41 58.57 58.73 58.89 59.05 59.21 59.37 59.53 59.69 59.85 60.01 60.17 60.33 60.49 60.65 60.81 60.97 61.13 61.29 61.45 61.61 61.77 61.93 62.09 62.25 62.41 62.57 62.73 62.89 63.05 63.21 63.37 63.53 63.69 63.85 64.01 64.17 64.33 64.49 64.65 64.81 64.97 65.13 65.29 65.45 65.61 65.77 65.93 66.09 66.25 66.41 66.57 66.73 66.89 67.05 67.21 67.37 67.53 67.69 67.85 68.01 68.17 68.33 68.49 68.65 68.81 68.97 69.13 69.29 69.45 69.61 69.77 69.93 70.09 70.25 70.41 70.57 70.73 70.89 71.05 71.21 71.37 71.53 71.69 71.85 72.01 72.17 72.33 72.49 72.65 72.81 72.97 73.13 73.29 73.45 73.61 73.77 73.93 74.09 74.25 74.41 74.57 74.73 74.89 75.05 75.21 75.37 75.53 75.69 75.85 76.01 76.17 76.33 76.49 76.65 76.81 76.97 77.13 77.29 77.45 77.61 77.77 77.93 78.09 78.25 78.41 78.57 78.73 78.89 79.05 79.21 79.37 79.53 79.69 79.85 80.01 80.17 80.33 80.49 80.65 80.81 80.97 81.13 81.29 81.45 81.61 81.77 81.93 82.09 82.25 82.41 82.57 82.73 82.89 83.05 83.21 83.37 83.53 83.69 83.85 84.01 84.17 84.33 84.49 84.65 84.81 84.97 85.13 85.29 85.45 85.61 85.77 85.93 86.09 86.25 86.41 86.57 86.73 86.89 87.05 87.21 87.37 87.53 87.69 87.85 88.01 88.17 88.33 88.49 88.65 88.81 88.97 89.13 89.29 89.45 89.61 89.77 89.93 90.09 90.25 90.41 90.57 90.73 90.89 91.05 91.21 91.37 91.53 91.69 91.85 92.01 92.17 92.33 92.49 92.65 92.81 92.97 93.13 93.29 93.45 93.61 93.77 93.93 94.09 94.25 94.41 94.57 94.73 94.89 95.05 95.21 95.37 95.53 95.69 95.85 96.01 96.17 96.33 96.49 96.65 96.81 96.97 97.13 97.29 97.45 97.61 97.77 97.93 98.09 98.25 98.41 98.57 98.73 98.89 99.05 99.21 99.37 99.53 99.69 99.85 100.01

06:36:51 CH="A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 11 INDEX 11

PEAK#	AREAZ	RT	AREA	BC
1	0.005	1.4	4023	02
2	0.005	1.56	4167	02
3	0.001	1.74	1253	03
4	2.383	2.25	2046602	02
5	0.052	2.85	44962	02
6	0.14	2.99	120318	02
7	0.085	3.44	72771	02
8	0.015	3.72	12552	02
9	93.922	5.35	80672592	02
10	1.641	5.7	1409481	02
11	0.007	5.96	6206	02
12	0.056	6.07	47675	02
13	0.002	6.56	70753	02
14	0.003	6.73	3003	02
15	0.009	6.91	7714	02
16	0.008	7.24	6508	02
17	0.004	7.36	3616	02
18	0.02	7.54	16774	02

21	0.003	8.25	2449 02
22	0.012	8.41	10261 02
23	0.013	8.53	10766 02
24	0.021	8.82	18003 02
25	0.072	9.	61866 02
26	0.006	9.27	5360 02
27	0.013	9.44	11550 02
28	0.006	9.57	4941 02
29	0.022	9.94	18580 02
30	0.015	10.17	12908 02
31	0.047	10.4	40799 02
32	0.01	10.77	8589 02
33	0.02	10.97	17303 02
34	0.006	11.21	5253 02
35	0.008	11.73	7255 02
36	0.002	11.93	1962 02
37	0.005	12.14	4205 02
38	0.352	12.42	302249 02
39	0.008	12.73	6948 02
40	0.004	12.87	3437 02
41	0.032	13.11	27446 02
42	0.006	13.42	4949 02
43	0.018	13.62	15190 02
44	0.009	13.98	7891 02
45	0.	14.26	291 02
46	0.001	14.41	1112 02
47	0.009	14.52	8132 02
48	0.005	14.69	4464 02
49	0.639	15.09	549141 02
50	0.003	15.34	2715 02
51	0.002	15.49	1491 02
52	0.012	15.69	10637 02
53	0.02	15.88	17565 02
54	0.027	15.99	23327 02
55	0.04	16.38	34152 02
56	0.009	16.81	7891 02
57	0.006	17.02	5145 02
58	0.002	17.24	1582 02
59	0.001	17.45	964 02
60	0.001	17.66	850 02
61	0.008	17.85	6673 02
62	0.004	18.17	3283 02
63	0.001	18.71	1195 02
64	0.003	18.85	2864 02
65	0.018	19.01	15092 02
66	0.001	19.29	1039 02
67	0.002	19.4	1298 02
68	0.002	19.93	1966 02
69	0.004	20.13	3130 03
70	0.004	20.55	3060 01
71	0.001	20.91	461 01
72	0.001	21.13	526 02
73	0.006	21.46	5438 02
74	0.001	21.94	961 03

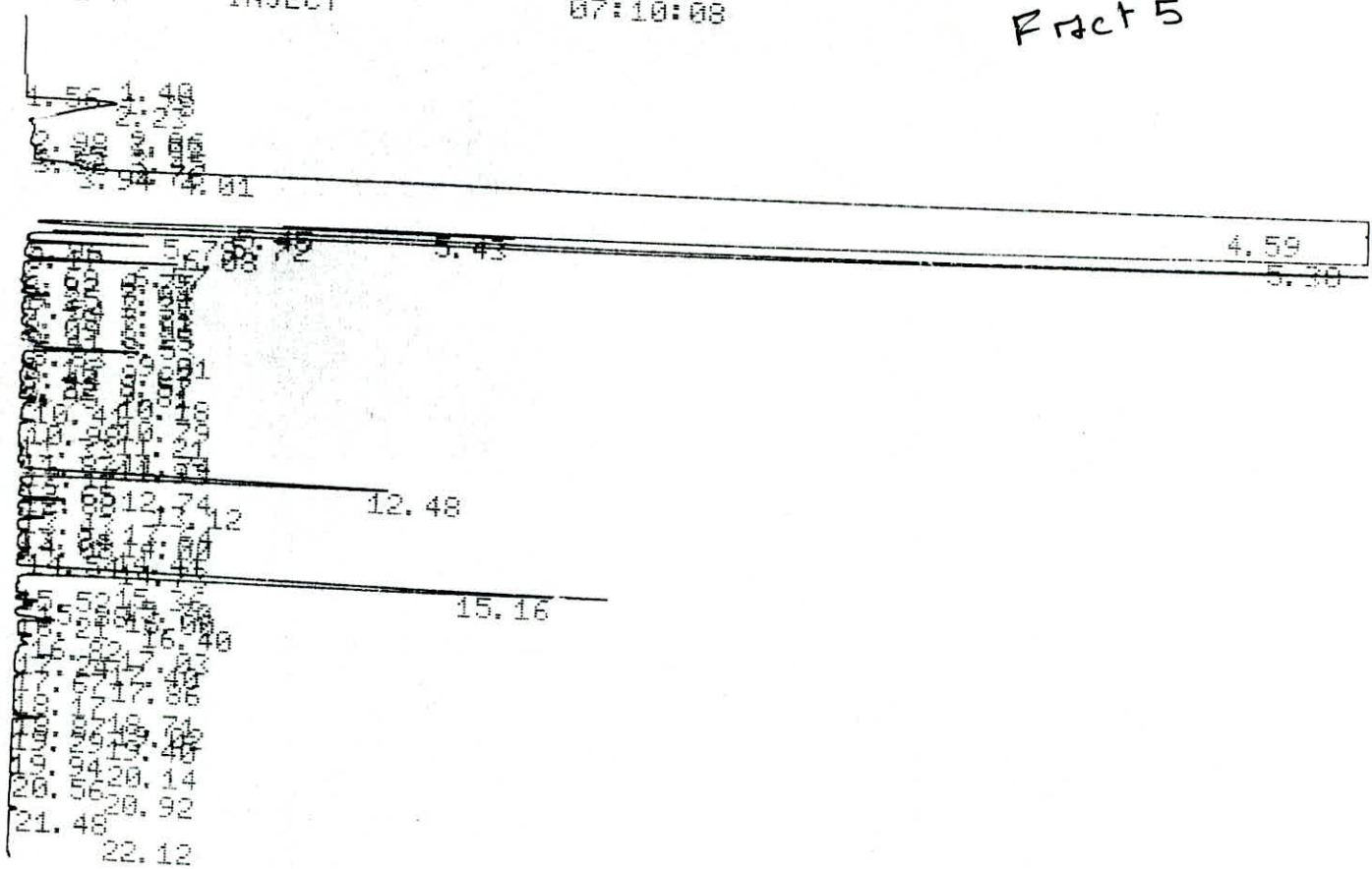
TOTAL 100. 85893495

RT= 128
 994 995 999 1001 1000 1000 1000PT EVAL:
 PT= 22.

24

CHANNEL A INJECT 07:10:08

Fract 5

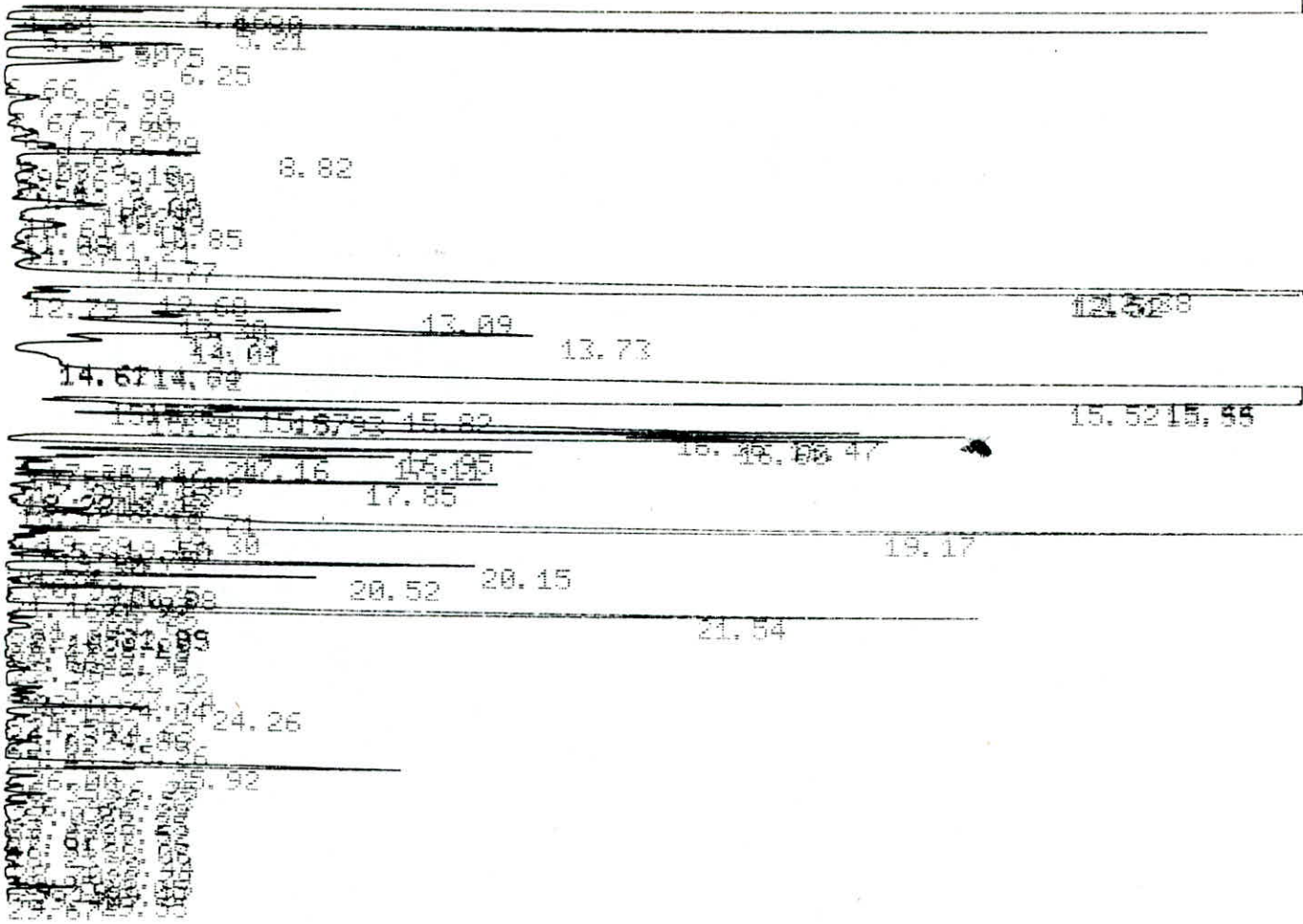


FILE 1. METHOD 0. RUN 12 INDEX 12 07:10:08 CH= "A" PS= 1.

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.	1.4	389	02
2	0.001	1.56	742	02
3	0.001	1.78	836	03
4	0.414	2.23	325269	02
5	0.011	2.86	8664	02
6	0.005	2.98	4070	02
7	0.012	3.03	9600	02
8	0.	3.35	74	02
9	0.008	3.45	6220	02
10	0.001	3.56	918	03
11	0.	3.76	188	02
12	0.059	3.94	46194	02
13	0.04	4.01	31721	02
14	17.403	4.59	13674804	02
15	77.508	5.38	60904363	02
16	0.124	5.43	97721	02
17	0.132	5.45	103849	02
18	1.852	5.72	1455296	02
19	0.055	5.79	42989	02
20	0.003	5.96	2369	02

23	0.104	6.57	81833 02
24	0.001	6.69	929 02
25	0.001	6.75	646 02
26	0.003	6.92	2685 02
27	0.	7.04	192 02
28	0.006	7.25	4766 02
29	0.001	7.36	1062 02
30	0.026	7.54	20647 02
31	0.004	7.71	3235 02
32	0.	7.79	254 02
33	0.002	7.93	1593 02
34	0.009	8.09	7009 02
35	0.001	8.25	980 02
36	0.014	8.41	10935 02
37	0.014	8.53	11106 02
38	0.028	8.83	21723 02
39	0.107	9.01	84095 02
40	0.003	9.16	2330 02
41	0.005	9.27	3957 02
42	0.013	9.44	10367 02
43	0.002	9.57	1944 02
44	0.001	9.72	746 02
45	0.002	9.81	1390 02
46	0.007	9.95	5692 02
47	0.006	10.18	4605 02
48	0.043	10.41	33731 08
49	0.002	10.79	1919 05
50	0.015	10.98	11398 05
51	0.	11.21	212 02
52	0.001	11.33	483 03
53	0.006	11.74	4356 02
54	0.003	11.83	2123 02
55	0.002	11.93	1780 03
56	0.006	12.17	4896 02
57	0.533	12.48	418762 08
58	0.001	12.65	962 06
59	0.006	12.74	4963 06
60	0.004	12.88	3047 06
61	0.044	13.12	34265 07
62	0.007	13.43	5307 02
63	0.025	13.64	20003 08
64	0.	13.84	6 05
65	0.009	14.	7333 02
66	0.004	14.08	2996 02
67	0.002	14.41	1640 02
68	0.013	14.54	10214 02
69	0.006	14.73	4420 03
70	1.	15.16	785958 08
71	0.002	15.36	1404 05
72	0.001	15.52	561 05
73	0.012	15.7	9457 02
74	0.022	15.88	17031 02
75	0.019	16.	15266 02
76	0.	16.21	222 02
77	0.047	16.4	37152 03
78	0.017	16.82	13662 02
79	0.023	17.03	17751 02
80	0.003	17.24	2344 03
81	0.001	17.4	679 02
82	0.001	17.67	578 02
83	0.008	17.86	5951 03

1.0674
2.22
3.17
3.45



08/06/98 14:36:16 CH= "R" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.003	1.42	1098	02
2	0.247	1.57	91239	02
3	0.067	2.22	24568	02
4	0.023	2.8	8480	02
5	0.007	3.17	2650	02
6	0.01	3.45	3666	02
7	0.013	3.6	4613	02
8	46.48	4.66	17136316	02
9	0.105	4.8	38553	02
10	0.076	4.84	27913	02
11	1.143	5.21	421308	02
12	0.094	5.36	34625	02
13	0.003	5.6	1279	02
14	0.324	5.75	119557	02
15	0.214	6.25	78749	02
16	0.001	6.66	344	03
17	0.014	6.99	5014	02

20	0.007	7.67	2620 02
21	0.041	7.87	14977 02
22	0.026	8.17	9712 02
23	0.091	8.29	33652 02
24	0.118	8.63	43588 02
25	0.359	8.82	132375 02
26	0.015	9.07	5465 02
27	0.018	9.1	6595 02
28	0.045	9.26	16410 02
29	0.059	9.3	21881 02
30	0.01	9.54	3554 02
31	0.071	9.79	26174 02
32	0.045	9.82	16538 02
33	0.038	10.	13945 02
34	0.265	10.29	97862 02
35	0.018	10.49	6794 02
36	0.036	10.61	13192 02
37	0.199	10.85	73370 02
38	0.023	11.08	8654 02
39	0.006	11.21	2063 02
40	0.044	11.37	16056 02
41	0.152	11.77	56171 02
42	2.353	12.38	867520 02
43	2.722	12.51	1003564 02
44	1.361	12.52	501615 08
45	0.041	12.68	15143 05
46	0.004	12.79	1361 06
47	0.878	13.09	323679 06
48	0.385	13.3	142094 06
49	1.518	13.73	559758 06
50	0.191	13.79	70437 06
51	0.231	14.01	85045 06
52	0.035	14.61	12929 06
53	0.005	14.64	1704 06
54	0.003	14.67	1007 06
55	0.001	14.72	334 06
56	16.819	15.44	6200897 02
57	4.926	15.52	1816208 02
58	2.6	15.55	958620 08
59	0.005	15.65	1846 06
60	0.04	15.73	14910 06
61	0.366	15.82	134912 06
62	0.218	15.87	80309 06
63	0.131	15.93	48431 06
64	0.086	15.98	31762 06
65	2.343	16.36	863952 06
66	1.227	16.47	452335 06
67	1.175	16.6	433074 07
68	0.642	16.95	236630 06
69	0.358	17.11	131927 06
70	0.235	17.16	86548 06
71	0.073	17.24	26877 06
72	0.047	17.38	17370 06
73	0.019	17.46	7173 06
74	0.022	17.55	7994 06
75	0.064	17.66	23602 06
76	0.473	17.85	174216 06

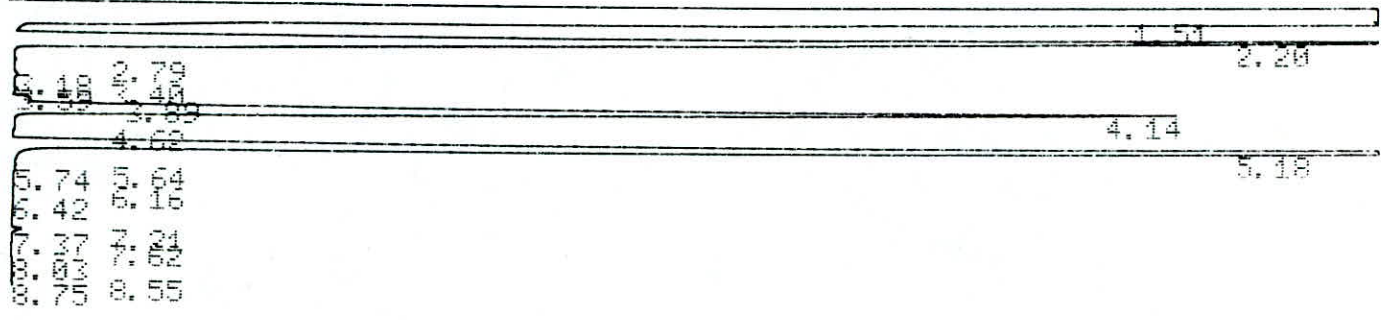
79	0.003	18.13	10965 06
80	0.015	18.22	5665 06
81	0.007	18.28	2701 06
82	0.01	18.28	3575 06
83	0.009	18.45	3418 06
84	0.012	18.57	4313 06
85	0.129	18.71	47380 06
86	3.144	19.17	1159191 06
87	0.088	19.3	32435 06
88	0.039	19.39	14536 06
89	0.027	19.5	9838 06
90	0.006	19.59	2264 07
91	0.012	19.75	4537 06
92	0.064	19.9	23691 06
93	0.536	20.15	197482 07
94	0.001	20.34	412 05
95	0.307	20.52	113290 06
96	0.022	20.59	8079 06
97	0.014	20.75	5000 06
98	0.162	20.88	59748 06
99	0.006	21.07	2233 06
100	0.004	21.16	1317 06
101	0.003	21.28	922 06
102	1.488	21.54	548749 06
103	0.011	21.62	4103 06
104	0.036	21.79	13442 06
105	0.023	21.99	8521 06
106	0.013	22.05	4833 06
107	0.016	22.05	5860 06
108	0.008	22.16	2975 06
109	0.005	22.25	1936 06
110	0.001	22.43	336 07
111	0.002	22.59	771 02
112	0.001	22.66	493 03
113	0.015	22.96	5542 02
114	0.042	23.22	15561 08
115	0.001	23.53	328 06
116	0.047	23.74	17465 02
117	0.038	23.89	13937 02
118	0.031	24.04	11343 02
119	0.016	24.11	5758 02
120	0.167	24.26	61496 08
121	0.028	24.54	10205 06
122	0.009	24.63	3447 06
123	0.001	24.73	448 07
124	0.003	24.86	1162 06
125	0.001	25.02	206 07
126	0.038	25.26	13881 02
127	0.002	25.43	677 03
128	0.009	25.92	224512 02
129	0.097	26.	35699 02
130	0.037	26.25	13461 02
131	0.01	26.35	3598 02
132	0.022	26.53	8081 02
133	0.051	26.76	18655 02
134	0.006	26.89	2373 02
135	0.025	27.03	9244 02
136	0.005	27.25	1742 02

F4 1

26

998 1001 999 1000 1000 1000PT EVAL:
 PT= 13.
 AT= 64
 999 1001 1000 1000 1000PT EVAL:
 PT= 12.

CHANNEL A INJECT 08/06/90 15:19:39



INPUT OVERRANGE AT RT= 1.53

08/06/90 15:19:39 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 11 INDEX 11

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	90.834	1.51	40862936	02
2	3.228	2.2	1452348	02
3	0.011	2.79	4899	02
4	0.011	3.18	4865	02
5	0.003	3.4	1385	02
6	0.007	3.59	3290	02
7	0.027	3.89	11971	02
8	2.157	4.14	970372	08
9	0.002	4.62	808	05
10	3.698	5.18	1663535	01
11	0.001	5.64	653	02
12	0.	5.74	145	03
13	0.002	6.16	726	01
14	0.	6.42	138	01
15	0.	7.21	103	02
16	0.012	7.37	5517	02
17	0.001	7.62	486	02
18	0.003	8.03	1324	03
19	0.	8.55	190	02
20	0.001	8.75	502	03

TOTAL 100. 44986193

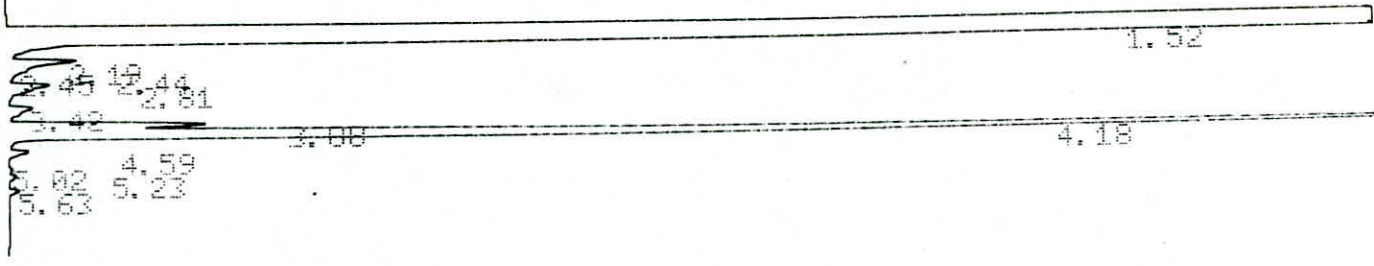


INPUT OVERRANGE AT RT= 1.52

08/06/90 17:15:13 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 17 INDEX 17

EAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	97.298	1.5	39486622	02
2	0.97	2.19	393858	03
3	0.002	3.16	789	02
4	0.001	3.39	592	02
5	0.002	3.59	761	03
6	0.023	3.87	9021	02
7	1.528	4.12	620195	08
8	0.003	4.63	1193	05
9	0.171	5.04	69212	01
10	0.003	6.16	1063	01
TOTAL	100.		40583306	



INPUT OVERRANGE AT RT= 1.54

08/06/90 15:47:09 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 13 INDEX 13

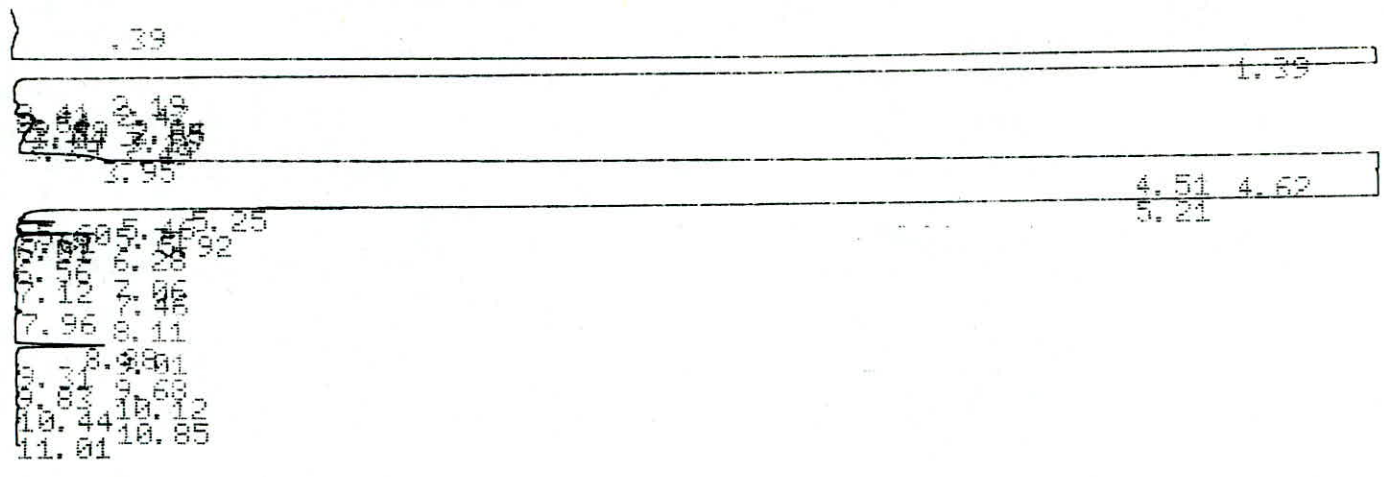
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	95.651	1.52	42143351	02
2	0.15	2.19	66053	02
3	0.008	2.44	3471	02
4	0.024	2.45	10451	02
5	0.108	2.81	47802	02
6	0.06	3.42	26430	02
7	0.37	3.88	163196	02
8	3.565	4.18	1570889	08
9	0.031	4.59	13876	05
10	0.004	5.02	1942	02
11	0.012	5.23	5487	03
12	0.015	5.63	6694	01

TOTAL 100. 44859642

547

29

CHANNEL A INJECT 08/06/90 16:00:19



08/06/90 16:00:19 CH= "A" PS= 1.

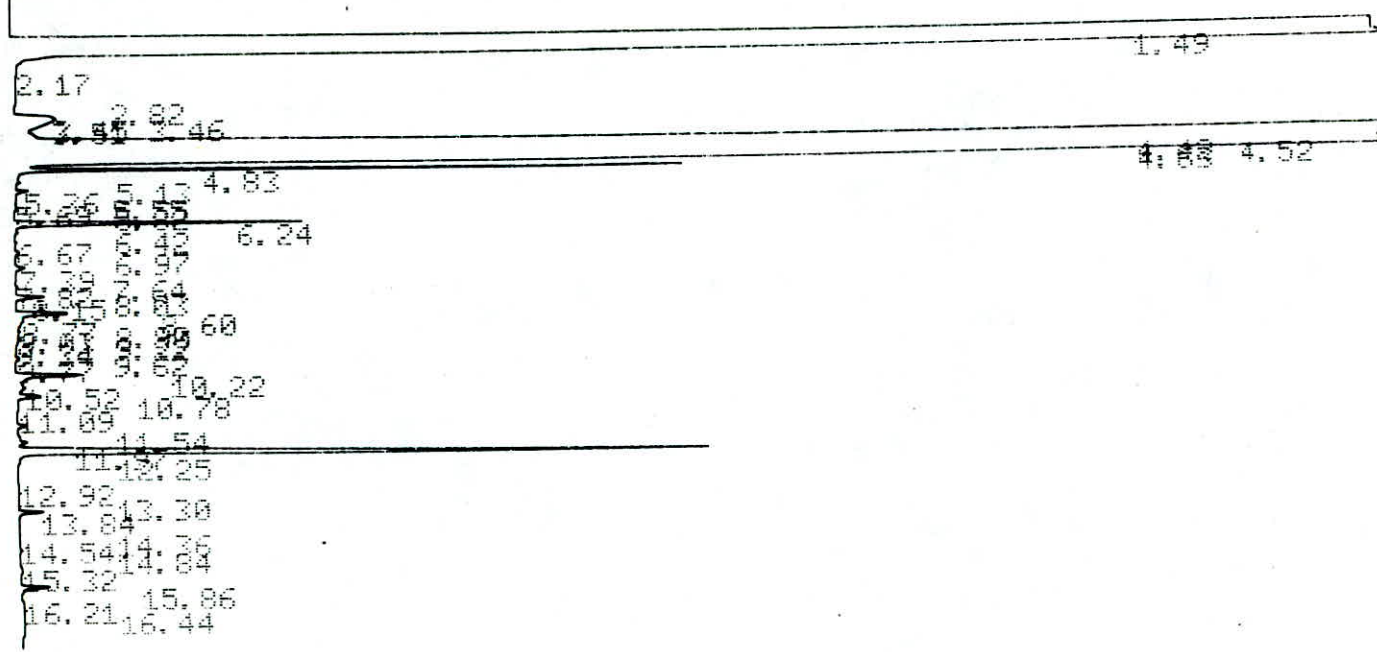
FILE 1. METHOD 0. RUN 14 INDEX 14

PEAK#	AREAX	RT	AREA	BC
1	0.02	0.39	14416	01
2	22.607	1.39	16369072	08
3	0.004	2.19	2810	06
4	0.001	2.41	509	06
5	0.008	2.47	6028	06
6	0.002	2.64	1530	06
7	0.018	2.84	13286	06
8	0.004	2.89	3217	06
9	0.021	2.95	14894	06
10	0.015	3.04	11217	06
11	0.02	3.16	14308	06
12	0.011	3.39	8255	06
13	0.005	3.49	3273	06
14	0.106	3.95	76989	06
15	14.69	4.51	10636625	06
16	6.413	4.62	4643785	06
17	55.866	5.21	40451147	06
18	0.074	5.25	53470	06
19	0.007	5.46	5278	06
20	0.015	5.6	10772	06
21	0.001	5.71	1048	06
22	0.004	5.81	3226	06
23	0.025	5.92	18302	06
24	0.002	6.01	1697	06
25	0.	6.28	336	07
26	0.	6.56	191	01
27	0.	7.06	179	02
28	0.002	7.12	1154	03
29	0.001	7.46	789	01
30	0.003	7.96	1883	01
31	0.	8.11	130	01
32	0.04	8.88	28937	02
33	0.001	9.01	700	03
34	0.001	9.31	862	01

PT= 16.
 998 998 1000 1000 1000PT EVAL:
 PT= 16.

F₅ 30

CHANNEL A INJECT 08/06/90 16:19:31



INPUT OVERRANGE AT RT= 1.51

08/06/90 16:19:31 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 15 INDEX 15

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	69.01	1.49	37155677	02
2	0.006	2.17	3076	03
3	0.003	2.82	1424	01
4	0.036	3.45	19283	02
5	0.02	3.46	10685	02
6	0.075	3.51	40470	02
7	13.297	4.42	7159418	02
8	6.522	4.52	3511427	02
9	9.689	4.63	5216700	08
10	0.225	4.83	121402	05

140

30

13	0.	5.55	227 01
14	0.001	5.69	297 02
15	0.002	5.82	940 03
16	0.196	6.24	105700 08
17	0.001	6.42	433 05
18	0.002	6.67	861 01
19	0.005	6.97	2511 01
20	0.009	7.39	4809 01
21	0.	7.64	244 02
22	0.002	7.82	1291 02
23	0.001	8.03	565 02
24	0.023	8.15	12404 03
25	0.046	8.6	24532 02
26	0.007	8.77	3834 02
27	0.001	8.9	712 02
28	0.002	9.03	1130 03
29	0.	9.22	182 01
30	0.001	9.34	510 01
31	0.001	9.62	383 02
32	0.005	9.77	2839 03
33	0.074	10.22	40006 08
34	0.005	10.52	2470 05
35	0.019	10.78	9965 05
36	0.001	11.09	401 01
37	0.008	11.54	4428 02
38	0.012	11.97	6699 02
39	0.637	12.25	343086 02
40	0.002	12.92	868 02
41	0.001	13.3	289 03
42	0.017	13.84	8884 01
43	0.	14.36	178 02
44	0.001	14.54	475 02
45	0.002	14.84	892 03
46	0.002	15.32	838 01
47	0.02	15.86	10501 01
48	0.001	16.21	641 02
49	0.002	16.44	891 03

TOTAL 100. 53841103

PT= 12.
PT= 14.

F₄ 6

CHANNEL A INJECT 08/06/90 16:46:58

31

1.50

0.80	2.99
3.48	4.09
4.62	5.12
6.15	6.89
7.38	7.38
8.07	9.01
13.48	14.09
14.14	14.14
15.14	15.14
16.89	16.89
17.79	17.79

INPUT OVERRANGE AT RT= 1.53

08/06/90 16:46:58 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 16 INDEX 16

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	99.066	1.5	40245352	01
2	0.001	2.8	481	02
3	0.003	2.99	1031	02
4	0.017	3.48	6902	02
5	0.012	3.86	4755	02
6	0.28	4.09	113767	02
7	0.001	4.43	564	02
8	0.016	4.62	6631	02
9	0.019	5.12	7700	03
10	0.004	5.8	1657	02
11	0.007	6.15	2968	02
12	0.01	6.58	3993	02
13	0.004	6.89	1773	02
14	0.019	7.38	7896	02

F4 b
31

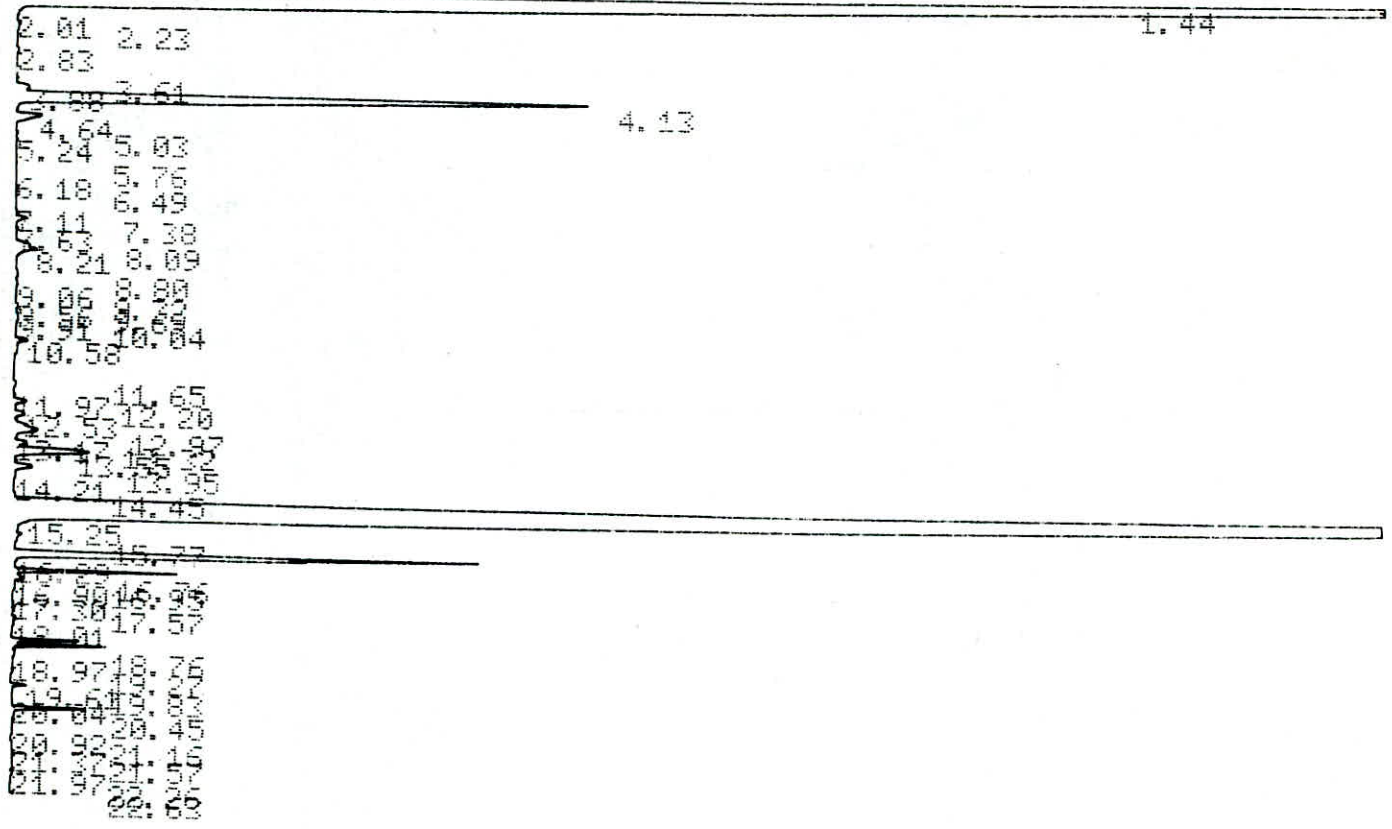
17	0.046	8.25	43450 02
18	0.003	8.76	18861 02
19	0.002	9.01	1343 02
20	0.002	9.35	810 02
21	0.001	10.2	699 03
22	0.001	10.42	253 02
23	0.005	10.57	372 02
24	0.002	10.77	1890 02
25	0.002	11.03	716 02
26	0.002	11.14	990 02
27	0.001	11.45	733 03
28	0.002	11.6	358 02
29	0.008	11.75	808 02
30	0.005	11.94	3185 02
31	0.01	12.17	2204 02
32	0.019	12.53	4044 03
33	0.019	12.71	7905 02
34	0.139	12.98	7537 02
35	0.021	13.28	56496 03
36	0.049	13.48	8399 02
37	0.001	13.9	19911 03
38	0.001	14.12	365 02
39	0.001	14.4	314 03
40	0.004	14.57	425 02
41	0.006	14.84	1480 03
42	0.004	15.14	2499 01
43	0.001	15.59	1472 01
44	0.005	15.85	381 02
45	0.002	15.95	1850 02
46	0.008	16.18	760 02
47	0.012	16.68	3395 03
48	0.037	16.89	4756 02
49	0.001	17.79	15157 03
50	0.001	18.15	325 01

TOTAL 100. 40624786

PT= 20.
 1000 1000 1000 PT EVAL:
 PT= 19.

F4.7 32

CHANNEL A INJECT 08/06/90 17:27:47



08/06/90 17:27:47 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 18 INDEX 18

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	38.533	1.44	3640500	02
2	0.	2.01	46	03
3	0.03	2.23	2837	01
4	0.024	2.83	2297	02
5	0.023	3.61	2211	02
6	0.121	3.88	11410	02
7	5.76	4.13	544165	02
8	0.239	4.64	22583	02
9	0.019	5.03	1779	02
10	0.014	5.24	1363	03
11	0.006	5.76	604	01

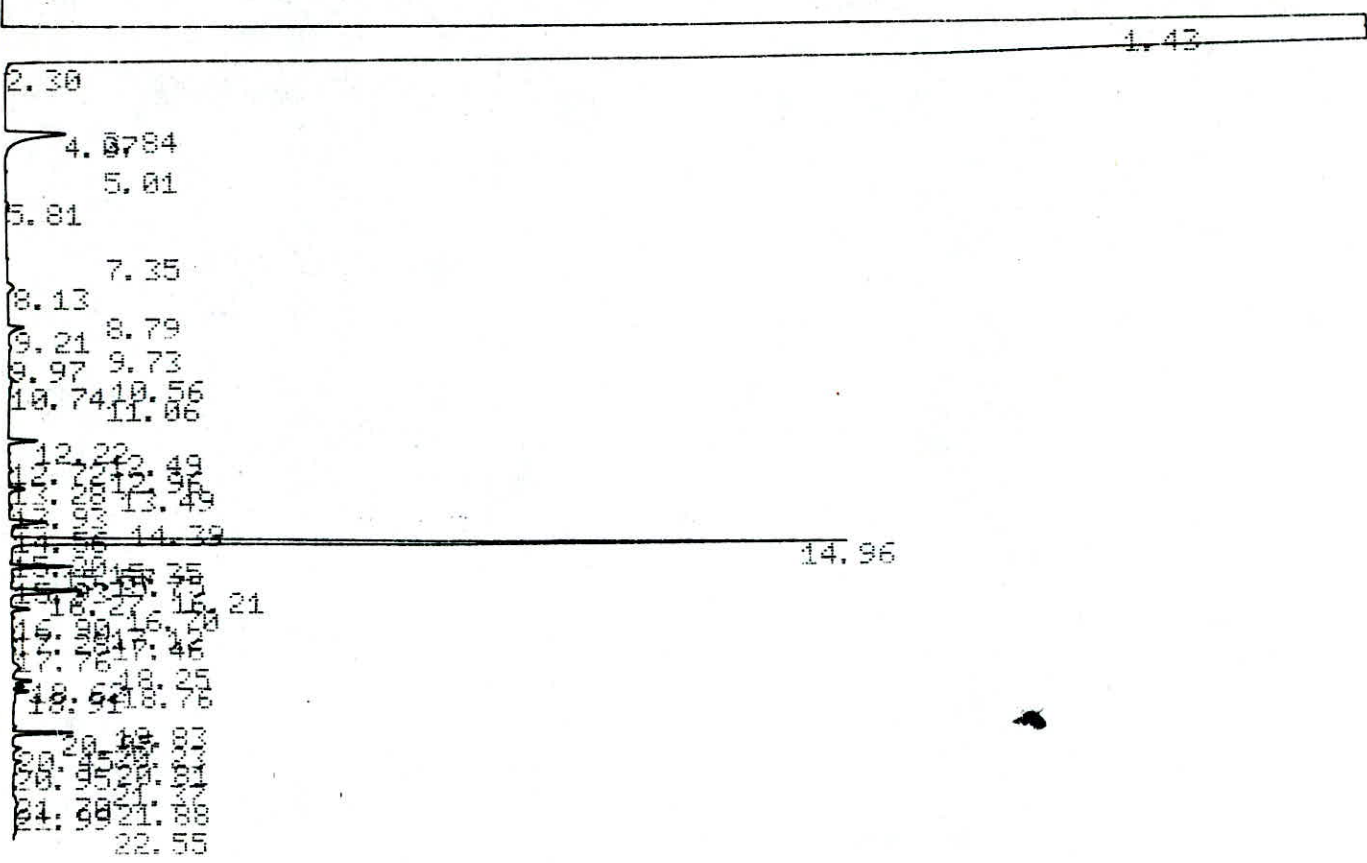
14	0.005	7.11	502 01
15	0.063	7.38	5908 02
16	0.009	7.63	861 03
17	0.071	8.09	6687 02
18	0.172	8.21	16232 03
19	0.025	8.8	2398 02
20	0.018	9.06	1692 02
21	0.008	9.32	715 02
22	0.006	9.56	552 02
23	0.014	9.69	1291 02
24	0.017	9.91	1651 02
25	0.007	10.04	687 03
26	0.067	10.58	6354 01
27	0.015	11.65	1427 01
28	0.007	11.97	657 02
29	0.094	12.2	8920 02
30	0.097	12.53	9120 02
31	0.317	12.97	29933 02
32	0.005	13.17	514 02
33	0.106	13.32	9983 02
34	0.695	13.55	65675 02
35	0.155	13.95	14664 02
36	0.01	14.21	979 03
37	0.004	14.45	383 02
38	48.645	15.25	4595760 02
39	0.089	15.77	8419 02
40	2.685	16.29	253678 02
41	0.616	16.76	58203 02
42	0.022	16.9	2059 02
43	0.037	16.95	3500 02
44	0.008	17.3	748 02
45	0.01	17.57	941 02
46	0.041	18.01	3894 02
47	0.569	18.76	53739 02
48	0.032	18.97	2991 02
49	0.012	19.27	1171 02
50	0.005	19.61	451 02
51	0.057	19.83	5355 02
52	0.033	20.04	3094 02
53	0.304	20.45	28742 02
54	0.018	20.92	1711 02
55	0.003	21.16	284 02
56	0.012	21.37	1150 02
57	0.014	21.57	1333 02
58	0.011	21.97	1083 02
59	0.003	22.26	302 02
60	0.002	22.63	210 03

TOTAL 100. 9447636

F49 33

PT= 13.

CHANNEL A INJECT 08/06/90 18:01:33



INPUT OVERRANGE AT RT= 1.45

08/06/90 18:01:33 CH= "A" PS= 1.

FILE	METHOD	RT	AREA	BC
1.	0.	1.43	38592480	08
2.	0.	2.3	3	05
3.	0.005	3.84	2028	02
4.	0.17	4.07	66836	03
5.	0.002	5.01	774	01
6.	0.008	5.81	3308	01

F4.9. 23

9	0.002	8.79	650 01
10	0.003	9.21	11872 08
11	0.006	9.73	2225 06
12	0.001	9.97	326 07
13	0.005	10.56	2134 02
14	0.003	10.74	1168 03
15	0.001	11.06	227 01
16	0.033	12.22	12909 01
17	0.002	12.49	507 02
18	0.002	12.72	821 02
19	0.006	12.96	2369 03
20	0.002	13.28	876 02
21	0.019	13.49	7636 03
22	0.003	13.93	1343 01
23	0.049	14.39	19075 02
24	0.004	14.56	1455 03
25	1.097	14.96	431249 08
26	0.001	15.2	290 05
27	0.001	15.35	262 01
28	0.054	15.57	21036 02
29	0.002	15.75	897 02
30	0.004	15.93	1555 03
31	0.075	16.21	29368 02
32	0.023	16.27	9232 03
33	0.019	16.7	7320 02
34	0.003	16.9	1211 03
35	0.	17.12	183 02
36	0.004	17.28	1446 03
37	0.001	17.46	452 01
38	0.003	17.76	1184 01
39	0.018	18.25	7057 01
40	0.019	18.62	7292 02
41	0.009	18.76	3679 02
42	0.013	18.91	5259 03
43	0.003	19.03	997 02
44	0.052	20.05	20280 03
45	0.001	20.23	243 02
46	0.009	20.45	3350 03
47	0.009	20.81	3729 02
48	0.	20.95	160 03
49	0.001	21.37	209 01
50	0.001	21.7	395 02
51	0.007	21.88	2854 02
52	0.003	21.99	1358 03
53	0.001	22.55	455 01

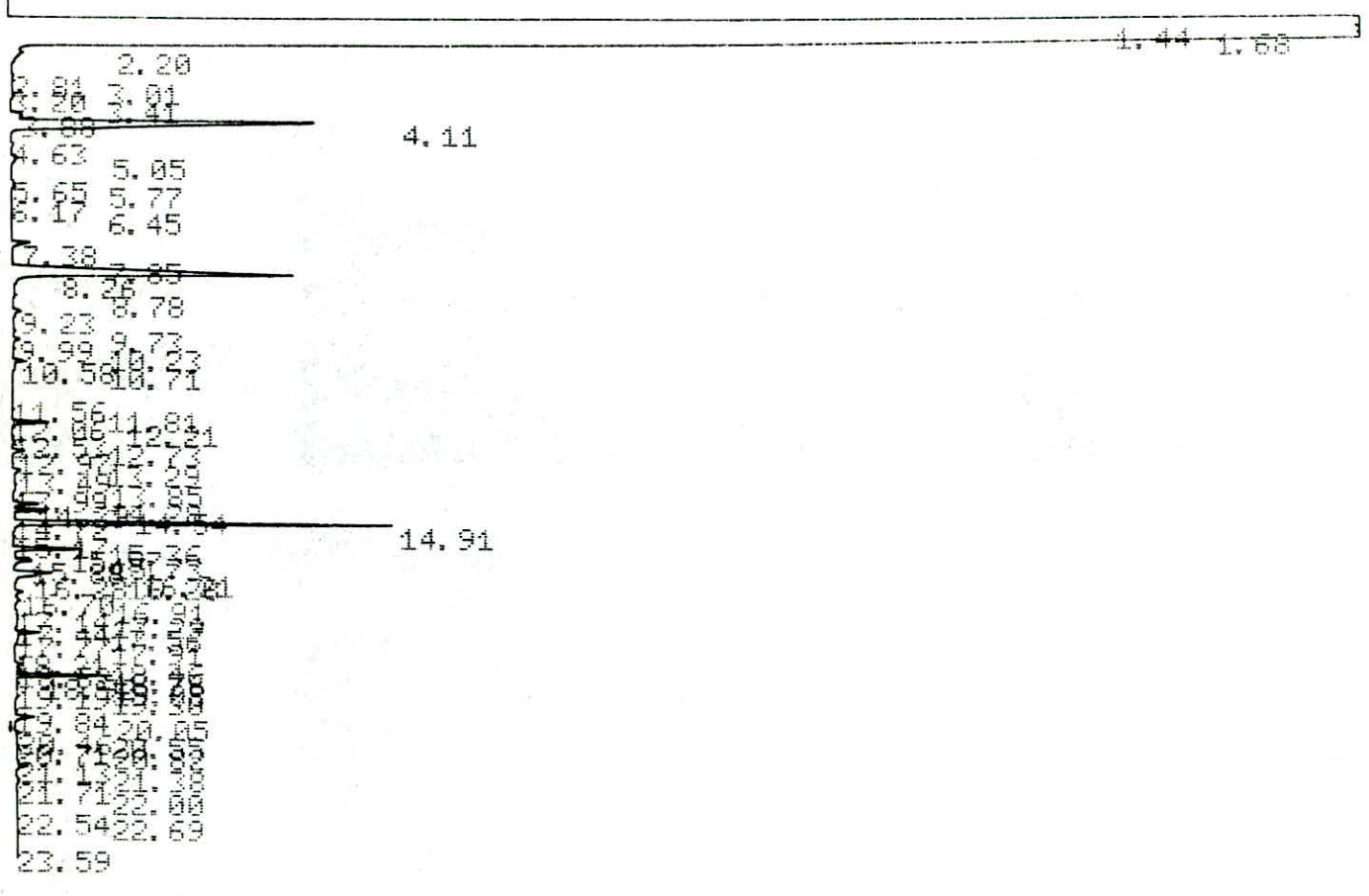
TOTAL 100. 39303170

000

PT= 12.
 1000 1000 1000 1001PT EVAL:
 PT= 12.

FH 10 34

CHANNEL A INJECT 08/06/90 18:35:26



INPUT OVERRANGE AT RT= 1.46

08/06/90 18:35:26 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 20 INDEX 20

PEAK#	AREA X	RT	AREA	SC
1	71.227	1.44	26831432	02
2	26.501	1.68	9983180	08
3	0.009	2.2	3471	05
4	0.004	2.81	1605	02
5	0.	3.01	32	03
6	0.002	3.2	731	01
7	0.001	3.41	210	01
8	0.022	3.88	8441	02
9	0.657	4.11	247628	03
10	0.004	4.63	1550	01
11	0.013	5.05	5034	01
12	0.002	5.65	656	02
13	0.005	5.77	2031	03
14	0.001	6.17	249	01
15	0.001	6.45	214	01
16	0.023	7.38	8776	01
17	0.001	7.85	273	02

Fy. 10 34

20	0.009	9.23	3388	01
21	0.002	9.73	615	01
22	0.007	9.99	2801	01
23	0.001	10.23	427	01
24	0.012	10.58	4502	02
25	0.004	10.71	1681	03
26	0.	11.56	95	01
27	0.001	11.81	523	02
28	0.001	12.06	205	02
29	0.045	12.21	17003	08
30	0.002	12.53	718	06
31	0.004	12.73	1691	06
32	0.016	12.97	5882	07
33	0.002	13.29	572	02
34	0.011	13.49	4142	03
35	0.001	13.85	305	01
36	0.	13.99	88	01
37	0.	14.28	187	02
38	0.026	14.39	9961	02
39	0.028	14.54	10691	02
40	0.001	14.72	479	02
41	0.377	14.91	141852	03
42	0.001	15.17	216	02
43	0.001	15.36	236	03
44	0.063	15.57	23744	02
45	0.001	15.73	203	03
46	0.019	15.88	7236	01
47	0.037	16.21	14119	02
48	0.007	16.28	2749	02
49	0.012	16.28	4339	03
50	0.008	16.7	2930	02
51	0.006	16.91	2184	03
52	0.001	17.14	337	02
53	0.001	17.29	469	03
54	0.001	17.44	230	02
55	0.001	17.56	194	02
56	0.024	17.77	9031	02
57	0.003	17.91	1172	02
58	0.	18.21	67	03
59	0.	18.46	160	02
60	0.007	18.62	2732	02
61	0.005	18.76	1938	02
62	0.009	18.92	33493	02
63	0.003	19.08	1020	02
64	0.002	19.19	633	02
65	0.001	19.3	218	03
66	0.001	19.84	446	02
67	0.018	20.05	6622	03
68	0.004	20.46	1541	02
69	0.	20.55	88	03
70	0.	20.71	112	02
71	0.003	20.82	1292	03
72	0.002	21.13	813	02
73	0.015	21.38	6079	02
74	0.01	21.71	3595	02
75	0.002	22.	813	03
76	0.002	22.54	788	02
77	0.	22.69	130	03
78	0.001	23.59	431	01

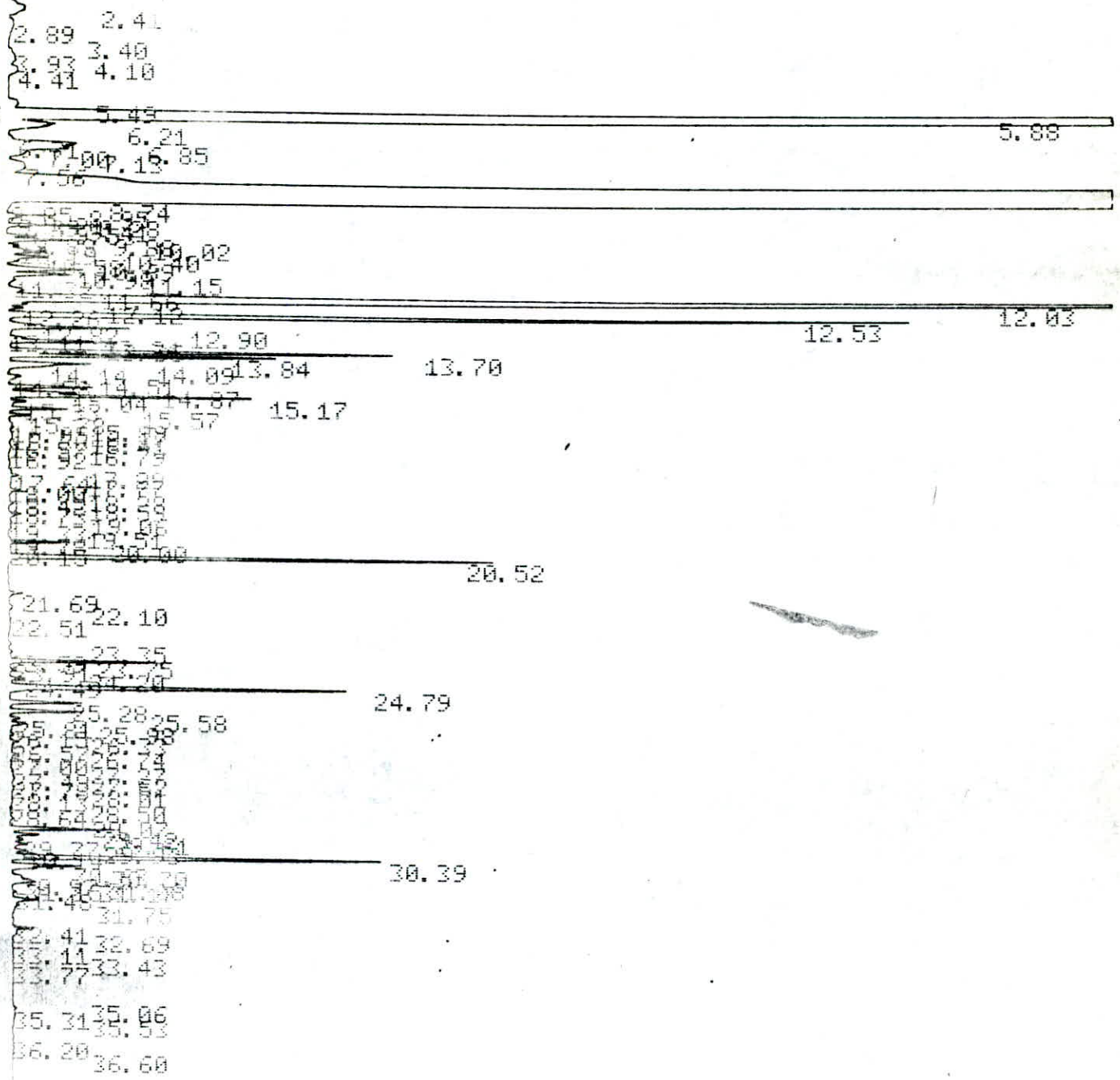
TOTAL 100. 37670514

C H R O M A T O G R A M M E S O B T E N U S
A P A R T I R D E L A C O L O N N E C A P I L L A I R E O . V 1 0 1

PI= 16
993 997 999 1000 1000PT EVAL:

huile essentielle d'Eucalyptus
Globulus sur OV.101 34

CHANNEL A INJECT 08/21/06 15:36:04



022

08/21/06 15:36:04

CH= "0" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8 huile essentielle sur

PEAK# AREA% RT AREA BC DV 100

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.102	2.41	10566	02
2	0.03	2.89	3162	02
3	0.003	3.4	345	03
4	0.011	3.93	1162	02
5	0.033	4.1	3405	02
6	0.039	4.41	4074	03
7	0.034	5.49	3563	02
8	9.754	5.88	1013018	02
9	0.16	6.21	16622	02
10	0.008	6.71	836	02
11	0.193	6.85	20095	02
12	0.094	7.	9813	02
13	0.036	7.13	3730	02
14	0.087	7.56	9046	02
15	78.916	8.74	8196301	02
16	0.005	8.85	469	02
17	0.002	8.95	253	03
18	0.039	9.21	4011	02
19	0.006	9.28	613	02
20	0.005	9.29	557	03
21	0.002	9.41	172	02
22	0.083	9.53	8638	03
23	0.018	9.88	1829	02
24	0.019	9.89	2004	02
25	0.094	10.02	9799	02
26	0.018	10.19	1845	02
27	0.079	10.4	8168	02
28	0.065	10.58	6735	02
29	0.015	10.69	1574	02
30	0.128	10.98	13313	02
31	0.102	11.15	10554	02
32	0.015	11.32	1586	02
33	0.042	11.66	4323	02
34	3.686	12.03	382808	02
35	0.025	12.12	2600	02
36	0.019	12.26	2021	02
37	1.295	12.53	134529	03
38	0.035	12.82	3656	02
39	0.146	12.9	15183	08
40	0.001	13.11	75	05
41	0.019	13.24	2023	02
42	0.144	13.36	14995	02
43	0.473	13.7	49171	02
44	0.275	13.84	28607	08
45	0.096	14.09	9978	06
46	0.057	14.14	5894	07
47	0.019	14.51	1947	02
48	0.006	14.58	620	03
49	0.104	14.87	10842	02
50	0.076	15.04	7931	02
51	0.267	15.17	27754	02
52	0.016	15.33	1622	03
53	0.063	15.57	6520	01
54	0.026	15.78	2655	01
55	0.003	15.98	358	02
56	0.005	16.05	524	02
57	0.007	16.17	729	02
58	0.006	16.3	644	02

64	0.006	17.64	586 02
65	0.015	17.77	1590 02
66	0.007	18.	766 02
67	0.024	18.28	2443 02
68	0.003	18.42	332 02
69	0.003	18.59	344 02
70	0.008	18.73	853 02
71	0.011	19.06	2211 02
72	0.006	19.33	612 02
73	0.004	19.51	447 03
74	0.001	19.78	79 01
75	0.064	20.	6698 02
76	0.004	20.15	376 03
77	0.003	20.52	62590 01
78	0.017	21.69	1750 01
79	0.008	22.1	808 01
80	0.002	22.51	187 01
81	0.005	23.35	514 01
82	0.009	23.59	889 02
83	0.003	23.75	299 02
84	0.173	23.91	17968 02
85	0.009	24.2	977 03
86	0.02	24.49	2052 01
87	0.47	24.79	48781 01
88	0.05	25.28	9375 01
89	0.008	25.58	9135 01
90	0.015	25.81	1554 02
91	0.024	25.98	2524 02
92	0.003	26.15	264 02
93	0.005	26.33	566 03
94	0.015	26.57	1520 02
95	0.006	26.74	574 02
96	0.015	27.	1593 02
97	0.003	27.27	338 02
98	0.006	27.49	573 02
99	0.004	27.62	461 02
100	0.011	27.78	1100 02
101	0.007	28.01	691 02
102	0.005	28.13	510 02
103	0.004	28.5	398 02
104	0.	28.64	49 03
105	0.004	29.07	403 01
106	0.13	29.42	13457 02
107	0.006	29.61	3738 02
108	0.019	29.77	1972 02
109	0.024	29.93	2482 02
110	0.028	30.14	2921 02
111	0.516	30.39	53637 03
112	0.091	30.63	9421 02
113	0.019	30.7	1993 03
114	0.016	30.97	1662 02
115	0.022	31.08	2310 02
116	0.019	31.15	1937 02
117	0.015	31.17	1565 03
118	0.003	31.48	336 01
119	0.062	31.75	6461 02
120	0.007	32.41	679 02
121	0.043	32.69	4513 02
122	0.005	33.11	535 02
123	0.003	33.43	344 02
124	0.004	33.77	257 03
125	0.003	35.06	278 02
126	0.007	35.31	740 02
127	0.001	35.53	73 03
128	0.005	36.2	525 02
129	0.003	36.6	263 03

1 1000 1000 1000 1000 1000 PT EVAL:

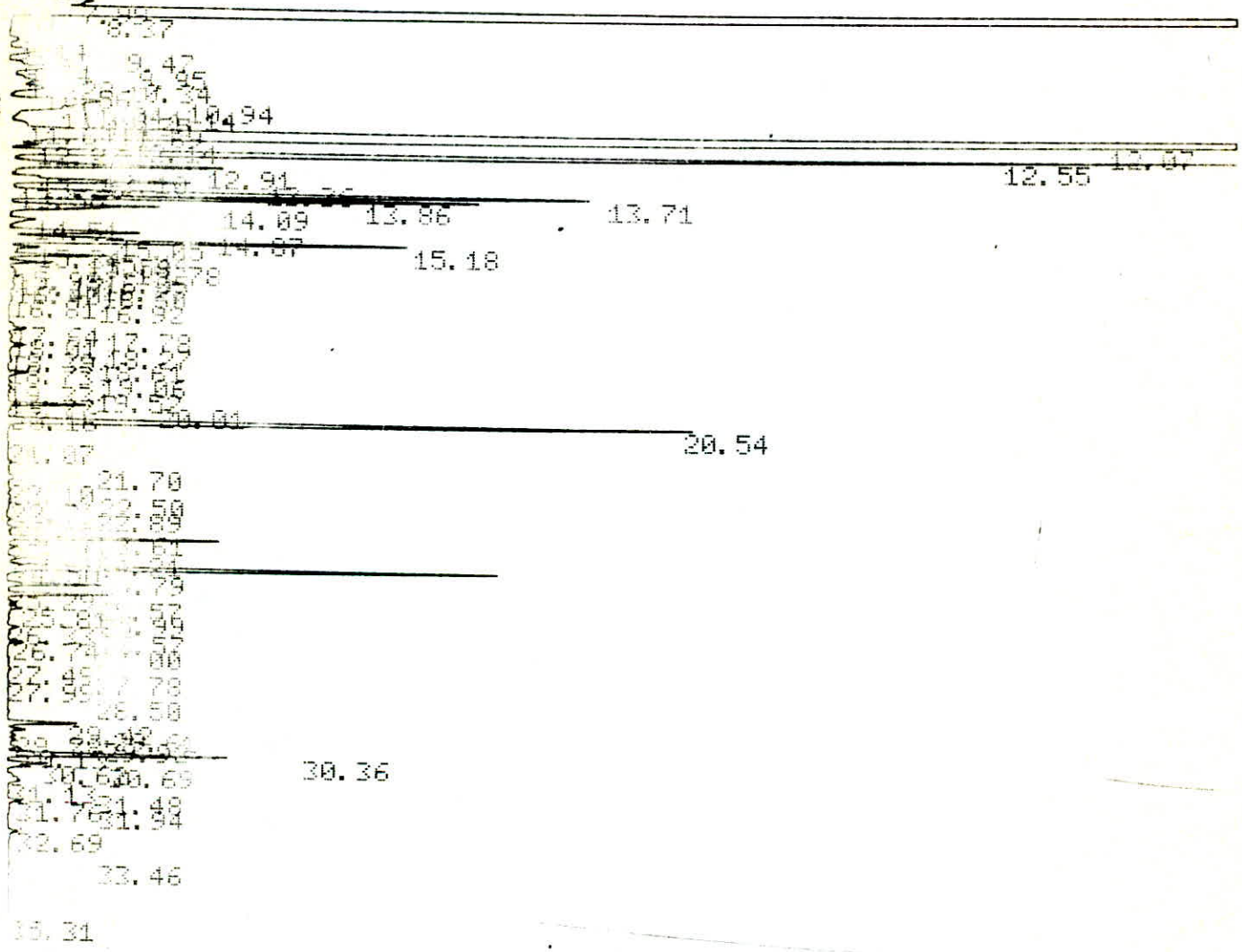
Fr 6 sur OV 101

PT= 11. 1000 1000 1000 1000 PT EVAL:

40-30/min 35

CHANNEL A INJECT 08/21/06 16:22:57

2.65 2.33
4.85 4.85
3.23 5.95



08/21/06 16:22:57 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 9 INDEX 9

PEAK# AREA RT AREA BC

1	0.42	2.33	11724 02
2	0.003	2.65	77 03
3	0.144	3.85	4014 02
4	0.012	4.05	327 02
5	0.011	4.09	305 03
6	0.029	5.83	816 02
7	0.029	5.85	806 02
8	0.018	5.88	507 02
9	0.012	5.9	322 02
10	0.024	5.94	681 02
11	0.029	5.98	799 03
12	0.864	7.99	24125 02
13	41.671	8.37	1163375 03
14	0.067	9.14	1858 02
15	0.26	9.47	7261 02
16	0.072	9.84	2007 02
17	0.36	9.95	10042 02
18	0.102	10.28	2851 02
19	0.23	10.34	6434 02
20	0.34	10.56	9499 02
21	0.689	10.94	19247 02
22	0.305	11.04	8526 02
23	0.111	11.14	3087 02
24	0.249	11.18	6952 02
25	0.033	11.35	935 02
26	0.105	11.64	2929 02
27	0.03	11.69	846 02
28	24.536	12.07	685003 02
29	0.1	12.14	2787 02
30	0.12	12.27	3339 02
31	6.582	12.55	183765 08
32	1.19	12.91	33224 06
33	0.002	13.1	62 07
34	0.091	13.25	2535 02
35	0.957	13.36	26705 02
36	0.013	13.56	357 02
37	3.001	13.71	83775 02
38	1.758	13.86	49073 08
39	0.913	14.09	25496 05
40	0.161	14.51	4486 02
41	0.619	14.87	17288 02
42	0.463	15.05	12929 02
43	1.601	15.18	44689 02
44	0.126	15.34	3519 02
45	0.032	15.44	896 02
46	0.367	15.58	10240 02
47	0.167	15.78	4651 02
48	0.021	15.98	599 02
49	0.032	16.05	884 02
50	0.043	16.17	1199 02
51	0.031	16.27	866 02
52	0.022	16.4	612 02
53	0.044	16.5	1221 03
54	0.024	16.81	664 02
55	0.014	16.92	396 03

Fr 6 sur DV AB 1

730

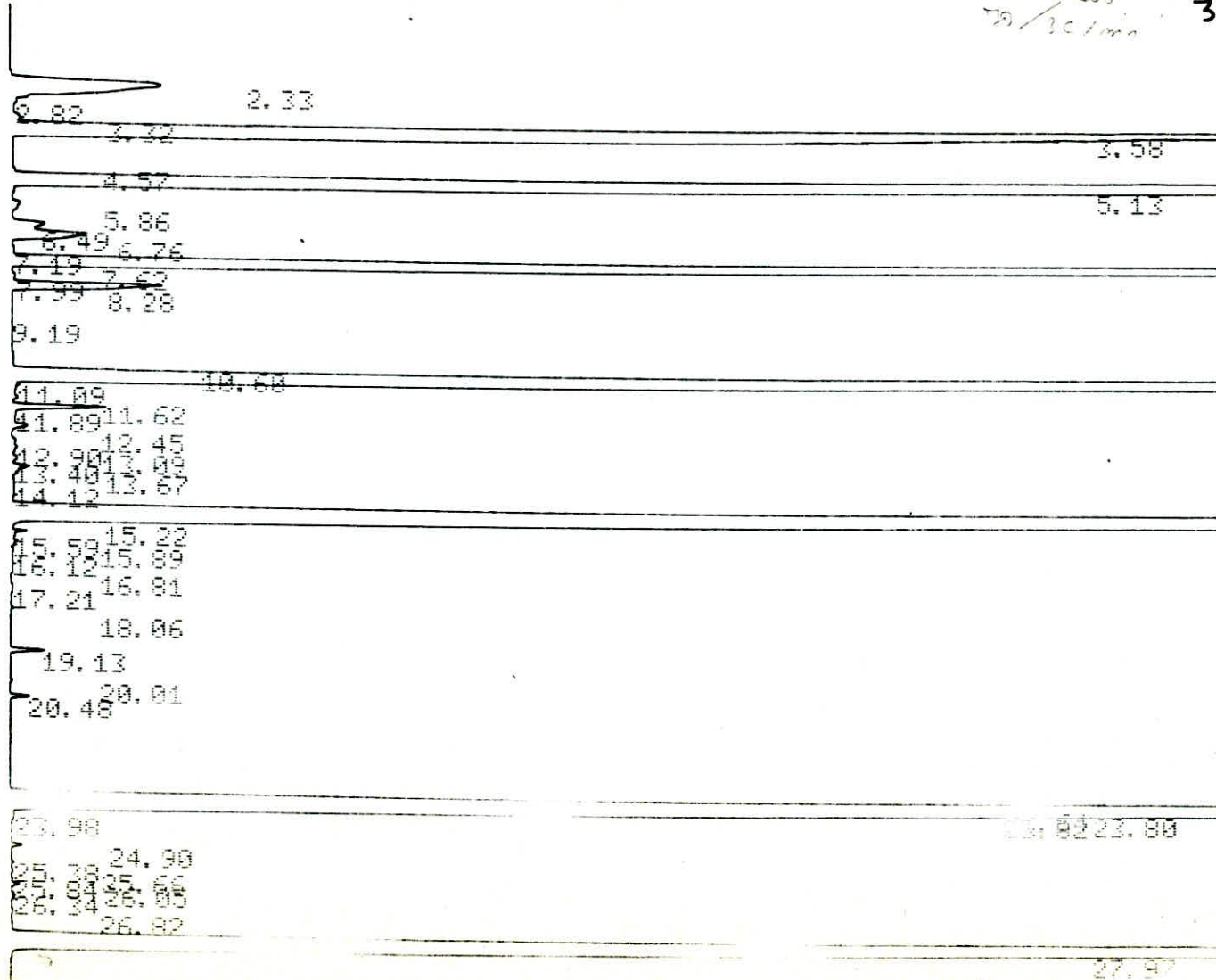
56	0.020	17.64	711 02
57	0.009	17.78	2506 02
58	0.026	18.01	712 02
59	0.086	18.27	2413 02
60	0.006	18.39	162 03
61	0.008	18.61	222 02
62	0.017	18.73	488 03
63	0.11	19.06	3074 02
64	0.02	19.33	570 02
65	0.025	19.52	700 03
66	0.008	19.77	218 02
67	0.333	20.01	9283 02
68	0.017	20.16	475 03
69	3.146	20.54	87820 01
70	0.014	21.07	402 01
71	0.039	21.7	1079 02
72	0.079	22.1	2206 02
73	0.027	22.5	753 02
74	0.031	22.71	857 02
75	0.023	22.89	639 02
76	0.024	23.35	670 02
77	0.055	23.61	1547 02
78	0.858	23.91	23950 02
79	0.064	24.21	1795 02
80	0.123	24.5	3442 02
81	2.339	24.79	65295 02
82	0.415	25.29	11593 02
83	0.423	25.57	11796 02
84	0.048	25.81	1339 02
85	0.103	25.99	2866 02
86	0.018	26.33	499 02
87	0.063	26.57	1770 02
88	0.013	26.74	357 02
89	0.086	27.	2392 02
90	0.026	27.49	728 02
91	0.022	27.78	602 02
92	0.021	27.99	591 02
93	0.009	28.5	256 03
94	0.286	29.42	7980 02
95	0.072	29.61	2021 02
96	0.031	29.78	859 02
97	0.026	29.92	730 03
98	0.042	30.13	1181 02
99	0.981	30.36	27383 03
100	0.169	30.62	4715 02
101	0.042	30.69	1183 03
102	0.138	31.13	3855 01
103	0.004	31.48	125 01
104	0.063	31.76	1758 02
105	0.012	31.94	334 03
106	0.036	32.69	1011 01
107	0.005	33.46	127 01
108	0.005	35.74	174 04

1000 999 1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

C₈-C₁₅ Sur OV 101
- C₁₅ Sur OV 101

CHANNEL A INJECT 08/21/06 17:10:06

200
70/30/min 36



6y 505 000 00 400

PK#	AREA	RT	AREA	BC
1	0.924	2.33	83700	02
2	0.003	2.82	300	03
3	0.02	3.32	1796	02
4	7.509	3.58	680354	03
5	0.007	4.57	671	02
6	11.291	5.13	1023026	02
7	0.03	5.86	2722	02
8	0.101	6.49	9151	02
9	0.299	6.76	27123	02
10	0.006	7.19	515	02
11	10.323	7.62	935279	02
12	0.007	7.99	661	02
13	0.455	8.28	41221	03
14	0.013	9.19	1176	02
15	0.014	10.6	1227	02
16	10.035	11.09	1498128	02
17	0.017	11.62	1513	02
18	0.101	11.89	17438	02
19	0.039	12.45	3496	02
20	0.01	12.9	888	02
21	0.011	13.09	1006	02
22	0.017	13.4	1526	02
23	0.048	13.67	4317	02
24	0.017	14.12	1539	02
25	21.729	15.22	1968747	02
26	0.025	15.59	2237	02
27	0.008	15.89	765	02
28	0.004	16.12	346	03
29	0.001	16.81	133	01
30	0.001	17.21	73	01
31	0.001	18.06	113	01
32	0.043	19.13	3927	01
33	0.003	20.01	229	01
34	0.025	20.48	2276	01
35	6.651	23.64	602635	02
36	7.914	23.8	717987	02
37	2.157	23.82	195397	03
38	0.002	23.98	167	01
39	0.015	24.9	1326	01
40	0.002	25.38	221	01
41	0.004	25.66	389	02
42	0.002	25.84	215	02
43	0.012	26.05	1116	03
44	0.002	26.34	185	01
45	0.001	26.82	101	01
46	13.498	27.97	1222994	01
TOTAL	00.		9060352	

HANMEL A INJECT 12/07/90 11:14:49



12/07/90 11:14:49

CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	5	INDEX	5
PEAK#		WGT%	RT	AREA	BC		
1		1.13	5.8	13364	02		
2		0.74	5.83	8754	02		
3		0.349	5.88	4361	02		
4		0.484	5.91	5722	02		
5		0.273	5.94	3226	02		
6		0.316	5.96	3731	02		
7		0.263	5.98	3114	02		
8		0.257	6.	3038	02		
9		0.229	6.02	2704	02		
10		0.599	6.04	7087	02		
11		0.067	6.13	792	02		
12		0.09	6.15	1062	02		
13		0.223	6.19	2640	02		
14		0.097	6.28	1141	02		
15		0.062	6.32	731	02		
16		0.08	6.36	948	02		
17		0.1	6.38	1186	03		
18		12.548	6.89	148361	02		
19		7.8.5	6.95	92637	02		
20		5.307	6.99	63578	02		
21		64.943	7.27	767863	03		
22		0.007	7.39	78	01		
23		0.058	7.54	652	01		
24		0.475	7.78	5622	02		
25		0.017	7.88	200	02		
26		0.175	7.96	2067	03		
27		3.16	8.32	37358	01		
28		0.03	9.08	352	01		

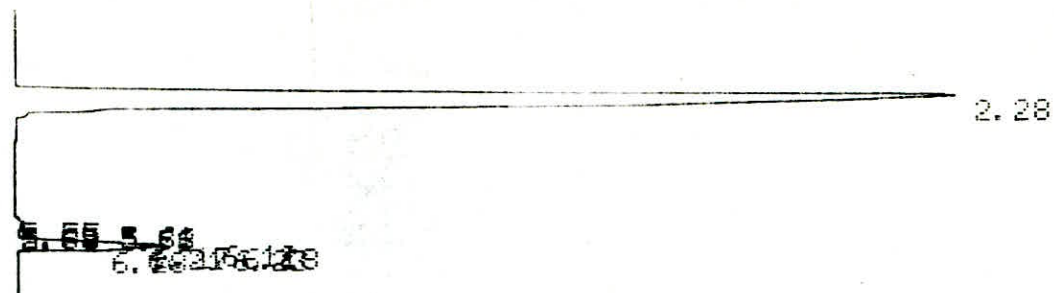
TOTAL 100. 1182369

1000 1000 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

Camphen[®] + hexane

38

CHANNEL A SUBJECT 12/07/90 11:02:17



12/07/90 11:02:17

CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 4	INDEX 4
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	91.423	2.28	1844267 01
2	0.124	5.55	2497 02
3	0.047	5.61	950 02
4	0.008	5.65	160 02
5	0.019	5.66	377 02
6	0.027	5.68	550 02
7	0.02	5.72	402 02
8	0.045	5.74	915 03
9	1.9	6.12	38329 02
10	1.921	6.17	38754 02
11	0.566	6.18	11418 02
12	1.124	6.21	22684 02
13	1.482	6.23	29900 02
14	1.293	6.28	26090 03
TOTAL	100.		2017293

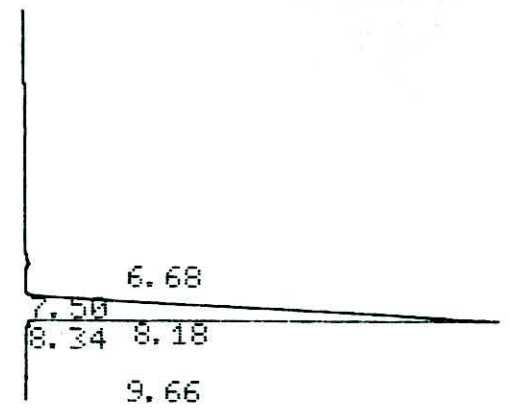
083

READY
DATE " 12/07/90
TIME " 9:10
CS= 0.5
PW=3
AT= 64

996 996 997 998 997 998 998 999 999 999 999 999
998 999 999 999 999 1000 999 1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 12/07/90 10:00:30

D³-Carène



12/07/90 10:00:30 CH= "A" PS= 1.

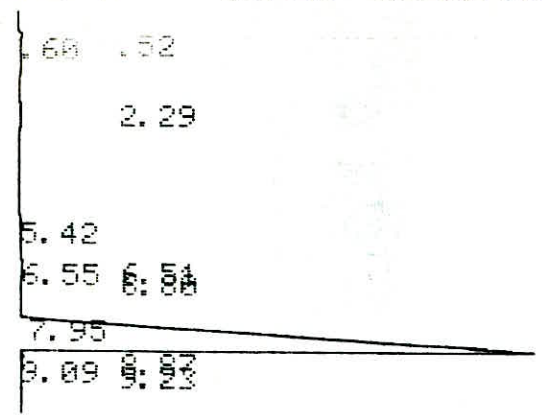
FILE 1.	METHOD 0.	RUN 1	INDEX 1
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.423	6.68	3509 01
2	0.139	7.5	1152 02
3	99.363	8.18	823895 03
4	0.061	8.34	504 01
5	0.014	9.66	113 01
TOTAL	100.		829173

1000 1000 1000 1000 1000 1000-PT EVAL:
PT= 12.

Limonene

40

CHANNEL A INJECT 12/07/90 11:28:49



084

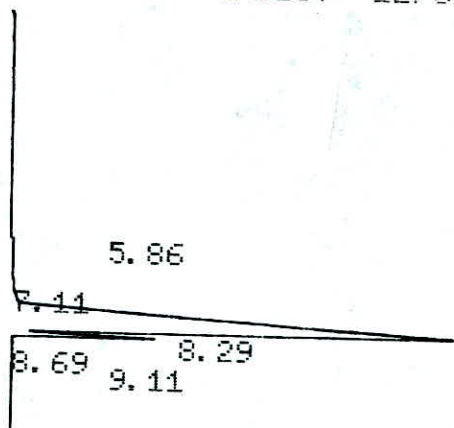
12/07/90 11:28:48 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	6	INDEX	6
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	0.023	0.52	275	02			
2	0.015	0.6	183	03			
3	0.115	2.29	1357	01			
4	0.143	5.42	1687	01			
5	0.095	6.51	1123	02			
6	0.058	6.55	689	02			
7	0.285	6.8	3372	03			
8	0.033	7.95	390	02			
9	99.124	8.87	1171925	02			
10	0.093	9.09	1099	02			
11	0.015	9.23	182	03			
TOTAL	100.		1182282				

1000 1000 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

α-Terpinen 41

CHANNEL A INJECT 12/07/90 10:30:08



12/07/90 10:30:08 CH= "A" PS= 1.

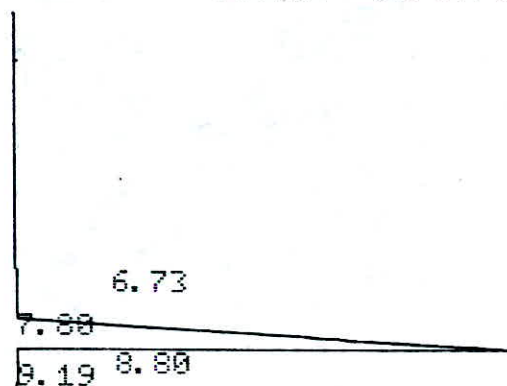
FILE 1.	METHOD 0.	RUN 2	INDEX 2
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.101	5.86	942 01
2	0.788	7.11	7369 02
3	98.88	8.29	925157 02
4	0.121	8.69	1134 02
5	0.111	9.11	1036 03
TOTAL	100.		935638

1000 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

Eucalyptol

42

CHANNEL A INJECT 12/07/90 11:44:09



12/07/90 11:44:09 CH= "A" PS= 1.

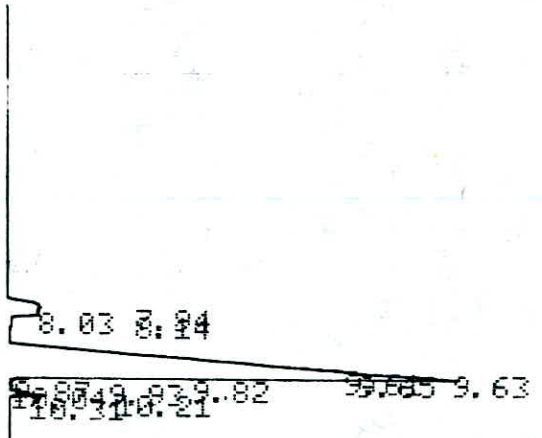
FILE	1.	METHOD	0.	RUN	7	INDEX	7
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	0.149	6.73	1547	01			
2	0.054	7.8	563	02			
3	99.777	8.8	1036888	03			
4	0.02	9.19	209	01			
TOTAL	100.		1039207				

1000 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

Terpinen

43

CHANNEL A INJECT 12/07/90 10:45:34



082

12/07/90 10:45:34 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	3	INDEX	3
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	2.446	7.94	27481	02			
2	1.404	8.03	15779	02			
3	1.383	8.14	15543	03			
4	50.874	9.61	571571	02			
5	5.11	9.63	57412	02			
6	1.958	9.65	21999	02			
7	35.198	9.82	395451	02			
8	0.186	9.87	2089	03			
9	0.055	9.93	622	01			
10	0.05	10.04	558	01			
11	0.321	10.21	3608	02			
12	1.013	10.31	11386	03			

TOTAL 100. 1123499

completing to know

Linalool

1001 1000 1001 1001 1000 1000PT EVAL:
PT= 18.
1000 1001 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 12/07/90 12:18:48

2.73 2.22
6.81
7.88 8.20
9.18 9.39
9.86

11.38

11.40 11.50 11.60 11.70 11.80 11.90 12.00 12.10 12.20 12.30 12.40 12.50 12.60 12.70 12.80 12.90 13.00 13.10 13.20 13.30 13.40 13.50 13.60 13.70 13.80 13.90 14.00 14.10 14.20 14.30 14.40 14.50 14.60 14.70 14.80 14.90 15.00

12/07/90 12:18:48

CH= "A" PS= 1.

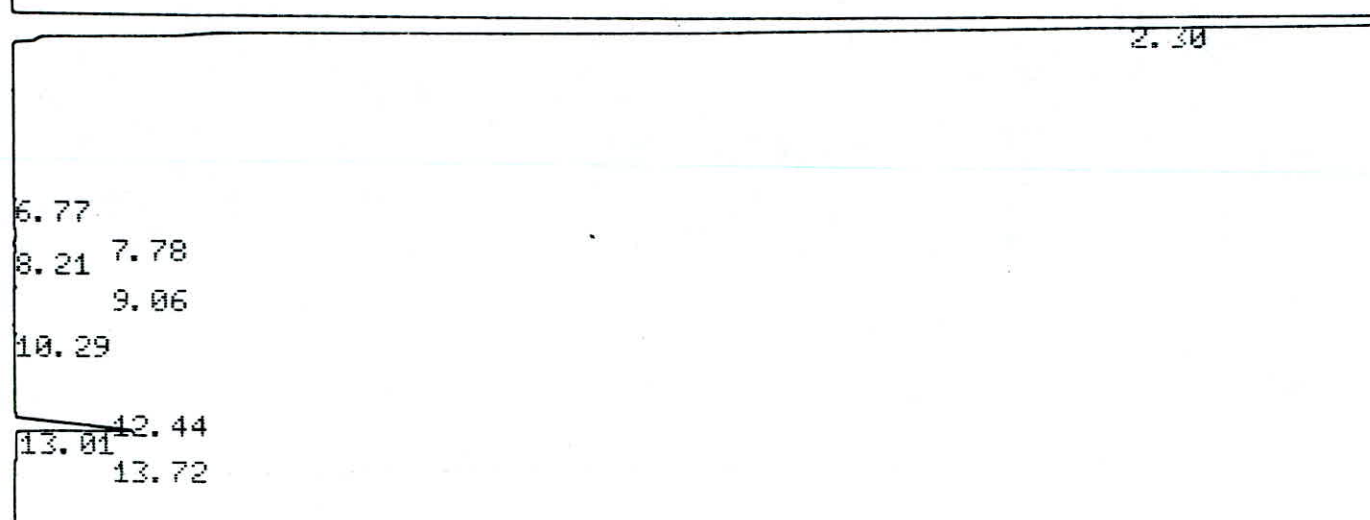
FILE	METHOD	Q.	RUN	9	INDEX	9
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC		
1	0.083	2.22	1056	01		
2	0.019	2.73	243	01		
3	0.054	6.81	679	01		
4	0.427	7.88	5405	02		
5	0.072	8.2	914	03		
6	0.032	9.18	400	02		
7	1.33	9.39	16839	02		
8	1.477	9.86	18701	02		
9	66.378	11.38	840167	02		
10	26.321	11.59	333151	02		
11	0.009	11.66	119	03		
12	2.19	12.15	27722	01		
13	0.014	12.28	175	01		
14	0.015	12.56	190	01		
15	0.019	12.87	245	02		
16	0.071	13.03	897	02		
17	0.07	13.18	888	03		
18	0.014	13.36	179	01		
19	1.176	13.93	14885	02		
20	0.084	13.93	1066	03		
21	0.005	14.11	63	01		
22	0.039	14.3	491	02		
23	0.054	14.59	685	03		
24	0.014	14.83	175	01		
25	0.032	15.06	402	01		
TOTAL	100.		1265737			

AT= 32
1000 1000 1000 PT EVAL:
PT= 12.

46

CHANNEL A INJECT 12/07/90 15:10:58

hexane + bornesol
hexane + bornesol



093

12/07/90 15:10:58 CH= "A" PS= 1.

FILE	METHOD	0.	RUN	15	INDEX	15
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC		
1	96.171	2.3	1568333	01		
2	0.019	6.77	313	01		
3	0.083	7.78	1358	02		
4	0.043	8.21	703	03		
5	0.011	9.06	180	01		
6	0.009	10.29	148	01		
7	0.037	12.44	607	02		
8	3.618	13.01	58997	03		
9	0.008	13.72	134	01		

TOTAL 100.000 1568333

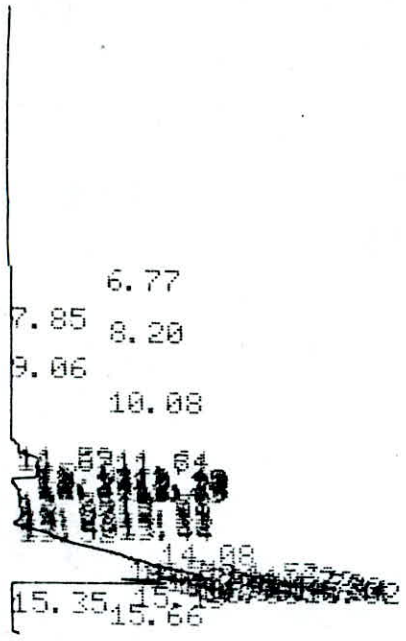
1001 1001 1000 1001 1000 1000 1000 PT EVAL:
 PT EVAL:
 PT= 12.
 PT= 12.

47

terpinol

CHANNEL A INJECT 12/07/90 13:05:01

γ-terpinol



12/07/90 13:05:01 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 11 INDEX 11

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.04	6.77	395	01
2	0.176	7.85	1763	02
3	0.241	8.2	2405	03
4	0.024	9.06	240	01
5	0.115	10.08	1147	01
6	0.325	11.59	3251	02
7	0.212	11.64	2120	02
8	0.126	11.67	1258	02
9	0.402	11.71	4019	02
10	3.934	12.01	39316	02
11	0.311	12.1	3110	02
12	0.393	12.13	3931	02
13	0.248	12.15	2480	02
14	0.275	12.17	2753	02
15	0.627	12.22	6264	02
16	0.377	12.24	3769	02

17	0.502	12.27	5021 02
18	0.519	12.29	5186 02
19	0.318	12.34	3174 02
20	0.319	12.36	3188 02
21	0.444	12.38	4438 02
22	0.7	12.41	6995 02
23	0.527	12.45	5268 02
24	0.651	12.76	6508 02
25	0.258	12.78	2579 02
26	0.096	12.83	963 02
27	0.276	12.91	2757 02
28	0.336	12.97	3361 02
29	0.42	12.99	4195 02
30	0.203	13.07	2024 02
31	0.143	13.11	1430 02
32	0.445	13.22	4450 02
33	1.143	13.32	11424 02
34	0.199	13.4	1991 02
35	0.447	13.44	4465 02
36	0.483	13.52	4828 02
37	7.059	14.08	70539 02
38	19.428	14.51	194147 02
39	2.67	14.53	26679 02
40	2.797	14.59	27955 02
41	2.536	14.62	25342 02
42	5.64	14.7	56362 02
43	1.694	14.72	16925 02
44	3.186	14.76	31841 02
45	2.169	14.79	21672 02
46	5.095	14.85	50919 02
47	3.738	14.89	37357 02
48	2.124	14.91	21226 02
49	4.974	14.94	49701 02
50	3.444	14.99	34413 02
51	3.524	15.02	35211 02
52	5.222	15.06	52180 02
53	8.417	15.19	84109 03
54	0.004	15.35	36 01
55	0.022	15.66	215 01

δ. terpineole

48

680

TOTAL 100. 999295

17	1.045	16.6	7182 02
18	1.407	16.65	9670 02
19	2.897	16.71	19902 02
20	11.897	16.92	81741 02
21	4.072	16.96	27982 02
22	2.08	17.	14290 02
23	1.93	17.03	13262 02
24	1.795	17.05	12336 02
25	1.816	17.08	12476 02
26	2.606	17.11	17908 02
27	2.052	17.14	14100 02
28	6.707	17.22	46084 02
29	2.784	17.24	19128 02
30	2.486	17.27	17084 02
31	2.18	17.3	14978 02
32	2.222	17.32	15267 02
33	2.068	17.34	14212 02
34	2.289	17.36	15729 02
35	2.759	17.38	18956 02
36	4.791	17.42	32921 02
37	1.771	17.44	12168 02
38	4.252	17.48	29214 02
39	3.422	17.51	23511 02
40	3.483	17.54	23935 02
41	3.092	17.58	21243 02
42	0.947	17.58	6510 02
43	3.688	17.61	25339 02
44	3.237	17.63	22244 02
45	2.902	17.65	19939 03
46	0.041	18.52	281 01

geraniol

49

088

TOTAL

100.

687101

1000 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 12/07/90 12:39:59

geraniol
geraniol

50

087

6.75
7.87 8.17
9.57 10.35
12.83 12.91
14.55
15.68 15.86
15.66 15.66
16.57 16.57
18.52

12/07/90 12:39:59 CH="A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.049	6.75	337	01
2	0.16	7.87	1100	02
3	0.08	8.17	549	03
4	0.075	9.57	517	01
5	0.377	10.35	2590	01
6	0.149	12.83	1026	02
7	0.123	12.91	843	03
8	0.019	14.55	133	01
9	0.389	15.26	2676	02
10	0.826	15.36	5675	02
11	0.712	15.56	4889	02
12	0.297	15.61	2042	02
13	0.092	15.66	632	02
14	0.536	15.68	3682	02
15	0.752	15.8	5168	02
16	6.644	16.57	45650	02

2.00
3.16
6.53
7.88 8.17
10.27
12.73
13.27 13.77
14.93
15.46 15.22
16.57 16.42
17.59
19.14
19.69
20.95
21.68 21.35
22.55

12/07/90 13:26:50

CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 12	INDEX 12
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.799	2.	4640 01
2	0.054	3.16	371 01
3	0.155	6.53	903 02
4	0.164	7.88	951 02
5	0.209	8.17	1212 03
6	0.239	10.27	1390 01
7	0.128	12.73	745 02
8	0.135	13.27	782 02
9	3.202	13.77	18602 03
10	0.043	14.93	250 02
11	0.563	15.22	3268 02
12	0.268	15.46	1558 02
13	4.888	16.42	28398 02
14	4.394	16.57	25526 02
15	1.231	17.59	7150 02
16	83.142	19.14	483032 02
17	0.284	19.69	1186 03
18	0.033	20.95	193 01
19	0.019	21.35	109 01
20	0.104	21.68	606 01
21	0.017	22.55	99 03
TOTAL	100.		580971

AT= 64

CHANNEL A INJECT 12/07/90 14:36:10

Aromadendren 52

2.66 2.32

6.77

7.79 7.87

8.18 9.05

10.29

11.89

13.69 13.97

16.29

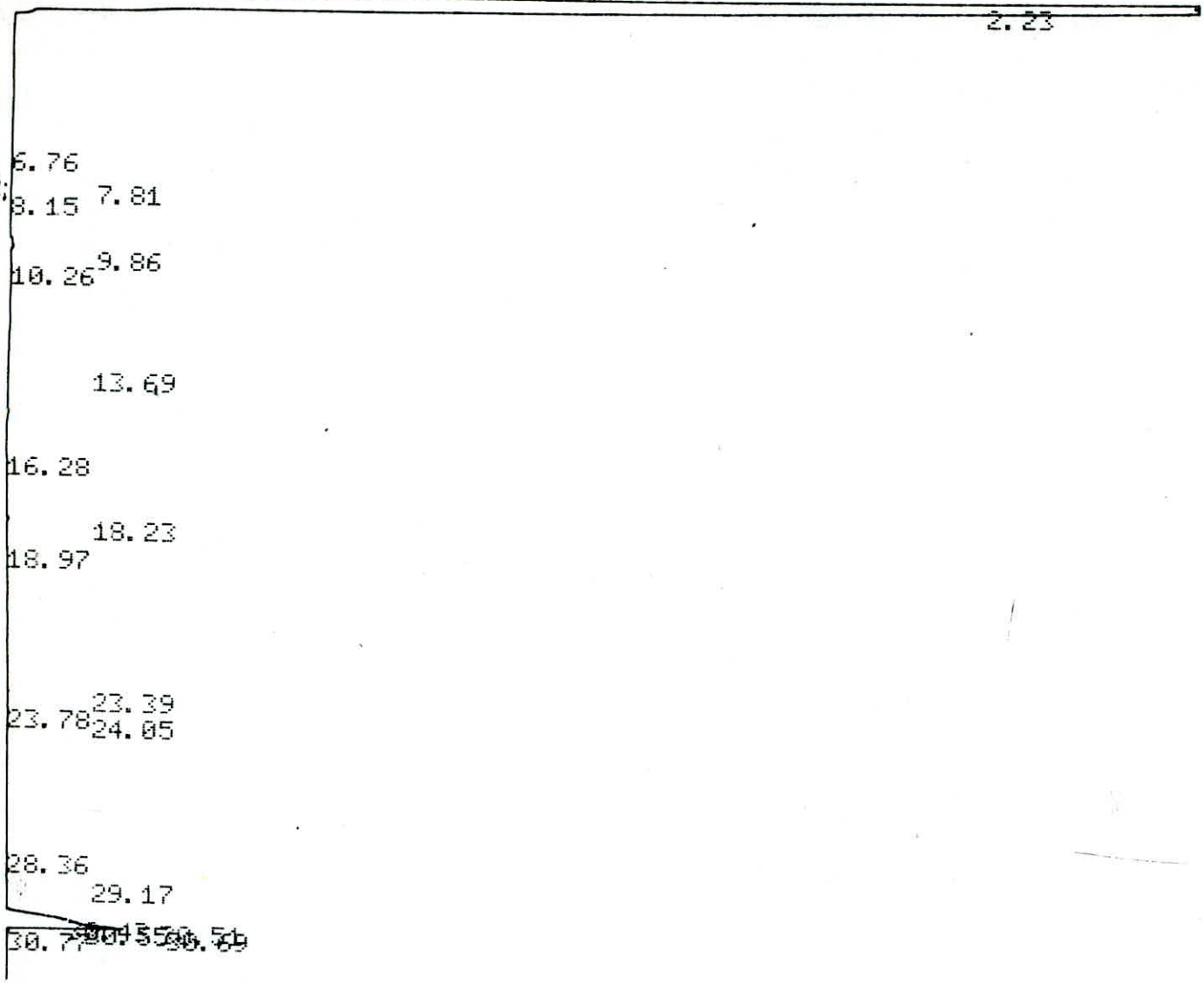
18.24

25.32

12/07/90 14:36:10 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 14 INDEX 14

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	1.673	2.32	5897	02
2	0.015	2.66	53	03
3	0.264	6.77	930	01
4	0.652	7.79	2299	02
5	0.608	7.87	2145	03
6	0.511	8.18	1800	01
7	0.183	9.05	646	01
8	0.232	10.29	818	01
9	0.037	11.89	131	01
10	0.292	13.69	1030	01
11	0.092	13.97	324	01
12	0.301	16.29	1062	01
13	0.378	18.24	1331	01
14	94.762	25.32	334042	01
TOTAL	100.		352508	



12/07/90 13:56:09 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 13 INDEX 13

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	94.116	2.23	1678712	01
2	0.011	6.76	194	01
3	0.04	7.81	705	02
4	0.032	8.15	576	03
5	0.237	9.86	4232	02
6	0.011	10.26	190	03
7	0.015	13.69	273	01
8	0.021	16.28	366	01
9	0.029	18.23	512	01
10	0.016	18.97	285	01
11	0.02	23.39	352	01
12	0.038	23.78	683	02
13	0.047	24.05	839	03
14	0.025	28.36	446	01
15	0.021	29.17	377	01
16	1.466	30.43	26143	02
17	0.964	30.51	17200	02
18	0.408	30.55	7274	02
19	2.463	30.69	43937	02
20	0.021	30.77	369	03

TOTAL 100. 1783665

