

وزارة التعليم العالي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

lex

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CONTRIBUTION A L'ETUDE
ANALYTIQUE PAR CHROMATOGRAPHIE
EN PHASE GAZEUSE , DES CONS-
TITUANTS D'HUILES ESSENTIELLES.

Proposé par :

P. R. BELAIBBES

Etudié par : M^{elle}

N. KERRI

Dirigé par :

P. R. BELAIBBES

PROMOTION : JUIN 90

ERATMH

page 1: Les arômes naturels et synthétiques,
extraits des aliments

page 3: - Une densité inférieure à 0,90
correspond à une forte proportion
de terpènes.
- Une densité supérieure à 0,90
laisse présumer la présence de
composés appartenant à la série
aromatique. (11)

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : *Genie chimique*

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

*Contribution à l'étude analytique
par chromatographie en phase
gazeuse, des constituants
d'huiles essentielles*

Proposé par :
P.R. BELABBES

Etudié par : M^{elle}
N. KERRI

Dirigé par :
P.R. BELABBES

PROMOTION : JUN 90

Ministère de l'Enseignement Supérieur
Ecole Nationale Polytechnique
Département: Génie Chimique
Promoteur : Mr R.BELABBES
Elève Ingénieur : Nadia KERRI

وزارة التعليم العالي
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
دائرة: الهندسة الكيميائية
المسؤول: السيد بلعباس رمضان
تلميذة مهندسة: نادية كيري

الموضوع : مساهمة لدراسة تحليلية لمكونات الزيوت الأساسية بواسطة
الكروماتوغرافية في الطور الغازي .

البلد : الشروط العملية الأكثر ملائمة لتحليل مكونات الزيوت الأساسية بواسطة
الكروماتوغراف الغازي باستخدام أثنابيب شميرية (PEG 20M , OV101)
قد حددت في ثبات وبرسجة خطية لدرجة الحرارة .
باستعمال الشواهد ومرءشرات الإمساك توصلنا الى
الكشف عن بعض المكونات في مختلف الزيوت الأساسية
للحطور الغذائية (البرتقال و اللوز المر)

Sujet : Contribution à l'étude analytique , par chromatographie en phase gazeuse , des constituants d'huiles essentielles .

Résumé : Les conditions opératoires les plus favorables d'analyse des constituants d'huiles essentielles, par chromatographie en phase gazeuse sur colonnes capillaires PEG 20 M et OV 101 ont été établies en isotherme et en programmation linéaire de température .

L'identification d'un certain nombre de constituants dans diverses huiles essentielles d'arômes alimentaires (oranges et amande amère) , à pu être menée concomitamment par l'utilisation de substances étalons et la détermination des indices de rétention .

Subject : A contribution to analytical study by gas-chromatography of essential oils compents .

Abstract : The best operating conditions for the analysis of the essential oils components by gaz-chromatography in capillary columns (PEG 20 M and OV 101) have been done in linear programmation of the temperature and in isotherme conditions.

The identification of some components in several essential oils of orange flavor and of bitter almond flavor has been done both by the use of standard substance and the determination of the retention indices .

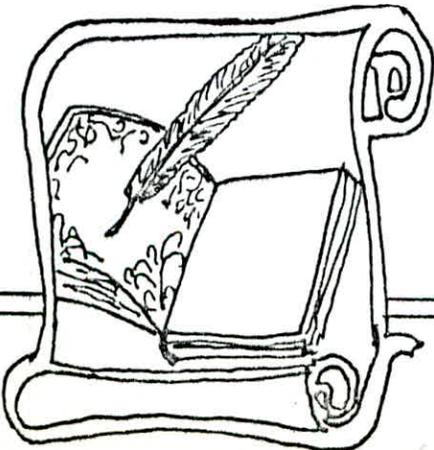
**** DEDICACES ****

Je dédie ce modeste travail:

- A mon père,
- A ma mère,

qui par leurs sacrifices, m'ont permis d'embrasser
cette magnifique carrière,

- A mes grands parents,
- A mes frères et soeurs qui m'ont apporté un
indéfectible soutien moral.
- A mes tantes,
- A tous les enseignants et professeurs qui ont
contribué à ma formation,
- A tous mes amis.



*** MEMBRES DE JURY ***

PRESIDENT:

Madame DJELLAS

Chargée de cours à l'E.N.P.

EXAMINATEURS:

Monsieur BELABBES

Professeur à l'E.N.P.

Madame CHARCHARI

Maitre assistant titulaire à
l'E.N.P.

Monsieur BOUMGHAR

Maitre assistant titulaire à
l'E.N.P.

Madame BOUCHTAOUI

Maitre assistant stagiaire à
l'E.N.P.

*** REMERCIEMENTS ***

Le présent travail a été réalisé au département de génie chimique Ecole Nationale Polytechnique sous la direction de Monsieur R.BELABBES , professeur à l'E.N.P; qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour son aide et ses conseils précieux.

Qu'il me soit permis de remercier très sincèrement Mme DJELLAS, chargée de cours à l'E.N.P. et lui exprimer ma reconnaissance d'avoir bien voulu accepter de présider le jury de cette soutenance.

J'exprime mes profonds remerciements à Mme CHARCHARI et M. BOUMGHAR, maitres assistants à l'E.N.P. pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de participer au jury.

Mes remerciements vont également à Mme BOUCHTAOUI, assistante stagiaire à l'E.N.P. pour avoir accepté de faire partie du jury.

Que Melle BENHABILES trouve ici l'expression de ma profonde affection pour son soutien moral et sa compagnie.

Je remercie tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail.

	pages
INTRODUCTION	-1-
A- <u>ETUDE THEORIQUE:</u>	
I- <u>GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES</u>	-2-
I-1 HISTORIQUE	-2-
I-2 DEFINITION	-2-
I-3 ANATOMIE	-3-
I-4 PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES	-3-
I-5 COMPOSITIONS CHIMIQUES	4
I-6 PROCEDES D'EXTRACTION	-5-
II- <u>LES HUILES ESSENTIELLES D'AMANDE AMERE:</u>	-7-
II-1 GENERALITES	-7-
II-2 MODE D'OBTENTION	-8-
II-3 PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES	-9-
II-4 COMPOSITION CHIMIQUE	-12-
II-5 ADULTERATION	-12-
II-6 CONSERVATION	-12-
II-7 EMPLOIS	-12-
III- <u>DETERPENATION DES HUILES ESSENTIELLES</u>	-13-
IV- <u>LES HUILES ESSENTIELLES D'ORANGES:</u>	-14-
IV-1 INTRODUCTION	-14-
IV-2 CLASSIFICATION	-15-
IV-3 CARACTERES BOTANIQUES	-16-

IV-4 EXTRACTION	-16-
IV-5 PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES	-17-
IV-6 CONTAMINATION ET ADULTERATION	-20-
IV-7 COMPOSITION CHIMIQUE	-21-
IV-8 ESSENCE DETERPENEES	-23-
IV-9 USAGES	-23-
 V- GENERALITES SUR LES ARÔMES ALIMENTAIRES	 -24-

V-1 INTRODUCTION	-24-
V-2 DEFINITION	-24-
V-3 COMPOSITION DES ARÔMES	-24-
V-4 CLASSIFICATION ARÔMATIQUE	-25-
V-5 EVALUATION ARÔMATIQUE	-25-
 VI- TECHNIQUES D'ANALYSE DES ARÔMES	 -26-

VI-1 CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE	-26-
VI-2 AUTRES METHODES D'EXTRACTION ET DE SEPARATION	-27-
VI-3 METHODES D'IDENTIFICATION	-29-
 VII- CONTRÔLES ANALYTIQUES DES HUILES ESSENTIELLES	 -32-

VII-1 CONTRÔLES SENSORIELS	-32-
a- L'ODEUR	-32-
b- L'OLFACTION ET PERCEPTION	-32-
c- METHODES D'ANALYSE	-33-
* L'EVALUATION SENSORIELLE COUPLEE AVEC LA CHROMATOGRAPHIE GAZEUSE	-33-
* LES SEUILS OLFACTIFS ET LES UNITES D'ODEUR	-33-
VII-2 CONTRÔLES OBJECTIFS	-33-
 VIII- TRAVAUX ANTERIEURS RELATIFS AUX HUILES ESSENTIELLES D'ORANGES ET D'AMANDES	 -35-

B- ETUDE EXPERIMENTALE

I- <u>INTRODUCTION</u>	-42-
II- <u>CHROMATOGRAPHIE APPLIQUEE AUX HUILES ESSENTIELLES</u> <u>D'AROMES ALIMENTAIRES</u>	-42-
II-1 INTRODUCTION	-42-
II-2 APPAREILLAGE UTILISE	-43-
II-3 CONDITIONS OPERATOIRES	-46-
II-3-1 RESULTATS	-47-
II-3-2 CONCLUSION	-64-
III- <u>CONTROLE ANALYTIQUE DES AROMES D'ORANGES ET D'AMANDE</u> <u>AMERE</u>	-65-
III-1 APPLICATION DES GRANDEURS DE RETENTION A LA SEPARATION ET A L'IDENTIFICATION	-65-
III-2 EVALUATION DES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES.	-71-
III-2-1 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES	-71-
III-2-2 CARACTERISTIQUES CHIMIQUES	-73-
III-3 EVALUATION <i>SEMI</i> - QUANTITATIVE.	-79-
C- <u>CONCLUSION GENERALE</u>	-82-
D- <u>ANNEXE</u>	

0111

naturels et synthétiques

Les arômes, extraits des aliments ou provenant de réactions modèles, résultent de la perception olfactive d'un très grand nombre de composés, lesquels à l'état de traces, sont responsables de leur note caractéristique. Il s'agit en particulier des composés sulfurés, aminés et hétérocycliques, de polarités très différentes et qui n'ont en commun qu'une certaine volatilité.

L'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse dans l'analyse des arômes et huiles essentielles a apporté une contribution inestimable à la séparation de ces mélanges fort complexes et aux déterminations tant qualitative que quantitative de leurs constituants. De nombreux travaux ont été ainsi consacrés à la mise au point des meilleures conditions analytiques pour l'étude de tels produits.

Il est important de noter que la totalité des huiles essentielles sont importées sans analyse préalable et souvent le marché leur attribue des qualités qui ne leur correspondent pas.

Aussi dans le cadre de l'analyse des huiles essentielles par chromatographie en phase gazeuse, nous présentons ici une contribution à la séparation et à l'identification de certains constituants d'arômes d'oranges brut, déterpénée, 5x concentrée et d'amande amère provenant de l'Entreprise Nationale de Distribution Chimique (DIPROCHIM).

Dans ce contexte, notre étude portera sur les trois parties suivantes:

1/ étude de la rétention des produits monoterpéniques hydrocarbonés par chromatographie en phase gazeuse en vue d'un choix des conditions opératoires optimales dans l'analyse des huiles essentielles.

2/ Après avoir établi le graphe ou la table de référence des indices de Kováts, nous procéderons à l'identification des constituants majeurs des arômes étudiés.

3/ Enfin, afin d'apprécier la qualité de ces arômes divers tests seront menés tout d'abord en mesurant leurs propriétés physico-chimique, puis en les analysant par chromatographie en phase gazeuse.

A- ETUDE THEORIQUE

I-Généralités sur les huiles essentielles:

I-1 Historique:

Les parfums dérivés des produits naturels existent depuis l'antiquité la plus reculée. L'usage des substances odorantes ou composés aromatiques, d'abord réservé par chaque peuple aux cérémonies religieuses, s'est étendu aux fêtes profanes et enfin à la toilette. (1)

Jadis dans les civilisations occidentales, on préparait les substances odorantes en traitant les matières végétales, soit par distillation, soit par des méthodes assez analogues à celles appelées aujourd'hui enfleurage et macération. (2)

La Chine, L'Inde, La Perse, pays à végétation intense, semblent avoir pratiqué la distillation depuis plusieurs millénaires, isolées à l'origine, ces contrées entrèrent plus tard en relation avec les Egyptiens, qui répandirent en Occident les essences de rose, de cannelle et de nombreux baumes et arômes. Les Grecs, instruits par eux initièrent à leur tour les Romains (1)

Dés le 18^{ème} siècle, les huiles essentielles obtenues sont déjà plus fines, on se préoccupe du rendement des plantes qui les fournissent, et l'on commence à contrôler les falsifications.

Entre 1830 et 1835, Dumas étudie analytiquement les essences et les classes en trois groupes d'après leur composition:

- 1- Essences ne renfermant que du carbone et de l'hydrogène (citron, térébenthines...)
- 2-Essences qui contiennent de l'oxygène (anis, eugénol, camphre...)
- 2-Essences qui renferment en plus, du soufre (moutarde), de l'azote (amandes amères).

En 1866, A.KEKULE inventa le terme de terpènes pour désigner la classe des constituants la plus répandue dans les formules d'huiles essentielles. (3)

Actuellement, environ deux mille huiles essentielles ont été décrites et parmi elles, deux cents ont fait l'objet d'importantes transactions commerciales de sorte qu'elles sont très largement utilisées dans les cosmétiques et comme ingrédients d'arômes dans les produits alimentaires. (4)

I-2 Définition:

Une huile essentielle est définie comme étant une matière volatile extraite à partir de la matière odorante d'une forme botanique ou d'espèce qui sont agréés de nom et d'odeur. (4)

Les huiles essentielles parfois appelées essences sont des mélanges complexes de composés organiques obtenues:

* Soit par hydrodistillation ou entraînement à la vapeur d'eau de végétaux à l'état frais ou sec.

* Soit par expression à froid du péricarpe des fruits d'hésperidées (5)

Elles doivent être définies à la fois d'après :

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

I-3 Anatomie végétale:

Les huiles essentielles sont extraites de plantes ou d'arbres de diverses familles dont le caractère commun est de pousser dans les régions chaudes du globe (3)

Le plus souvent, les huiles essentielles existent toutes formées dans les plantes et sont localisées soit dans les cellules épidermiques des pétales (rose), soit dans des poils sécréteurs (menthe) ou dans des poches sécrétrices (zeste d'orange) ou dans des canaux sécréteurs (pin). (7)

Il arrive très fréquemment que dans une même plante, la composition des essences peut varier d'un organe à l'autre, ex=huiles essentielles de fleurs, de feuilles et de fruits de divers citrus (8). Souvent les essences provenant d'une même partie de la plante accusent entre elles des différences notables dues à l'état de maturité, au lieu d'origine, à la nature du sol aux conditions climatiques, etc. Les éléments responsables de la formation des huiles sont la lumière solaire et l'oxygène de l'air (9)

I-4 Propriétés physico-chimiques:

Les essences ou huiles essentielles, connues également sous le nom d'huiles volatiles, de parfums, etc. sont des substances odorantes, huileuses, volatiles, incolores ou jaunâtres, inflammables, s'altérant facilement à l'air en se résignant. Elles sont ordinairement liquides à la température de 15°C. (10)

Elles sont peu solubles ou insolubles dans l'eau à laquelle elles communiquent leur odeur. Elles sont solubles dans l'alcool à divers degrés, ainsi que dans l'éther et les autres solvants organiques. (9)

Les essences possèdent un indice de réfraction souvent élevé et sont douées de pouvoir rotatoire. Leur densité est souvent inférieure à 1, certaines ont une densité supérieure à celle de l'eau: ce sont les huiles essentielles de sassafras, de cannelle, d'amande amère. Cette propriété permet de donner une idée sur la composition des huiles essentielles. Par exemple:

- Une densité inférieure à 0,90... correspond à une forte proportion de terpènes.
- Une densité supérieure à 0,90... laisse présumer la présence de composés appartenant à la série aromatique. (11)

Cependant, ces caractéristiques seules, ne sauraient servir de base à une conclusion définitive sans être précédées ou suivies par une appréciation organoléptique. En effet, comme dit Jean Card: "si l'odeur de l'huile essentielle n'est pas satisfaite, il importe peu que les constantes physico-chimiques soient correctes, le produit est à rejeter". (12)

I-5 Composition chimique

Ces huiles essentielles ne sont pas des combinaisons chimiques définies, mais au contraire des mélanges souvent très complexes de substances organiques appartenant aux classes les plus diverses. (7)

Elles constituent un mélange complexe de substances aromatiques et surtout terpéniques.

* Composés aromatiques

Ils sont caractérisés par l'existence dans leur formule d'un cycle à six atomes de carbone avec trois doubles liaisons alternées

Parmi ces composés nous pouvons citer:

- L'acide et l'aldéhyde cinnamiques (essence de cannelle)
- L'eugénol (essence de Girofle)
- Le Safrole (essence de sassafras), etc. (13)

* Composés terpéniques

Les terpènes sont des substances naturelles se trouvant dans les plantes sous forme d'hydrocarbures cycliques et acycliques.

Les hydrocarbures terpéniques sont des multiples exacts de l'isoprène (C_5H_8). Dans cette série, sont distingués:

- Les monoterpènes de formule $C_{10}H_{16}$
- Les sesquiterpènes: $C_{15}H_{24}$
- Les diterpènes: $C_{20}H_{32}$
- Les triterpènes: $C_{30}H_{48}$
- Les polyterpènes: $(C_5H_8)_n$

De nos jours, nous savons que les terpènes ne sont pas vraiment formés dans la nature à partir de l'isoprène; le véritable précurseur universel de tous les terpènes est l'acide mévalonique qui n'est connu que depuis 1956. (14)

En général, les terpènes sont des hydrocarbures, mais de nombreux dérivés fonctionnels de structure apparentée (alcools, aldéhydes, cétones, acides) sont également considérés comme composés terpéniques (15)

Dans certaines huiles essentielles, les hydrocarbures prédominent, comme exemple: essence de térébenthine; dans d'autres la majeure partie de l'essence est constituée de composés oxygénés donnant principalement le goût et l'odeur au parfum. Parmi ces composés oxygénés on peut noter la présence:

- * Alcools tel que: Linalol, Géraniol, Nérol,...
- * Ester (Acétate de linalyle-acétate de Géranyle,...)
- * Cétones (carvone, camphre,...)
- * Acides (acide acétique,...) (11)

I-6 Procédés d'extraction

L'extraction des huiles essentielles se fait par différentes méthodes, à cause de la variété des matières premières, et de la sensibilité considérable de certains parfums, qui oblige à employer des moyens peu violents, sans intervention d'agents chimiques trop énergétiques.

Parmi ces méthodes, *seront* cités:

- L'expression à froid
- L'entraînement à la vapeur d'eau
- L'extraction par solvants volatils
- L'extraction par solvants fixes (13)

a- Expression à froid:

L'expression est surtout utilisée dans le traitement des agrumes en vue de récupérer leurs essences contenues dans les poches oleifères (2). Dans l'industrie on procède par scarifications mécaniques et entraînement de l'huile essentielle par un courant d'eau. L'essence est séparée par décantation (13)

b- Entraînement à la vapeur d'eau:

L'entraînement des huiles essentielles des plantes par la vapeur d'eau est applicable à un grand nombre de cas: fleurs d'orange, citronnelle, menthe, lavande, girofle, lemon-grass, etc, et en général à toutes les essences qui ne sont pas sensiblement altérées par l'eau à 100°C (16)

Cette opération consiste à placer la plante ou partie de la plante dans un alambic traversé par un courant de vapeur d'eau; les constituants volatils, peu solubles dans l'eau, sont entraînés, condensés puis recueillis sous forme de distillats: L'huile est séparée par décantation (5)

L'essence ainsi obtenue n'est pas toujours identique à celle contenue dans la plante; certains constituants sont plus ou moins soustraits à l'essence par dissolution dans l'eau, et certains esters ont pu être partiellement hydrolysés (17)

c- Extraction par solvants volatils:

L'extraction par solvants volatils est aujourd'hui la méthode la plus utilisée dans l'industrie des parfums. L'épuisement de la matière végétale s'effectue tant à froid qu'à chaud au moyen de solvants organiques désodorisés tels que: benzène, hexane, toluène, éther de pétrole ou des mélanges binaires de solvants, dans des extracteurs hermétiquement clos. Cette extraction conduit à l'obtention d'essences concrètes, d'absolues et de résinoïdes. (18)

d- Extraction par solvants fixes:

Les solvants fixes utilisés par l'extraction des huiles essentielles sont principalement les matières grasses. L'extraction peut se faire, soit à chaud par macération, soit à froid par enflourage ou absorption. (17)

* Macération:

Ce procédé consiste à tremper la matière végétale dans un bac de graisse chaude, dans la quelle les substances aromatiques sont très solubles. (18)

* Enflourage:

Ce procédé permet de récupérer les matières odorantes les plus fines de certaines fleurs très fragiles (fleurs d'orange, pétales de rose) (16)

Ces fleurs sont mises en contact avec un corps gras qui se sature en huile essentielle au bout de quelques semaines. La pommade ainsi obtenue subit un épuisement à l'alcool absolu, et après évaporation sous vide de ce dernier, un concentré ou une absolue de pommade est obtenue gardant toute la finesse et le parfum de la fleur épuisée. (18)

II-Huile essentielle d'amande amère

II-1 Généralités:

II-1-1 Historique:

L'essence d'amande amère anciennement connue a été mentionnée en premier lieu en 1488 par "Saladin", et au 16^{ème} siècle par "Sancto-amando"; cependant les produits de distillation des amandes amères et d'autres semences d'amygdalées (prunoidées) semblent n'avoir eu qu'un emploi restreint au moyen âge et lors de l'usage général des eaux distillées. Ce n'est qu'au 18^{ème} siècle que l'attention fut de nouveau appelée sur cette huile volatile (7)

II-1-2 Présentation botanique:

a- Origine:

L'amandier peut être considéré comme originaire d'Asie Occidentale (Turquie, Iran, etc...). Il est fréquent dans les rocailles arides de l'Europe du Sud. Généralement cultivé dans le midi de la France, il se rencontre dans tous les pays bordant la méditerranée, notamment le Maroc, l'Algérie, mais également en Amérique (Californie) (19)

b- Caractère botanique:

L'amandier est un arbre à rameaux vert clair, le plus souvent étalés. Les feuilles sont elliptiques, lancéolées. Les fleurs blanches à rose pâle apparaissent avant les feuilles. Le fruit est une drupe verte, veloutée, à endocarpe ou coque contenant une graine: amande amère ou douce (20)

c- Caractère végétatif:

C'est un arbre à tronc et branches charpentières tortueux pouvant atteindre une hauteur moyenne de 6 à 8m parfois 12m au Portugal et vivre en moyenne 50ans. (21)

d- Exigence climatique:

L'amandier est l'arbre fruitier type des climats secs et chauds, à hivers doux correspondant à nos régions méditerranéennes. (21)

e- Classification:

Les variétés d'amandes sont in~~o~~mbraables, car les amandiers se reproduisent fidèlement par semis dans la proportion de 80%. (22)

Les arbres à amandes amères ne présentent aucune différence botanique constante avec ceux à amandes douces. On suppose que la variété amère a existé en premier lieu, et que la seconde fut une "souche" que la culture a stabilisée (10)

Le tableau ci-dessous a pour objet d'indiquer la désignation botanique de quelques amandes, telle qu'elle a été adoptée par Gildmeister et Hoffmann (7)

dénomination usuelle	désignation botanique	famille	sous famille	partie de la plante utilisée
Amande amère	prunus amygdalus stockes Var. Amara DC.	R D S A C E E S	P R U N O I D E E S	G R A I N E S
Amande douce	prunus amygdalus stockes Var Ducis.			

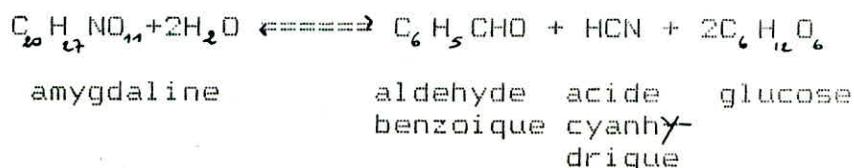
II-2 Mode d'obtention:

Les amandes amères doivent être privées de leur huile grasse (acide gras), avant leur emploi pour la préparation de l'huile essentielle -A cet effet on les réduit en poudre grossière au moyen de cylindres cannelés horizontaux, puis on les soumet à l'action d'une presse hydraulique. Les amandes amères fournissent, par expression à froid, environ 50% d'huile grasse.

Les tourteaux réduits en poudre fine à la meule se trouvent alors à l'état voulu pour la préparation de l'essence.

Sous l'influence d'un ferment appelé émulsine, l'amygdaline, glucoside contenu dans les amandes amères est dédoublée, en présence de l'eau, en benzaldehyde, acide cyanhydrique et glucose.

La réaction s'effectue conformément à l'équilibre chimique suivant: (5)



L'essence volatile obtenue par entraînement à la vapeur des tourteaux renferme de l'acide cyanhydrique dit prussique dont il faut se débarrasser par un procédé spécial, car en outre, il est toxique, vénéneux et dénature même le goût de l'essence (8)

L'aldéhyde benzoïque étant très soluble dans l'eau, surtout quand elle contient l'acide cyanhydrique, la partie principale de l'huile n'est obtenue qu'après cohobation de l'eau distillée.

Selon Gildmeister et Hoffmann, le rendement en essence varie de 0,50 à 0,70% pour les amandes amères, et de 0,6 à 1% pour les noyaux d'abricots. Plus le rendement en essence est élevé plus sa teneur en HCN est forte. (10)

II-3 Propriétés physico-chimiques:

a- Huile contenant de l'acide cyanhydrique:

L'essence d'amande amère non privée de son acide cyanhydrique est un liquide incolore, qui jaunit à la longue; elle est fortement réfringente et possède la saveur bien connue des amandes amères machées.

En raison de la grande toxicité de l'acide cyanhydrique qu'elle renferme, il faut éviter de respirer cette essence, ou le faire du moins avec précaution.

Les principales propriétés physico-chimiques de l'huile d'amande amère sont données dans le tableau ci-dessous. (23)

Propriétés physico-chimiques de l'huile d'amandes amères.

Propriétés	Huile d'amandes amères	
	A	B
Densité : d_4^t	1,045 à 1,070*	1,049 à 1,058**
Pouvoir rotatoire α_D	+0° à 0°9'	inactive à +0°11'
Indice de réfraction à 20°C : n_D^{20}	1,532 à 1,544	1,5403 à 1,5435
Teneur en acide cyanhydrique	<ul style="list-style-type: none"> • 11% pour une essence brute ($d_r = 1,090$; $n_D^{20} = 1,52986$) • 0,56% pour une essence rectifiée ($d_r = 1,053$; $n_D^{20} = 1,54497$) 	
Teneur en Benzaldéhyde (Méthode à l'hydroxylamine hydrochloride)	84 à 87%	81,3 à 93,2%
Test sur les halogènes		négatif
Test sur les métaux lourds		négatif
Solubilité	<ul style="list-style-type: none"> • l'huile est assez soluble dans l'eau, 1 volume d'huile se dissout dans un peu plus de 300 Vol. d'eau pure. • la solubilité est bien plus grande lorsque l'eau contient de l'acide cyanhydrique. • soluble dans 1 à 2 Vol. et plus d'alcool à 70%, ainsi que dans 2,5 Vol. et plus d'alcool à 60%. 	<ul style="list-style-type: none"> • soluble dans 1 à 2 Vol d'alcool à 70°C, parfois légèrement brumeux dans une dilution éloignée. Habituellement soluble dans 5 à 6 Vol. d'alcool à 50%. Quelques fois avec une légère opalescence.
Solubilité dans une solution de bisulfite		séparation huileuse faible

* Densité à 15°C

** Densité à 25°C

A: selon Gildmeister et Hoffmann

B: Analysee dans les laboratoires de New York de FRITZSCHE BROTHERS

Remarques:

* Une densité plus élevée peut résulter de la présence d'une teneur anormale en acide cyanhydrique ou plutôt en cyanhydrine benzaldehydique. (23)

* Pour les essences destinées à des usages médicaux, il est indispensable d'exiger une teneur en HCN déterminée; l'essence doit contenir 2 à 4% de cet acide, suivant la pharmacopée des Etats Unis de l'Amérique de Nord. (8)

* En distillant cette huile à feu nu, il passe en premier lieu une fraction riche en acide cyanhydrique-Dans le résidu on trouve, de la benzoïne, qui prend naissance au cours de la distillation, par la polymérisation de benzaldehyde, due à l'action de HCN. (23)

b-Huile débarrassée de son acide cyanhydrique:

L'essence d'amandes amères dépouillée de son HCN, contient presque entièrement de la benzaldéhyde, et peut à ce titre être appelé benzaldehyde naturelle.

Accordé par Gildmeister et Hoffmann, l'huile a les propriétés suivantes résumées dans le tableau ci-dessous (23)

propriétés	huile d'amandes amères
point d'ébullition	179 °C
densité: d_{15}^{15}	1,050 à 1,055 (une densité plus élevée pouvant résulter de la présence d'une proportion un peu forte d'acide benzoïque
pouvoir rotatoire	optiquement inactive
Indice de refraction à 20c	1,542 à 1,546
solubilité	soluble dans 1 à 2 Vol et plus d'alcool à 70%.
couleur	incolore

conclusion:

L'aldéhyde pure est bien plus sensible à l'action de l'oxygène atmosphérique que l'essence renfermant encore son acide cyanhydrique, et dans laquelle ce dernier exerce une action conservatrice. En présence de l'air, l'aldehyde benzoïque se convertit assez rapidement en l'acide correspondant. (23)

II-Composition chimique:

L'essence d'amande amère est formée d'aldéhyde benzoïque, d'acide cyanhydrique et de cyanhydrine benzaldéhydique (phenyloxycétonitrile, nitrile de l'acide amygdalique ou mandelonitrile). Cette dernière résulte du contact prolongé entre l'aldéhyde et l'acide cyanhydrique.

Etant donné que la cyanhydrine benzaldéhydique possède une densité élevée, soit 1,124, l'essence sera d'autant plus lourde et plus riche en HCN que la dite cyanhydrine sera plus abondante tandis que les huiles volatiles normales dont la densité est comprise entre 1,052 et 1,058 renferment de 1,6 à 4% d'HCN, certaines essences de densité variant entre 1,086 et 1,096, contiennent de 9 à 11,4% de cet acide.

En traitant la benzaldéhyde artificielle, Dodge (23) a obtenu des traces d'un liquide huileux, très peu odorant.

II-5 Adultération:

La recherche d'essences étrangères ajoutées à celle d'amande, se fait en combinant la benzaldéhyde avec le bisulfite de sodium et la séparant ainsi des substances non aldéhydiques, la fraude la plus usitée consiste en l'addition d'aldéhyde benzoïque artificielle à l'essence naturelle privée ou non de son acide cyanhydrique, comme cet adultérant renferme très souvent des produits chlorés, alors ils constitueront en même temps, la preuve d'une adjonction de benzaldéhyde artificielle. Dans tous les cas où se révèle la présence de chlore, on pourra affirmer avec certitude qu'il y a eu falsification au moyen d'aldéhyde benzoïque artificielle. (8)

L'essence d'amandes amères peut être falsifiée avec l'alcool, le chloroforme, l'essence de mirbane, l'essence de bois de cèdre, l'essence d'orange, etc. (10)

II-6 Conservation:

L'huile d'amandes amères devrait être conservée et stockée dans des flacons entièrement remplis et bien bouchés, afin d'éviter toute introduction d'air. D'autre part, une partie de benzaldéhyde sera oxydée par l'acide benzoïque. Schimmel et Co (23) ont montré, qu'une addition de 10% d'alcool assure une action conservatrice, par contre, l'addition de seulement 5% d'alcool la transformation est plus rapide que dans l'essence normale.

II-7 Emplois:

L'huile d'amandes amères est un agent important d'assaisonnement, utilisée particulièrement dans les bonnes cuissons, gâteaux, confiseries et bonbons. (23) En parfumerie, on ne s'en sert guère, car on la remplace par l'aldéhyde benzoïque préparée synthétiquement et sans chlore. On l'emploie en petites quantités pour des parfums tels que l'héliotrope, mais considérablement plus dans la fabrication des savons. (24)

III- Déterpénation des huiles essentielles:

Une essence déterpénée est une essence concentrée ou sèsquidéterpénée, obtenue après avoir éliminé la majorité des constituants inutiles- cette concentration est appelée désormais déterpénation étant donné que les produits à supprimer font partie de la famille des terpènes. (24)

Les essences déterpénées contiennent, sous un petit volume, tout le parfum des essences naturelles, et se trouvent débarassées d'éléments qui non seulement sont inutiles, mais encore susceptibles de produire des altérations; de plus elles sont généralement beaucoup plus solubles dans l'alcool dilué que les essences naturelles.

Les terpènes bouent à des températures plus basses que les constituants odorants oxygénés des essences. Comme la chaleur altère presque toujours ces corps oxygénés, qui sont délicats, on distille les terpènes sous pression réduite. Plus la tension est faible, meilleure est l'essence, car les corps oxygénés sont moins sujet à s'altérer que la température est plus basse ou que la pression est plus faible. (10)

L'élimination des constituants non oxygénés qui se composent d'hydrocarbures, terpènes, résines, etc... s'effectue généralement par distillation fractionnée sous vide, l'odeur de l'essence concentrée qui en résulte n'est en aucune façon altérée. (24)

IV- Huiles essentielles d'orangeS:

IV-I-Introduction:

L'oranger, arbre originaire de Chine, a fait son apparition dans le Sud-Est de l'Asie (Cochinchine) et s'est répandu de là dans les îles de la Sonde, aux Indes, en Perse, en Arabie, en Syrie, en l'Afrique septentrionale et en l'Europe méridionale.

(25)

Les principaux centres de cultures de l'oranger se trouvent sur le littoral de la méditerranée, le Sud et l'Ouest de l'Afrique, aux Indes occidentales et en Californie. (26)

En 1535 Gesner donna les premières indications relatives aux essences distillées d'oranges et de citrons, peu après en 1571 suivirent celles de Besson et en 1580 celles de Porta. Ce dernier décrivit la préparation des essences d'oranges et de citrons, par distillation des écorces fraîches et broyées. (10)

Dans le commerce, on trouve deux espèces d'oranger, l'un doux et l'autre amer. Les huiles essentielles obtenues à partir de ces deux espèces sont semblables du point de vue qualitatif, mais les données quantitatives montrent des différences remarquables. Le centre principal de l'industrie de l'essence d'orange est en Sicile et dans la ceinture de la Calabre (Italie). (14)

* Oranger amer ou bigaradier

L'oranger amer, originaire du nord de l'Inde, est très fréquent sur le pourtour méditerranéen, du fait de sa résistance au froid et à l'humidité, l'arbre est utilisé comme porte greffe en Amérique du Nord et dans de nombreux pays. En

Silice, de nombreuses plantations d'orangers amers sont éparpillées d'un bout à l'autre des provinces de Messine, Palerme et Syracuse. (17)

* Oranger doux ou portugais

L'oranger doux est natif du Sud-Est Asiatique, plus précisément du Nord-Est de l'Inde et du Pakistan ou, fort possible du Sud de la Chine. Il est cultivé dans toutes les régions du monde où les conditions climatiques sont favorables, notamment en Espagne (Andalousie) et sur les rives méditerranéennes de l'Afrique du Nord.

Les principaux pays producteurs des huiles essentielles d'orange douce sont les Etats-Unis (Californie et Floride), la Guinée, le Brésil, l'Italie, l'Inde de l'ouest, l'Espagne, la Palestine et le Japon. (27)

IV-2 Classification

Au sein de la sous-famille des aurantioideae, les citrus se croisent naturellement entre eux avec la plus grande facilité et sont sujets à des variations de bourgeons relativement fréquentes. Il en résulte une foule de type de variétés dont la classification botanique présente de grandes difficultés.

Parmi ces variétés on distingue 1a Washinton-Navel, 1a Hamlin, 1a Valencia, 1a Sanguine et la Portugaise. La Valencia est la plus cultivée dans le monde, car elle s'adapte à un large éventail de conditions climatiques. (26)

Le tableau ci-dessous a pour objet d'indiquer la désignation botanique de quelques espèces d'orangers, telle qu'elle a été adoptée par le comité ISO/NF-T75. "huiles essentielles" de l'organisation internationale de nomenclature. (28)

Dénomination usuelle	Désignation botanique	Désignation usuelle en France	Famille	Tribu	Partie de la plante utilisée
orange douce	Citrus Sinensis L.Osbeck	Citrus aurantium L.Var.Dulcis	R U	C I T R E E A E	péricarpe
Orange amère	Citrus L.subsp. aurantium L.	Citrus aurantium L.Var.amara	T A C		péricarpe
			E E S		

IV-3 Caractères botaniques

Ces caractères varient d'une espèce à une autre

* Oranger amer

Le bigaradier ou oranger amer est un bel arbrisseau épineux, aux feuilles vert brillant à pétiole largement ailé-les fleurs sont blanches et très odorantes. Le fruit est une baie cortiquée rouge orange lorsqu'elle est mure; c'est l'orange amère, dont le suc acide est très amer et impropre à la consommation. (20)

* Orange doux

L'oranger doux est un petit arbre ressemblant au bigaradier; ses feuilles sont cependant plus petites et moins odorantes, ses feuilles ont un pétiole à aile droite, son fruit est plus gros et comestible. (20)

IM-4 Extraction

L'extraction des huiles essentielles d'orange par distillation à la vapeur d'eau sous pression atmosphérique, n'est pas applicable parcequ'elle rend les produits extraits instables et les affecte d'une odeur désagréable. (24)

Ces extraits proviennent de divers organes de la plante : fleurs, feuille ou fruit.

* Fleurs:

Elles sont surtout distillées à la vapeur d'eau, pour l'obtention de l'essence dite Neroli.

Le Neroli entre principalement dans l'eau de cologne, les savons... La distillation laisse aussi de l'eau de fleurs d'oranger.

Les fleurs sont plus rarement traitées par macération ou par solvants volatils. (29)

* Fruits:

Les écorces d'orange mûre, fraîches ou séchées fournissent des essences ou huiles essentielles par plusieurs procédés: rapage du zeste, macération dans des solvants, torsion des écorces sur une éponge humide, et surtout par pressage ou expression à froid des péricarpes du fruit donnant ainsi un produit de qualité supérieure. (25)

A fin d'extraire l'essence d'écorce répartie dans les cellules oleifiques, le fruit est d'abord coupé en morceaux, ainsi la pulpe est enlevée.

Elle reste trempée dans de l'eau chaude durant plusieurs minutes et broyée à travers des cylindres tournant à une certaine vitesse. L'effluent, s'écoule dans un réservoir dans lequel l'essence (huile) et l'eau se séparent. Pour éliminer les débris et autres déchets, l'extrait est passé à travers des toiles. Finalement, l'essence est décolorée au moyen de charbon actif et filtrée. (27)

* Feuilles

Les feuilles, et plus largement les jeunes rameaux, fournissent l'huile essentielle dite de petit-grain par distillation avec en moyenne un rendement de 0,2%. (25)

IV-5 Propriétés physico-chimiques

a-Essence d'orange douce ou du Portugal

Le zeste du fruit à saveur très agréable, renferme une huile volatile d'odeur fort suave, qu'on retire par expression de l'écorce fraîche. L'essence d'orange se présente sous forme d'un liquide de couleur jaune à brunâtre. (30)

Durant les dernières années, "the New York laboratories of Fritz-she Brothers" ont examiné l'huile d'orange douce, et ont établi les limites suivantes: (27)

Huile d'orange douce

Propriétés physico-chimiques	Huile d'orange douce							
	Etats-Unis		Guinea	Brasil	Italie	Inde de l'ouest	Espagne	Palestina
	Florida	California						
densité d_{25}^{25}	0,842	0,844	0,843	0,842	0,843	0,842	0,847	0,845
	0,846	0,845	0,845	0,848	0,846	0,847	0,852	
Pouvoir rotatoire à 25°C	+96° 0' à +96° 0'	+95° 1' à +97° 0'	+93° 47' à +97° 45'	+94° 30' à +97° 52'	+95° 50' à +97° 8'	+94° 37' à +98° 52'	+90° 0' à +93° 27'	+96° 26'
Indice de refraction à 20°C	1,4723 à 1,4742	1,4737 à 1,4741	1,4721 à 1,4735	1,4723 à 1,4747	1,4728 à 1,4739	1,4720 à 1,4740	1,4750 à 1,4760	1,4730
Teneur en Aldehyde d'acétyle (Méthode hydrochloride d'hydroxylamine)	0,8 à 2,1%	1%		0,5 à 2,2%		1,5 à 2,2%		1,6%
Solubilité	Incomplètement soluble dans l'alcool à 95% jusqu'à 10%							
Résidu d'évaporation	1,6 à 4,5%	3,5 à 5,5%	1,2 à 2,5%	2,0 à 4,8%	1,6 à 3,3%	1,0 à 3,9%	6,1 à 9,6%	3,9%
Couleur	Orange à orange rougeâtre							Orange

* Caractères de l'huile d'orange douce Japonaise

Komatsus et coll (27) ont reporté les propriétés de cette huile comme suit:

Densité d_4^{25}	0,8486
Pouvoir rotatoire.....	+8745
Indice de réfraction à 25°C.....	1,4748
Indice d'acide.....	1,9
Indice d'ester.....	17,2
Indice d'ester après acétylation..	20,8
Indice de méthoxyl.....	2,2
Residu d'évaporation.....	3,0%

b- Essence d'orange amère ou de bigaradier:

Les propriétés physico-chimiques de l'huile de bigaradier diffèrent de celles de l'huile d'orange douce principalement dans le pouvoir rotatoire, lequel est plus-bas dans la première que dans la seconde. C'est un liquide jaune à jaune orange à forte odeur d'orange.

Les propriétés de cette huile obtenue par expression de l'écorce du fruit sont données dans le tableau suivant:(27)

propriétés physico-chimique	huile d'orange amère		
	[A]	[B]	[C]
densité d ₄ ¹⁵	0,854 à 0,856	0,845 à 0,851	0,857 à 0,860
pouvoir rotatoire à 20	+89° 0' à +94° 0'	+91° 0' à +96° 21'	+87° 13' à +92° 24'
Indice de réfraction à 20	1,473 à 1,475	1,4730 à 1,4760	1,4745 à 1,4770
Teneur en aldehyde décyclique (methode phenylhydrazine)	environ 1%		
Teneur en Aldehyde: décyclique (methode hydrochloride d'hydroxylamine)		environ 1%	0,60 à 0,78%
Résidu d'évaporation	2,5 à 5,0%	2,2 à 4,2%	5,3 à 6,3%
solubilité	soluble dans 7 à 8 Vol. d'alcool à 90%	soluble dans 4 VOL. et plus d'alcool à 95%	

[A]= Selon Gildmeister et Hoffmann (27)

[B]= Analyse par "the New York laboratories of Fritzsche Brothers" (27)

[C]= Selon Igolen et Sonhag (27)

IM-6 Contamination et adulteration:

La contamination peut avoir lieu soit au niveau des fruits, soit lors du traitement. Cette seconde éventualité est la plus fréquente en raison de l'utilisation des mêmes appareillages, pour le traitement successif de différents fruits la contamination est provoquée par un lavage inadéquat des extracteurs, des centrifugeurs, des recipients et même par l'utilisation de la même eau de recyclage. Les essences contaminées subissent une dépréciation considérable car il est souvent difficile de démontrer la cause exacte des anomalies analytiques qui en dérivent. (31)

Un certain moment, les essences d'oranges étaient fréquemment adultérées avec l'essence de térébenthine; les analyses permettaient de détecter immédiatement de telles falsifications grossières par une diminution marquée du pouvoir rotatoire.

Une forme d'adultération plus subtile et plus dangereuse est l'addition de "terpènes naturels" obtenus à partir de l'essence d'orange. De tels "terpènes" sont obtenus en large quantité comme sous produits à partir d'huiles terpénées et concentrées.

De grandes additions causent des changements au niveau des propriétés physico-chimiques de l'essence, exemple: une diminution du résidu d'évaporation. En outre, l'odeur et l'arôme diminuent fortement, la présence d'aldéhyde est moins détectée et par voie de conséquence l'essence ne possède plus la résistance et la constitution d'une essence normale non falsifiée. (27)

IV-7 Composition chimique:

L'essence d'orange se compose principalement de limonène (environ 90% et plus). L'aldéhyde décyclique est un de ses principaux constituants odorants; elle contient en outre du linalol, du terpinol, de l'alcool nonylique, de l'antranilate de méthyle et des traces d'acide caprylique. (32)

* Orange douce de Californie

Cette huile contient du d.Limonène comme constituant principal (environ 90%), de l'aldéhyde décyclique, du citral, de l'alcool octylique et oléfinique, du linalol, de l'acide formique et acétique, enfin de l'acide caprique et caprylique. (27)

* Orange douce de Floride

Foot et Gelpie (27) ont établi par des examens plus approfondis sur l'huile de Floride la présence des éléments suivants:

d.Limonène (90,4%), aldéhyde décyclique, citral, alcool nonylique et linalool.

* Orange douce du Japon

Komatsu et Tanaka (27) ont étudié la composition chimique de l'huile pressée, et ont trouvé qu'elle se compose de:

d.Limonène.....	94,6%	
Linalool.....	} 49,8	} 0,8 %
Terpinol.....		
Alcool nonylique.....	4,3	
Aldéhyde décyclique....	29,5	
$C_{10}H_{19}COOC_7H_{15}$	17,0	

A partir de la fraction non volatile (0,01%) de l'huile, ces chercheurs ont pu isolé l'umbelliférone, et l'auraptène ($C_{16}H_{20}O_3$).

* Orange douce d'Italie:

Wallach a montré que l'essence d'orange douce italienne consiste principalement en d-limonène, tandis que STEPHAN a entamé des recherches sur les composés oxygénés dont le pourcentage dans l'essence est très réduit.

L'huile contient 80% de limonène pur, 12% de terpinolène, environ 8% de α -terpinène, d'aldéhyde décyclique, decitral, de d-linalool, d'alcool nonylique, de δ -terpineol, d'acide caprylique, d'anthranilate de méthyle, et d'auraptène (coumarine). (27)

* Orange douce de Guinée:

Rapporté par NAVES, l'huile est composée comme suit:

• 95 à 96% de terpènes: myrcène, d-limonène, terpinolène, terpènes aliphatiques

• 1,6% d'aldéhydes en C_8 , C_9 , C_{10} ; et citral sous forme de traces seulement.

• 0,6 à 0,8% d'alcools volatils et d'esters: alcool en C_9 , C_{10} ; nérol; géraniol; d-linalool; δ -terpineol, farnesol ou nerolidol en traces uniquement.

• 0,8% de résidus: acides caprylique, palmitique et cerotique; carotène; xanthophylle; et phytostérol. (27)

* Orange douce d'Inde de l'Ouest:

Dodge a isolé de cette essence un composé qui se cristallise au contact de l'éther de pétrole, prenant la forme de cristaux blanc-neige appelés "meranzin". Ce composé se retrouve aussi dans l'écorce d'orange amère d'Inde de l'Ouest et d'Afrique et, est identique à l'auraptène. (27)

* Orange amère:

A l'exception de l'élévation du point d'ébullition des constituants lequel donne le goût amer, la composition chimique de l'huile d'orange amère ressemble à celle d'orange douce.

D'après Igolen et Sonhag (27), l'huile est composée de:

• 92% de terpènes: d-limonène

• 0,78% d'aldéhydes en C_9 , C_{10} et C_{12}

• 0,37% d'alcools: linalool et terpinéol

• 0,03% de sesquiterpènes non identifiés

• 0,09% de phénols

• 2,1% d'esters: Acétates de linalyle, de néryle, de géranyle et de citronellyle

IV-8 Essence déterpénée

Les constituants de l'essence d'orange ne sont pas aussi bien connus, par conséquent, ni ceux de l'essence d'orange déterpénée. Il a été constaté que le terpène éliminé de l'essence d'orange par distillation et vendu sous le nom d'"aurantiène", est principalement du limonène droit, et que le résidu a une densité beaucoup plus grande et un pouvoir optique plus faible que ceux de l'essence naturelle.

Haensel (10) donne les chiffres suivants pour deux essences déterpénées authentiques, l'une d'orange douce, l'autre d'orange amère.

	densité	pouvoir rotatoire
Orange douce.....	0,8940	+9°5'
Orange amère.....	0,8438	+5°11'

On ne sait pas si l'ensemble des constituants oxygénés est dextrogyre ou non; ce qui est certain c'est que plus le pouvoir rotatoire est élevé, plus grande est la quantité de terpènes qui restent dans l'essence.

O. Gehrardt (10) prétend avoir obtenu des essences privées de terpènes en traitant les essences brutes par dissolution de chlorure de calcium dans l'alcool méthylique; dans cette solution, seuls les terpènes se séparent.

IV-9 Usages

Les agrumes occupent une place très importante comme source de matière première aromatique. (25) L'essence d'orange est très appréciée dans certains parfums fins, tel que le chypre, et l'on emploie aussi de forts pourcentages dans des composés pour brillantines. On l'utilise également comme arôme pour le tabac et pour les dentifrices et occasionnellement, dans l'industrie de la savonnerie.

Elle se montre un excellent antiseptique, ainsi qu'un calmant efficace des maux de ventre.

L'essence déterpénée a un arôme délicieux, et en combinaison avec l'essence déterpénée de petit grain, elle constitue une base excellente pour l'eau de cologne bon marché. (24).

V- Généralités sur les arômes alimentaires:

V-1 Introduction:

Les substances améliorant le goût et l'odeur jouent le premier rôle dans l'évaluation des produits les plus divers, alimentaires, cosmétiques ou pharmaceutiques, car il existe des sensations généralement impossible à décrire de manière objective. Ces substances, les arômes, se trouvent dans des produits animaux ou végétaux; Cependant ces produits présentent de nombreux défauts et sont confrontés à des exigences d'hygiène et technologiques. Ils sont donc utilisés de plus en plus sous forme d'extraits purs notamment dans le cas des arômes et sous les formes les plus diverses. (33)

V-2 Définition:

Les compositions appelées communément "arômes" sont des concentrés de substances aromatiques qui donnent à notre nourriture un goût et une odeur ou qui améliorent et renforcent la qualité des aliments transformés. (34) Ce sont des odeurs agréables qui s'échappent des différentes substances végétales ou animales.

Toutefois, les arômes alimentaires sont des mélanges complexes définis selon les trois familles suivantes:

* Arômes naturels: Ils sont obtenus exclusivement par des procédés physiques utilisés tels quels ou transformés pour la consommation humaine.

* Arômes identiques à ceux naturels: appelés également arômes reproduits, ils sont obtenus par synthèse ou contenant au moins une substance synthétique.

* Arômes artificiels: Ils sont obtenus par synthèse et constitués par au moins une substance aromatique non identique au produit naturel. (34)

V-3 Composition des arômes:

Les substances aromatiques ne peuvent pas être utilisées telles qu'elles, sauf cas exceptionnel comme la vanille, ou le menthol, mais doivent être composées entre elles pour retrouver le goût recherché. Un arôme est donc constitué par une combinaison de nombreux ingrédients (20 à 50). On le batit comme un parfum en commençant par le coeur qui donne le goût déterminant, puis on l'affine et, enfin, on ajoutera les fixateurs à point d'ébullition élevé qui permettront d'augmenter la durée de perception de l'arôme. (34)

Ces extraits se caractérisent par des propriétés organoléptiques particulières, parmi lesquelles il faut mentionner une impression olfactive et gustative pratiquement identique à celle de l'arôme de départ. (33)

L'arôme se présentera sous forme liquide lorsque la composition des substances aromatiques sera diluée dans un solvant pouvant être de l'éthanol, de l'isopropanol, de l'eau des huiles végétales ou de la triacétine .

Le solvant sera choisi en fonction de sa *compatibilité* (solubilité, stabilité, point d'ébullition) avec les ingrédients présents dans le produit.

Les substances aromatiques sont beaucoup plus masquées dans la phase huileuse que dans la phase aqueuse. (34)

V-4 Classification aromatique

Les arômes sont classés en trois grandes groupes:

* Arômes constitutifs:

Ils constituent l'élément essentiel de l'aliment, c'est le cas des arômes pour boissons non alcoolisées et pour la confiserie.

* Arômes complémentaires:

Ils renforcent le goût de certains produits alimentaires comme les biscuits. Le goût peut, en partie ou totalement disparaître lors du processus de préparation de la denrée alimentaire.

* Arômes supplémentaires:

Ils interviennent pour donner un goût totalement nouveau au produit alimentaire. C'est le cas des boissons alcoolisées (cocktails à base de vin, ou d'alcool). (34)

V-5 Evaluation aromatique

Il est extrêmement difficile de définir le rôle spécifique de chaque composé volatil dans la sensation olfactive.

Pris individuellement, un corps aromatique peut avoir une odeur désagréable, mais combiné à d'autres corps aromatiques, il confère à l'arôme une sensation agréable, de part sa concentration et son pouvoir odorant. (35)

C'est pourquoi il s'avère difficile de définir la caractéristique aromatique d'un produit. Ne nous pouvons pas dire par exemple, que c'est la présence de linalol qui est à la base du caractère aromatique du jus des citrus- Tous les constituants volatils présents dans le jus de fruit participent à la sensation olfactive- "La perception est globale" dit Bertrand (36)

VI- Techniques d'analyse des arômes

Depuis l'isolement de la fraction volatile d'une matière végétale jusqu'à l'identification et la caractérisation de ses constituants, tout un arsenal de techniques analytiques est mis en oeuvre. (37)

En effet, il est très facile de déterminer la structure d'une substance organique quand on peut montrer qu'elle est identique à une autre substance déjà connue et de structure connue; les critères d'identité peuvent être physiques (point d'ébullition, indice de réfraction, pouvoir rotatoire, densité, solubilité, ...) ou chimique.

Cependant, il est en général difficile de détecter des impuretés à faibles teneurs par de telles méthodes, aussi évalue-t-on aujourd'hui couramment la pureté en utilisant diverses techniques de séparation très sensibles, telles que la chromatographie en phase gazeuse. (38)

VI-1 Chromatographie en phase gazeuse: C.P.G

Réalisée expérimentalement en 1952 par James et Martin, la CPG s'est montrée l'une des méthodes les plus appropriées à la séparation et à l'identification des divers constituants, même à l'état de traces, fournissant ainsi des informations précieuses pour la comparaison et la classification des espèces végétales (39). Le problème de la séparation est largement résolu par l'utilisation des colonnes capillaires revêtues de diverses phases stationnaires de plus en plus adaptées aux problèmes spécifiques de l'analyse des arômes.

La chromatographie en phase gazeuse est actuellement employée dans les laboratoires et dans les industries aussi bien pour l'analyse qualitative, que l'isolement et la purification des substances d'un mélange gazeux ou liquide. (40)

C'est une méthode de séparation des composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. Elle permet ainsi l'analyse de mélanges éventuellement très complexes dont les constituants peuvent différer d'une façon considérable par leur nature et leur volatilité (41)

La chromatographie gazeuse est basée sur les différences du coefficient de partage des produits à séparer entre une phase mobile ou gaz vecteur et une phase fixe stationnaire solide ou liquide. (42)

A l'instant initial le mélange à séparer est injecté à l'entrée de la colonne où il se dilue dans la phase mobile qui l'entraîne à travers celle-ci. Si la phase stationnaire a bien été choisie, les constituants du mélange appelés "solutés", sont inégalement retenus lors de la traversée de la colonne. De ce phénomène appelé "rétention", il en 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 au sein de la phase mobile et arrivent dans le détecteur. Ce dernier envoie vers l'enregistreur un signal amplifié au préalable constant, appelé ligne de base. Le passage d'un constituant modifie le signal et un pic est enregistré (41).

L'ensemble des pics ainsi obtenu est appelé chromatogramme, empreinte digitale utilisable pour déterminer l'identité et la pureté d'un produit volatilisable et la proportion d'un constituant spécifique. (43)

Dépendant pour un composé analysé dans les mêmes conditions, le temps de rétention est constant et représente une grandeur propre à ce composé, permettant donc son identification. (44)

IV-2 Autres méthodes d'extraction et de séparation:

L'extraction des arômes repose sur deux propriétés physiques, qui sont:

- La volatilité et la solubilité dans les solvants organiques des composés aromatiques.

Dépendant, cette extraction s'accompagne d'une distorsion qualitative et quantitative.

* La distorsion qualitative s'explique par le fait que le procédé utilisé entraîne la dégradation de certains composés et l'apparition de nouveaux produits dont l'odeur peut modifier l'arôme naturel.

* La distorsion quantitative réside dans le fait que les constituants d'un arôme n'ont pas la même volatilité; (36)

Les méthodes d'extraction sont très variées car elles sont fonction, non seulement des caractéristiques physico-chimiques des composants volatils (tension de vapeur, solubilité, polarité, taille, etc...) mais aussi de la nature de l'aliment, de sa composition, et de sa consistance. Chacune de ces méthodes donnent une image différente de la composition de l'arôme du produit. Parmi elles, nous citerons la technique de Headspace ou espace de tête.

L'analyse des vapeurs odorantes au dessus de la matière et en équilibre avec elle semble le moyen le plus immédiat pour découvrir les constituants volatils responsables de l'odeur.

Cette pratique dite de l'espace de tête est actuellement en plein essor, grâce au perfectionnement des appareils. (45) Son principe est le suivant:

En prélevant un certain volume d'air au dessus de l'espace vide surmontant la matière et en injectant directement dans le chromatographe, nous obtenons ainsi un chromatogramme quelque fois appelé "aromagramme" qui représente que le profil de la composition des vapeurs. (46)

Cette technique simple permet d'éviter les manipulations et l'introduction d'artefacts dus à l'emploi de solvants, mais présente aussi des inconvénients, car l'extrême dilution des substances volatiles nécessite l'utilisation de très grands volumes d'air.

Différentes méthodes ont été recherchées afin de concentrer les parties volatiles dans un grand volume de vapeurs de tête. (45)

1- Piégeage cryogénique:

Il permet de faire passer à l'aide d'un gaz inerte, quelques centaines de millilitres de l'espace de tête dans un piège refroidi qui peut être incorporé au chromatographe.

Malheureusement la présence d'eau en très grande quantité constitue un inconvénient majeur.

2- Piégeage sur adsorbants solides:

Les adsorbants utilisés sont des polymères organiques hydrophobes à très grande surface spécifique tels que: Porapak, Tenax GC, Charbon actif, etc...

L'adsorbant se comporte comme un support chromatographique, et, au bout d'un certain temps, le volume d'élution du composé piégé le moins retenu, sera atteint. Les produits retenus sont désorbés selon deux procédés: Soit par action thermique ménagée avec recondensation des produits volatils libérés en tête de la colonne ou dans un capillaire de verre refroidi; soit par lavage du piège avec une quantité d'un solvant choisi. (40)

3- Piégeage dans les colonnes capillaires:

Les produits volatils entraînés par un flux gazeux sont piégés dans une colonne de grande longueur dont la paroi interne est enduite d'une phase organique telle qu'une huile de Silicone. Ils sont ensuite désorbés par chauffage et recondensés dans un piège à Tenax GC. (37)

4- Piégeage dans une boucle d'échantillonnage refroidie:

Cette technique consiste à entraîner les composés volatils à l'aide d'un courant de gaz inerte (azote, argon, gaz carbonique) et à les piéger dans une boucle d'échantillonnage refroidie. (40)

Toutes ces méthodes de Head-space ne peuvent malheureusement être utilisées que pour des aliments à faible pouvoir de rétention ou pour lesquels les molécules les plus importantes, du point de vue de l'arôme, ne sont pas trop polaires. (40)

VI-3 Méthodes d'identification

L'identification des constituants volatils d'un arôme ou d'une huile essentielle peut se faire de diverses manières:

a/ Comparaison à l'aide d'étalons témoins:

Cette identification se fait par la comparaison des temps de rétention qui représentent l'empreinte digitale de chaque constituant élué dans des conditions opératoires bien déterminées sur deux colonnes de polarité différente. (47)

b/ Téchnique d'enrichissement:

Elle consiste à effectuer une série de chromatogrammes sur deux colonnes de polarité différente: d'abord avec l'huile essentielle, ensuite avec les composés purs ou échantillons standards de façon à déterminer leur temps de rétention par rapport à ceux de l'huile essentielle, et enfin avec l'huile essentielle dans laquelle, nous aurions ajouté une certaine quantité du composé pur dont la présence est présumée de sorte que sa concentration soit augmentée. Si le pic obtenu à la même largeur et une hauteur multipliée, l'identification peut être confirmée. (47)

c/ Méthode des indices de rétention:

L'utilisation des grandeurs de rétention chromatographiques (indices de Kováts) constitue la méthode la plus appropriée pour identifier les composés volatils présents dans les arômes et les huiles essentielles. (37)

* En Isotherme

Les indices de rétention de Kováts $I(T)$ sont généralement acceptés comme des paramètres pratiques pour caractériser la rétention des solutés en chromatographie gazeuse isotherme. Ils sont donnés par la relation ci-dessous :

$$I_{\lambda}(T) = 100Z + 100 \frac{\ln(t'_{R,i}/t'_{R,Z})}{\ln(t'_{R,Z+1}/t'_{R,Z})}$$

où $I_{\lambda}(T)$: indice de rétention en isotherme du soluté (i)

$t'_{R,i}$: temps de rétention réduit du soluté (i). (mn ou s)

$t'_{R,Z}$: temps de rétention réduit de la n-paraffine dont le pic sort immédiatement avant celui du soluté et dont le nombre d'atomes de carbone est Z. (mn ou s)

$t'_{R,Z+1}$: temps de rétention réduit de la n-paraffine, à Z+1 atomes de carbone, sortant immédiatement après le soluté. (mn ou s)

avec $t'_R = t_R - t_{av}$: temps de rétention corrigé par celui du gaz vecteur t_{av} correspondant au volume mort de la colonne. (48)

Pour éviter les valeurs décimales, Kováts a multiplié par 100 toutes les valeurs de Z, c'est à dire, par définition quelque soit la colonne utilisée et la température, l'indice de rétention d'une paraffine normale est égale à 100 fois son nombre d'atomes de carbone. (41)

* En Programmation de température:

En programmation linéaire de température, Van den Dool et Kratz (41) ont introduit des indices de rétention, utilisant comme référence les esters éthyliques d'acides aliphatiques à chaîne ouverte. Les indices ont été aussi calculés par interpolation linéaire des données de rétention des composés et des n-alcane élues avant et après le soluté.

L'indice de rétention est calculé à partir de l'équation suivante:

$$I(\text{prg}) = 100Z + 100 \frac{T_{R,i} - T_{R,z}}{T_{R,z+n} - T_{R,z}}$$

avec $T_R = T_0 + rt_R$

ou T_R : Température de rétention [°C]

T_0 : Température initiale de la colonne [°C]

r: gradient de température [°C/mn]

t_R : temps de rétention [mn] (48)

Les indices possèdent des propriétés additives ce qui permet, dans une série homologue, de calculer l'indice d'un élément de la série connaissant l'indice du composé parent (PH) et l'incrément d'indice du groupement correspondant.

$$I(\text{prg}) = I_{(PH)} + \Delta I_R \quad (41)$$

La prévision des indices de Kováts en programmation de température à partir de ceux en isotherme est très populaire étant donné que de tels indices changent faiblement avec la température. Aussi beaucoup d'attention est accordée à la déduction d'une relation entre I_{PRG} et les indices de Kováts mesurés à une température équivalente $I(T_e)$.

Ces indices de rétention en programmation de température I_{prg} sont ainsi calculés à partir des données isothermes cependant de tels indices prévus en programmation de température sont souvent beaucoup plus grands que leurs correspondants expérimentaux et la différence peut être expliquée par le fait que les indices en isotherme dépendent de la température. (48)

Selon Giddings, I_{prg} est reliée à $I(T)$ (indice en isotherme) par la relation:

$$I_{prg} = I(T) \cdot 0,92 T_R$$

Une autre corrélation entre I_{prg} et $I(T)$ est donnée par Guiochon:

$$I_{prg} = I(T) (T_R - 20)$$

Les difficultés, en partie liées à celles de mesurer réellement T_R , ont incité d'autres auteurs à utiliser les temps de rétention en notant que, si la montée en température est linéaire, ce qui est le cas le plus fréquent, $t_R = an + b$

On aura donc identiquement: (41)

$$I_p = 100 \frac{t_{R,i} - t_{R,2}}{t_{R,n} - t_{R,2}} + 100Z$$

VII- Contrôles analytiques des huiles essentielles

Ce sont des contrôles routiniers de fabrication orientés vers la mise en évidence, soit d'adultérations éventuelles, soit d'une propriété particulière dont l'importance est essentielle pour l'utilisation des produits.

Enfin, contrôler n'est pas qu'analyser, c'est toujours en plus comparer à un produit choisi comme témoin ou à des normes analytiques ou quantitatives.

Les contrôles effectués sont parfois subjectifs, c'est à dire sensoriels mais très souvent objectifs. (43)

VII-1 Contrôles sensoriels:

L'analyse sensorielle consiste à utiliser ses sens de perception dans une observation méthodique et critique pour porter un jugement sur la présence ou l'absence et sur la valeur des caractères sensoriels.

L'analyse sensorielle est la première née des méthodes d'analyse. Elle exige une approche rigoureuse, en ce qui concerne le plan expérimental et les traitements des données.

On peut citer:

* Les analyses des odeurs, chez les parfumeurs et celles du goût, en industrie alimentaire. (49)

a- L'odeur

C'est une impression particulière produite sur l'organe de l'odorat par les émanations des corps, etc. L'odeur ne se propage pas comme le son et la lumière. Les substances odorantes sont composées de molécules qui se déplacent dans l'air et parviennent jusqu'à la muqueuse olfactive; celle-ci transmet l'information qui est ensuite décodée par le cerveau ou se fait la perception interprétative des odeurs. (50)

b- Olfaction et perception

Le fait le plus marquant de la perception olfactive réside dans l'extrême sensibilité des récepteurs aux substances chimiques et à leur capacité à les différencier. Cette détection est très souvent supérieure à celle que l'on peut déceler en chromatographie en phase gazeuse avec un détecteur à ionisation de flamme. Mais, ce phénomène est complexe car la perception varie non seulement avec les individus, mais aussi pour un même individu, en fonction du temps, de son appétit, de son état hormonal et nutritionnel.

Les molécules odorantes dont seulement un petit nombre est perçu (3%) peuvent suivre, une diffusion retro-nasale, outre la voie nasale normale. Avant d'atteindre les récepteurs, elles doivent traverser la muqueuse olfactive.

Au cours de cette traversée, les molécules subissent des modifications structurales. Elles atteignent les ramifications nerveuses des récepteurs à travers lesquelles pourra se transmettre le message au système nerveux central. (37)

c-Méthodes d'analyses

Les méthodes d'analyse sensorielle font partie de l'arsenal des techniques utilisées pour décrire l'arôme et la flaveur d'un aliment.

* L'évaluation sensorielle couplée à la chromatographie en phase gazeuse:

La technique la plus répandue est l'évaluation par un jury d'experts "Panel" de l'odeur de chaque pic sortant d'une colonne chromatographique gazeuse, et également l'analyse des impressions olfactives de plusieurs portions de chromatogramme.

Ces méthodes présentent des inconvénients car elles ne tiennent compte ni des interactions entre les composants, ni des températures nettement supérieures à celles des vapeurs surmontant habituellement un aliment.

Aussi, préfère-t-on piéger les fractions à la sortie de la colonne, soit directement dans une seringue, soit par adsorption sur un support inerte afin d'apprécier ultérieurement les caractéristiques olfactives de tel ou tel constituant.

Les juges peuvent même mettre un nom sur un certain nombre de pics et ce nombre sera d'autant plus grand que leur expérience dans ce domaine sera plus vaste. (37)

* Les seuils olfactifs et les unités d'odeur

La mesure de l'intensité des seuils de perception olfactifs permet d'apprécier la contribution d'un composant à l'arôme d'un aliment. On se base sur le critère suivant: plus le seuil d'un composant sera faible plus sa contribution sera grande.

Une méthode rapide et simple consiste à prendre une gamme de concentration croissante grâce à laquelle le seuil du "Panel" est défini par la moyenne géométrique des seuils individuels.

La combinaison entre seuils de perception et concentrations du composant dans l'aliment a conduit Guadagni et coll en 1966 (37) à introduire la notion d'unité d'odeur définie comme le rapport entre la concentration d'un composé volatil dans un aliment et son seuil de perception limite.

VII-2 Contrôles objectifs:

Actuellement, les contrôles s'orientent:

- D'une part vers la caractérisation et le dosage de constituants parasites ou typiques, présents en petites quantités et représentatifs d'un adjuvant ou d'une substance d'origine, anormalement ou normalement présents.

- D'autre part vers la détermination de rapports caractéristiques entre certains constituants convenablement choisis et représentatifs de la matière première étudiée ou des adjuvants (43)

Les méthodes de contrôles objectifs utilisées sont nombreuses.

Parmi elles, nous trouvons:

* Les contrôles chimiques: indice d'acide, d'ester, d'alcool, ..

* Les contrôles instrumentaux: Infra-rouge, ultra-violet, visible, la chromatographie en phase gazeuse et celle couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS), etc.

Etant donnée la gamme très étendue des concentrations dans une huile essentielle, seule la technique analytique chromatographique en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse, de par sa grande sensibilité, permet de résoudre et d'évaluer la qualité et l'authenticité d'une telle huile.

L'avènement d'interféromètres rapides tel celui de Michelson, associés aux nombreux avantages de la spectrométrie à transformée de Fourier, a permis le développement du couplage chromatographie en phase gazeuse capillaire-spectrométrie infra-rouge à transformée de Fourier (GC/FTIR) et son utilisation dans le domaine des arômes et des huiles essentielles. (51)

VIII- Travaux antérieurs relatifs aux huiles essentielles d'oranges et d'amandes:

Le suivi des travaux scientifiques en ce qui concerne l'analyse de la composition des huiles essentielles de l'orange et de l'amande, ainsi que l'évolution des techniques d'obtention et des méthodes d'analyse, constituent les éléments déterminants de cette recherche bibliographique.

Le contrôle des huiles essentielles d'agrumes se fonde surtout sur des examens par chromatographie en phase gazeuse. La station expérimentale est donc continuellement confrontée à la mise au point de méthodes nouvelles d'évaluation de la pureté et de la qualité. (31)

Avec l'avènement des colonnes capillaires en verre puis en silice fondue, le pouvoir de résolution de la C.P.G permet de procéder aux analyses les plus délicates. (53)

a- Huile essentielle d'oranges:

Une des larges applications de la chromatographie en phase gazeuse dans l'analyse des huiles essentielles d'oranges fut réalisée par Bernard en 1960 (52), qui divisa l'huile en fraction de terpènes et terpénoïdes. Il a pu ainsi identifier 15 terpènes et 37 terpénoïdes en utilisant deux phases stationnaires couplées avec la spectroscopie infra-rouge. Contrairement à l'huile de Lemon, la plus grande partie de l'huile essentielle d'oranges contient des monoterpènes, ainsi IKEDA et coll (52) en examinant l'huile de Californie et de Floride, trouvèrent que la majorité de la fraction monoterpénique était constituée de limonène droit.

Dans l'extension de ce travail Hunter et Brogden (52) trouvèrent que le principal constituant de l'huile d'oranges de Floride est le sesquiterpène=Valencène.

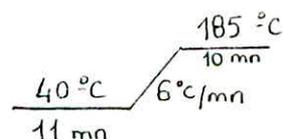
* Johnson et Vora(53) ont développé les analyses d'huiles essentielles de l'orange naturelle par chromatographie en phase gazeuse en injectant directement 1 μ L d'échantillon avec un système split 100/1 dans un chromatographe "Sigma 3B" (Perkin Elmer corps, Norwalk, CT) équipé d'un détecteur à ionisation de flamme connecté à un intégrateur "3380 A" (Hewlett Packard). Ils ont travaillé sur une colonne capillaire SE 30 en silice fondue de longueur 30m et de diamètre interne 0,25mm.

Les conditions opératoires optimales sont les suivantes:

T injecteur : 200°C

T détecteur : 250°C

T colonne suivant la programmation:



Vitesse de papier: 1cm/mn

L'identification des constituants majeurs et mineurs de l'arôme d'orange a été faite en comparant les temps de rétention et les données de spectrométrie de masse avec ceux des étalons.

Les résultats typiques de l'analyse quantitative de l'arôme d'orange sont représentés dans le tableau suivant:

constituants majeurs de l'arôme d'orange	Composition
Acétaldehyde	600 ppm
Méthanol	0,5 %
Ethanol	13 %
1-Propanol	100 ppm
Acétal	70 ppm
Héxanal	traces
butyrate d'éthyle	50 ppm
Limonène	200 ppm

Quant à l'analyse quantitative de l'huile essentielle d'orange, elle a donné les résultats suivants:

constituants principaux de l'essence d'orange	concentration
Ethanol	0,1 %
Acétate d'éthyle	50 ppm
Acétal	20 ppm
α -pinène	0,4 %
sabinène	0,4 %
Myrcène	1,8 %
Octanal	0,5 %
d-limonène	93,6 %
Linalool	0,5 %
Décanal	0,6 %
Néral	0,2 %
Géranial	0,1 %
Valencène	1,7%

Le constituant majeur de l'huile est le d.limonène (93,6%), le valencène (1,7%) étant le composé majeur des sesquiterpènes. (53)

Analyse:

Pour l'analyse des essences et des dérivés d'agrumes, la pratique actuellement est un examen mettant en oeuvre le chromatographe en phase gazeuse muni d'un détecteur à ionisation de flamme. L'analyse a lieu dans les conditions expérimentales suivantes:

colonne: capillaire Golay 15m x 0,2mm

phase stationnaire: UNICON LB 550 x

Température de la colonne de 60 à 140°C

Vitesse programmée: 4°C/mn

Température du dispositif d'introduction: 250°C

Détecteur à ionisation de flamme

(Pression de l'air= 25 psi, pression de l'hydrogène= 11 psi)

Gaz vecteur: hélium

Volume d'essence: 1 μ l.

Atténuation: 64

L'analyse a permis l'identification des constituants suivants:

* Terpènes: α -thuyène, α -pinène, camphène, β -pinène, sabinène, α -phellandrène, α -terpinène, Δ_3 -carène, d-limonène, p-cymène, γ -terpinène, terpinolène.

* sesquiterpènes: Valencène, bergamotène, caryophyllène.

* Alcools: Linalol, terpinène 4-ol, α -terpinéol, citronellol, géraniol, nérol

* aldéhydes: citronellal, néral, géraniol, aldehydes octylique, nonylique et décyclique

* Esters: Acétate d'octyle, acétate de linalyle, acétate de néryle et de géranyle et acétate de terpinyle.

L'analyse comparée aux chromatogrammes d'échantillons purs et d'échantillons à contrôler offre le plus souvent des éléments de jugement sûrs. (31)

L'essence d'orange amère ou de bigarade peut être considérée comme saine quand les rapports des pics obtenus par CPG sont compris entre les limites suivantes: β -pinène/sabinène: 3,08-3,72; acétate de linalyle/aldehyde décyclique: 4,40-4,70; acétate de linalyle/linalol: 1,67-3,27; linalol/aldehyde decyclique: 1,69-4,62.

Grâce à la détermination de ces rapports, il est possible de détecter les adjonctions d'essence d'orange douce.

En effet, l'addition de l'essence d'orange douce est mise en évidence par la présence de citronella¹ (aldehyde contenue dans l'essence d'orange douce et, seulement à l'état de traces, dans l'essence de bigarade) et par la diminution du rapport acétate de linalyl/linalol. (31)

NF T75-236

La présente norme fait partie d'un ensemble de normes pour le contrôle de la qualité des huiles essentielles et matières utilisées dans l'industrie de la parfumerie et des arômes.

Le principe de cette norme est l'analyse par chromatographie gazeuse sur une colonne capillaire dans des conditions spécifiques, de faibles quantités d'huile essentielle de petit grain bigaradier obtenue par distillation à la vapeur d'eau des feuilles, des rameaux et de petits fruits verts de l'orange.

Appareillage:

colonne: capillaire en silice fondue de 50m et de 0,3mm de diamètre intérieur.

Diviseur: 1/100

Phase stationnaire: PEG 20 M

Température: température initiale: 70°C, puis programmation de température jusqu'à 180°C, à raison de 2°C/mn

Température d'injection: 200°C

Température de détection: 230°C

Quantité injectée: 0,1 μ L

Détecteur à ionisation de flamme

Gaz vecteur=hélium

Débit de gaz vecteur: 1,3ml/mn (54)

b-Huile_essentielle_d'amande

L'analyse de l'huile essentielle d'amande fut très rare, cependant le benzaldéhyde est le principal constituant donnant la flaveur d'amande.

La méthode spectrométrique UV présente parfois des difficultés dans la détermination de benzaldéhyde en présence d'acide benzoïque. Brunelle et Martin (52) utilisèrent la chromatographie en phase liquide, avec une phase stationnaire à 25% d'Apiezon M. et trouvèrent que ce n'est pas nécessaire d'utiliser la distillation par entraînement à la vapeur pour séparer le benzaldéhyde de l'acide benzoïque, puisque la séparation est réalisée par chromatographie.

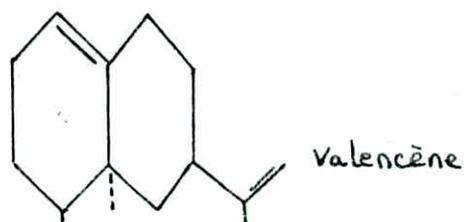
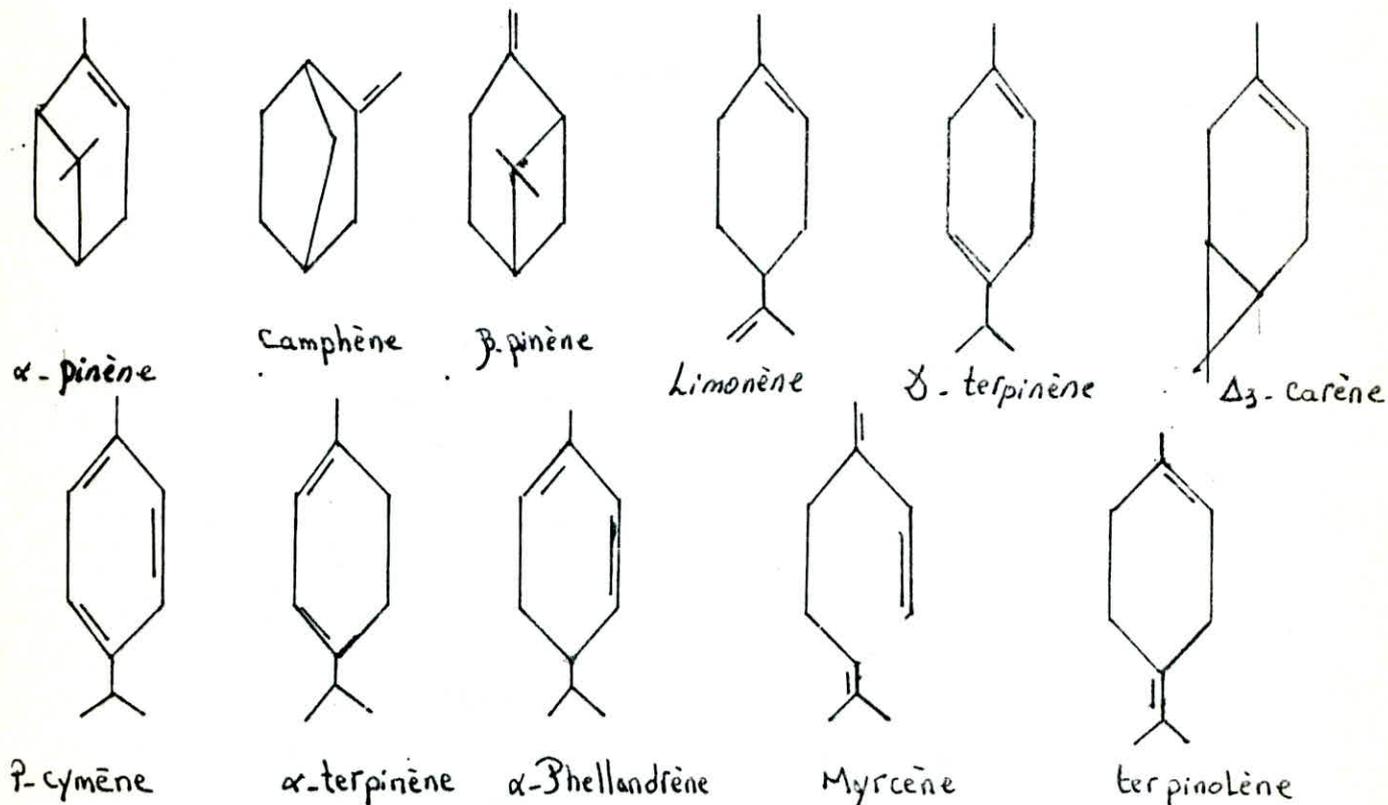
Les teneurs en benzaldéhyde contenues dans l'amande par cette méthode sont données dans le tableau suivant: (52)

produit	benzaldéhyde (g/100ml)
Essence d'amande pur dépourvue de HCN	1,35
Essence d'amande	2,72

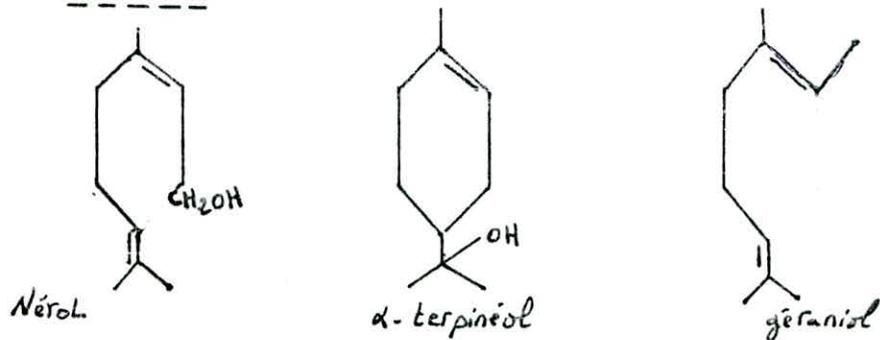
Nous présentons dans le tableau suivant le nom et la structure des principaux constituants d'huiles essentielles et d'arômes présentés par famille:

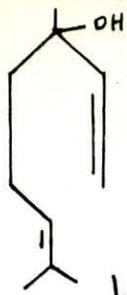
Nom et structure des principaux constituants
d'huiles essentielles.

* - Hydrocarbures monoterpéniques et aromatiques.

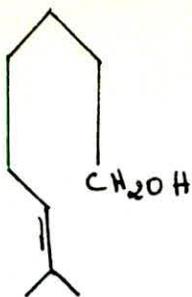


* - ALCOOLS



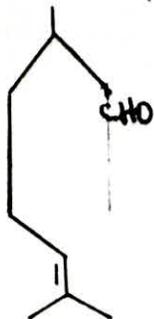


Linalol

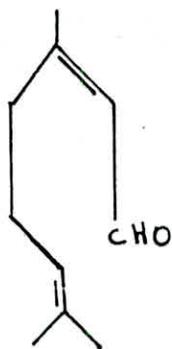


CitronelloL .

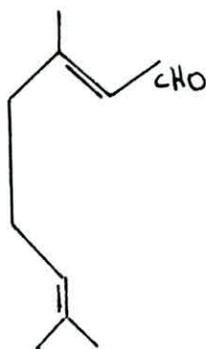
* - Aldehydes



Citronellal



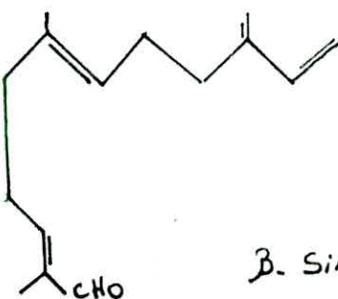
Néral



Géranial

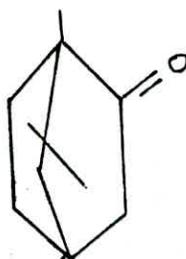


benzaldehyde

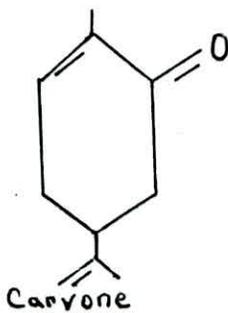


β. Sinensal .

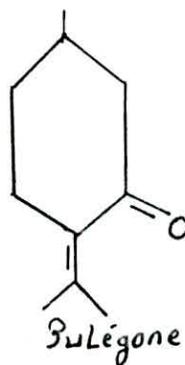
* - Cétones



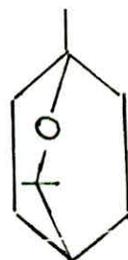
Camphre



Carvone

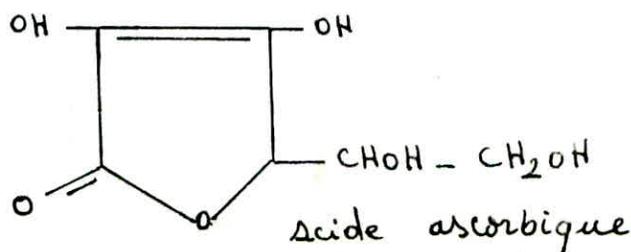


Pulégone



(1,8) Cinéol

* - Acides



Acide ascorbique

****B-ETUDE EXPERIMENTALE****

L'objectif de notre travail est de pouvoir préciser dans un premier temps, les conditions opératoires les plus favorables d'analyse des huiles essentielles par chromatographie en phase gazeuse sur deux colonnes capillaires de polarité différente et d'en déduire à l'aide de substances étalons les grandeurs de rétention ou indice de Kováts. Dans un deuxième temps, nous nous préoccupons d'évaluer dans les conditions opératoires précitées, tant les constituants majeurs des huiles essentielles d'arômes alimentaires d'oranges et d'amandes amères que leurs propriétés physico-chimiques, afin de contrôler leur qualité.

II-CHROMATOGRAPHIE APPLIQUEE AUX HUILES ESSENTIELLES DE L'ARÔME:

II-1 Introduction:

La chromatographie en phase gazeuse a, depuis son apparition, apporté une contribution inestimable à la séparation des constituants d'une huile essentielle. Après, l'avènement des colonnes capillaires en verre puis en silice fondue, son pouvoir de résolution inégalé permet de procéder aux analyses les plus délicates.

En effet, la colonne constitue véritablement le cerveau de tout chromatographe, car c'est d'elle que dépend le succès des séparations. Si l'appareillage est bon et les conditions opératoires convenables, l'analyse ne vaudra que par ce que vaut la colonne.

Nous distinguons deux types de colonnes:

- * Les colonnes classiques à remplissage obsolètes.

- * Les colonnes capillaires ou à tube ouvert appelées également colonnes de Golay.

Parmi ce dernier type, il existe des colonnes capillaires dites classiques et celles à remplissage. (41)

1/ Colonnes capillaires classiques:

Appelées également WCOT (Wall Coated Open Tubular) ou COT (Classical Open Tubular). La phase stationnaire est déposée sur la paroi interne de la colonne. Le diamètre interne de ces colonnes est très petit et varie de 0,1 à 0,5 mm par rapport à la longueur généralement située entre 10 et 100 m.

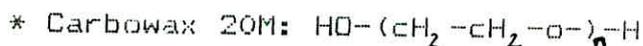
2/ Colonnes capillaires remplies:

Appelées également colonnes SCOT (Support Coated Open Tubular). De fines particules adhérentes (diamètre de 5 à 10 micromètres) sont déposées sur la paroi interne du tube préalablement imprégné d'une phase stationnaire.

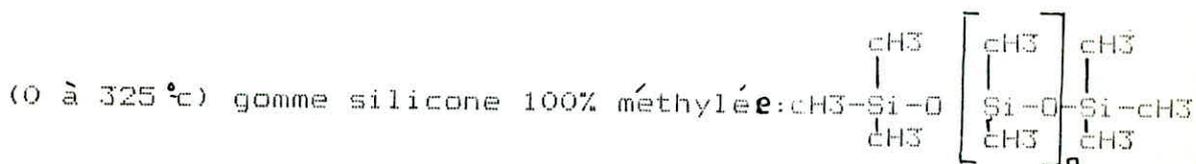
En outre, le succès de la séparation dépend pour une grande part du choix de la phase stationnaire.

Par ailleurs, un mélange à analyser peut comporter des solutés ayant des propriétés (polarité notamment) très différentes. Ces derniers imposeront donc à faire un compromis dans le choix de la phase stationnaire ou arriver même à la nécessité de faire l'analyse sur deux ou plusieurs colonnes différentes.

Deux colonnes capillaires WCOT de phase stationnaire différente ont été utilisées au cours de notre étude, l'une est polaire, il s'agit de la PEG 20M (ou carbowax 20M), l'autre très peu polaire OV101



Le polyéthylène glycol de masse 20 000 présente une bonne stabilité thermique jusqu'à 200°C. Il permet l'étude des composés portant des fonctions chimiques polaires.



les silicones méthylées sont les phases stationnaires les plus couramment utilisées. A cause de leur gamme de température d'utilisation très étendue et de leur polarité très faible, la séparation des composés d'une série homologuée se fait pratiquement dans l'ordre de leurs points d'ébullition.

II-2 Appareillage utilisé:

L'appareillage utilisé est le suivant:

* Chromatographe type UNICAM série 304

* Détecteur à ionisation de flamme.

* injecteur sans diviseur type PYE UNICAM Grob conçu pour minimiser les trainées de pic et les erreurs quantitatives associées à l'injection avec diviseur (figure 1)

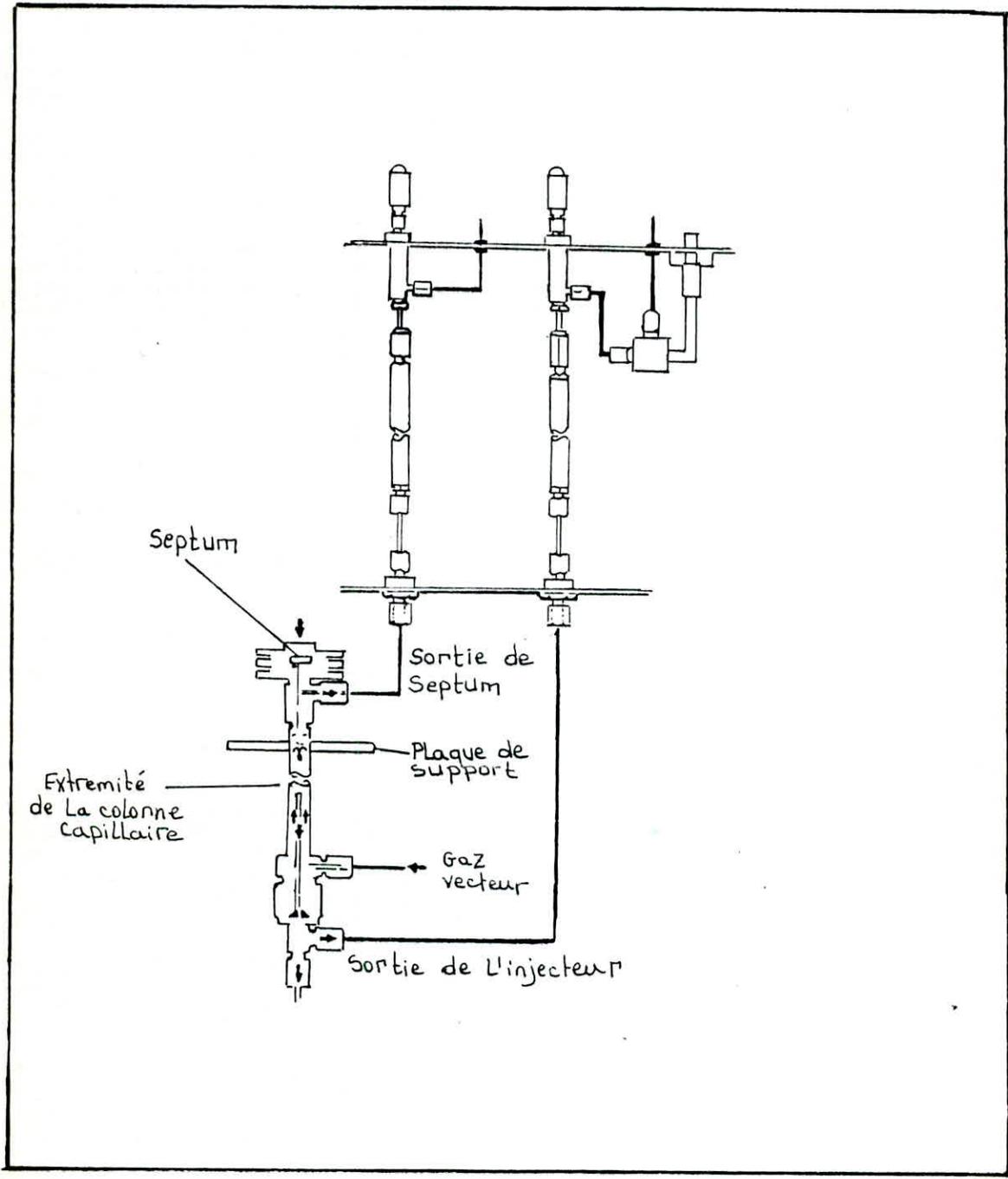


FIGURE 1: SCHEMA SIMPLIFIE DU SYSTEME D'INJECTION

* colonnes:

caractéristiques	colonne PEG20M	colonne ov101
Matière du tube	Silice fondue	silice fondue gainée d'aluminium
Longueur	25m	25m
Diamètre intérieur	0,32mm	0,22mm
Phase stationnaire	polyéthylène glycol 20M	100% silicone méthylée
Diamètre extérieur	0,45 mm	0,33mm
Épaisseur du film	0,21µm	0,25µm
Gaz vecteur	Hélium	Hélium
Débit du gaz vecteur	1ml/mn	1ml/mn
pression d'entrée du gaz vecteur	7 P.S.i	15 P.S.i
T injecteur	200°C	300°C
T détecteur	300°C	350°C
sensibilité	10 ²	10 ²

* Enregistreur intégrateur électronique type PVE UNICAM PU 4810 Computing integrator philips.

II -3 Conditions opératoires:

Dans le cadre de l'analyse de mélanges complexes comme les huiles essentielles par chromatographie en phase gazeuse, les différents solutés ne peuvent être résolus dans leur totalité sur une seule phase stationnaire et à une température, par suite de leur nature et concentration diverses.

Pour remédier à cet état de fait un protocole de travail a été effectué sur deux colonnes de polarité différente a fin d'aboutir à un mode de séparation donnant satisfaction. L'accent est mis sur l'utilisation des données de rétention qui est considérée comme un artifice analytique important dans l'identification des constituants séparés. En outre, nous avons choisi deux modes d'élution l'un en isotherme et l'autre en programmation linéaire de température.

Le protocole opératoire est le suivant:

Nous injectons plusieurs fois successivement la série des n-alcane et des produits monoterpéniques étalons à étudier. Grâce à la méthode de Kováts, nous calculons les paramètres de l'équation de rétention des alcanes, puis les indices de rétention des substances étalons.

Les analyses ont été effectuées sur les deux colonnes avec les conditions suivantes:

a/ Colonne capillaire PEG 20M:

- Solutés injectés: * hydrocarbures de référence:
du n-nonane au n-tetradecane.

* Etalons appartenant à la famille des hydrocarbures monoterpéniques: α -pinène, camphène, β -pinène, Δ^1 -carène, α -phelladrène, δ -terpinène, limonène, δ -terpinène, et p-cymène.

- $V_{\text{injecté}}$: 0,06 μ L
- Vitesse du papier: 0,5 mm/mn
- Atténuation : 64
- T colonne :

a-1 En isotherme:

Température allant de 50 à 110°C par intervalles de 10°C
soit 50,60,70,.....110°C

a_2 En programmation linéaire de température:

De 60 °c à 150 °c à raison de 1,2,3,5 et 6 °c/mn

b- Colonne capillaire OV101:

- solutés injectés:

* Hydrocarbures de référence: du n-octane au n-dodécane.

* Etalons appartenant à la famille des hydrocarbures monoterpéniques.

- $V_{\text{injecté}}$: 0,06 μL

- Vitesse du papier: 0,5 mm/mn

- Atténuation: 6 4

- T° colonne

b-1 En programmation linéaire de température:

de 90 à 150 °c à raison de 1,2 et 3 c/mn

II-3-1 RESULTATS:

A- Analyse en isotherme:

a- Analyse sur colonne capillaire PEG 20 M:

A chaque température déterminée, nous avons calculé l'indice de rétention du soluté à identifier, l'échelle des hydrocarbures de références ayant été tracée au préalable.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau 1:

Tableau 1: Temps de rétention des hydrocarbures de référence et des étalons pour chaque température.

-87-

Composés	50 C°		60 C°		70 C°		80 C°		90 C°		100 C°		110 C°	
	t _R (mn)	lnt _R												
C ₉	1,95	0,668	1,85	0,615	1,84	0,609	1,81	0,593	1,80	0,588	1,78	0,577	/	/
C ₁₀	2,71	0,997	2,28	0,824	2,10	0,742	1,99	0,688	1,92	0,652	1,87	0,626	1,89	0,637
C ₁₁	3,94	1,371	3,05	1,115	2,87	1,054	2,52	0,924	2,25	0,811	2,10	0,742	2,04	0,713
C ₁₂	6,80	1,917	5,10	1,629	4,11	1,413	3,23	1,172	2,72	1,001	2,43	0,888	2,11	0,747
C ₁₃	/	/	/	/	6,42	1,860	4,76	1,56	3,74	1,320	3,13	1,140	2,64	0,970
C ₁₄	/	/	/	/	10,13	2,316	7,16	1,968	5,28	1,664	4,16	1,426	3,31	1,197
α-pinène	3,09	1,128	2,61	0,959	2,43	0,888	2,07	0,727	2,02	0,703	1,95	0,668	1,95	0,668
Camphène	3,65	1,295	2,97	1,089	2,58	0,948	2,31	0,837	2,14	0,761	2,07	0,728	2,01	0,698
β-pinène	4,60	1,526	3,31	1,197	3,01	1,102	2,59	0,952	2,33	0,846	2,21	0,793	2,15	0,765
D ₃ carène	5,06	1,621	4,34	1,468	3,56	1,269	3,00	1,099	2,65	0,975	2,31	0,837	2,16	0,770
Phellandrène	5,31	1,669	4,69	1,545	3,77	1,327	3,11	1,135	2,75	1,012	2,33	0,846	2,20	0,788
α-terpinène	/	/	5,00	1,609	3,70	1,308	3,19	1,160	2,77	1,019	2,41	0,879	2,25	0,811
Limonène	/	/	5,08	1,625	4,28	1,454	3,34	1,206	2,96	1,085	2,49	0,912	2,41	0,879
δ-terpinène	/	/	/	/	4,60	1,526	4,10	1,411	3,37	1,215	2,78	1,022	2,49	0,912
p-cymène	/	/	/	/	5,04	1,617	4,11	1,413	3,56	1,269	3,03	1,109	2,52	0,924

A l'aide des valeurs du tableau 1, nous avons porté sur la (figure 2), les courbes d'étalonnage $\text{Ln}t_R = f(I)$ pour la série des n-alcane de référence.

Ne disposant pas d'étalon n-C₃, le temps de rétention de celui-ci a été interpolé à partir du diagramme $\text{Ln}t_R = f(I)$.

* Commentaire:

D'après Kovats, pour une colonne donnée et une température choisie, le logarithme des temps de rétention est lié linéairement au nombre d'atomes de carbone dans une série homologue; $\text{Ln}t_R = an + b$ où n est le nombre d'atome de carbone des solutés.

Cette linéarité n'est pas vérifiée dans notre cas (figure 2), ceci peut être expliqué par le fait que nous n'avons pas tenu compte du volume mort de la colonne correspondant au temps de rétention du gaz vecteur. Aussi, en prenant le temps de rétention de l'alcane le plus léger (pentane ou hexane) et en considérant celui-ci comme n'étant pas retenu et allant à la même vitesse que le gaz vecteur, nous avons apporté la correction nécessaire sur l'ensemble des temps de rétention.

Les valeurs des temps de rétention réduit $t_R - t_{GV}$ ainsi calculées sont portées dans le tableau "2".

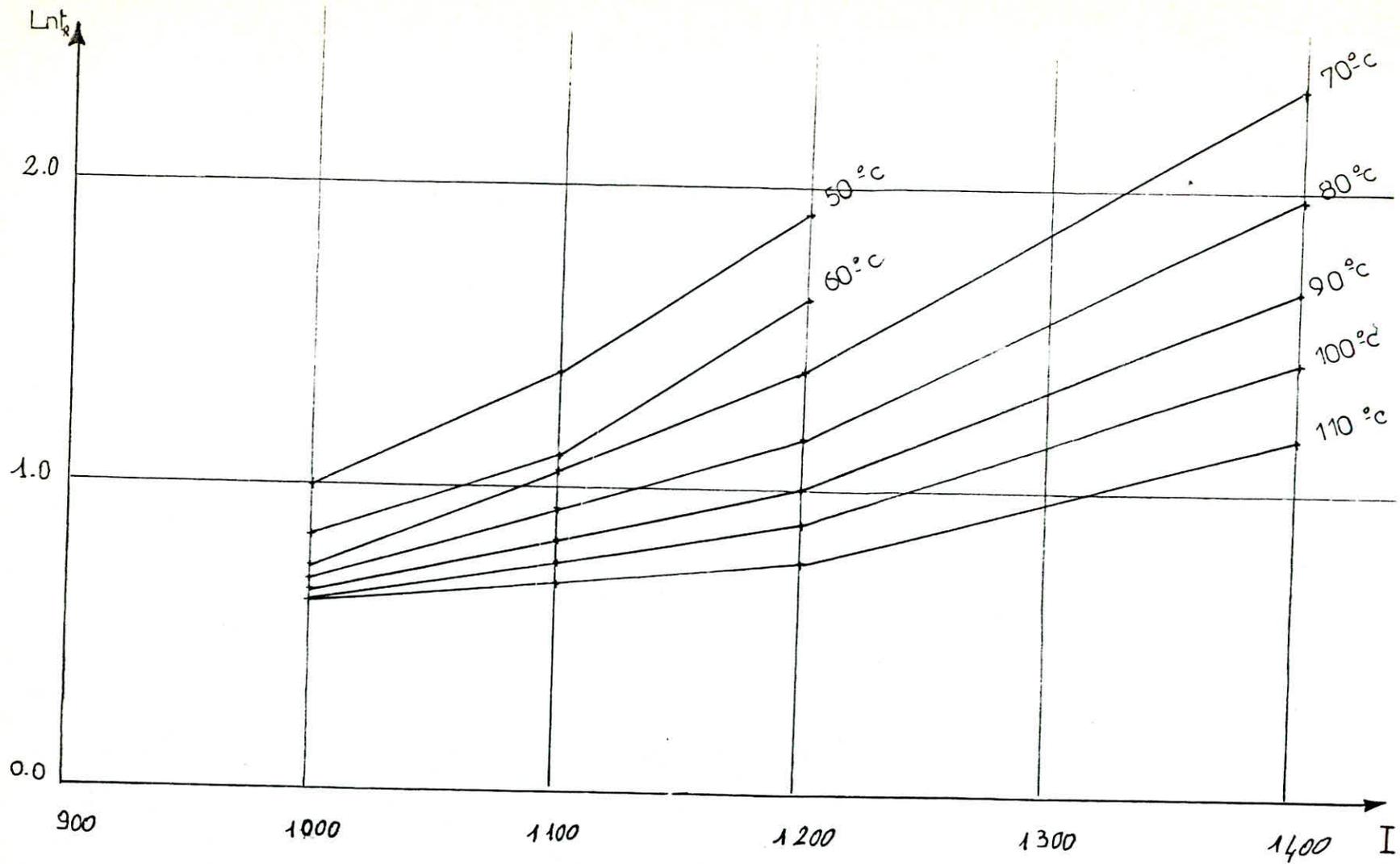


FIGURE 2 : VARIATION DE Lnt_k EN FONCTION DES INDICES DE RETENTION

Tableau 2 : Temps de rétention réduits des hydrocarbures de référence et des étalons.

Composés	50 C°		60 C°		70 C°		80 C°		90 C°		100 C°		110 C°	
	t'R (mn)	Lnt'R												
C ₉	0,40	-0,916	0,30	-1,204	0,29	-1,238	0,26	-1,347	0,25	-1,386	0,23	-1,469	/	/
C ₁₀	1,16	0,148	0,73	-0,315	0,55	-0,598	0,44	-0,821	0,37	-0,994	0,32	-1,139	0,34	-1,079
C ₁₁	2,39	0,871	1,50	0,405	1,32	0,278	0,97	-0,030	0,70	-0,357	0,55	-0,598	0,49	-0,713
C ₁₂	5,25	1,658	3,55	1,267	2,56	0,940	1,68	0,519	1,17	0,157	0,88	-0,128	0,56	-0,579
*C ₁₃	/	/	/	/	4,48	1,500	3,06	1,120	2,09	0,740	1,49	0,400	1,13	0,120
C ₁₄	/	/	/	/	8,58	2,149	5,61	1,724	3,73	1,316	2,61	0,959	1,76	0,565
α-pinène	1,54	0,432	1,06	0,058	0,88	-0,128	0,52	-0,654	0,47	-0,755	0,40	-0,916	0,40	-0,916
Camphène	2,10	0,742	1,42	0,351	1,03	0,029	0,77	-0,261	0,59	-0,528	0,52	-0,654	0,46	-0,776
β-pinène	3,05	1,115	1,76	0,565	1,46	0,372	1,04	0,039	0,78	-0,248	0,66	-0,415	0,60	-0,511
D ₃ -carène	3,51	1,256	2,79	1,026	2,01	0,698	1,45	0,371	1,10	0,095	0,76	-0,274	0,61	-0,494
α-Phelland- réne	3,76	1,324	3,14	1,144	2,22	0,797	1,56	0,445	1,20	0,182	0,78	-0,248	0,65	-0,431
α-terpinène	/	/	3,45	1,238	2,15	0,765	1,64	0,495	1,22	0,199	0,86	-0,151	0,70	-0,357
Limonène	/	/	3,53	1,261	2,73	1,004	1,79	0,582	1,41	0,343	0,94	-0,062	0,86	-0,151
γ-terpinène	/	/	/	/	3,05	1,115	2,55	0,936	1,82	0,599	1,23	0,207	0,94	-0,062
P-cymène	/	/	/	/	3,49	1,249	2,56	0,940	2,01	0,698	1,48	0,392	0,97	-0,030

* Valeurs lues par interpolation sur le graphe de la figure 3.

Pour chaque température le diagramme $\text{Ln}t'_R : f(I)$ est porté sur la figure 3

D'après le graphe nous constatons une meilleure linéarité, ce qui nous permettra d'utiliser ultérieurement un tel abaque.

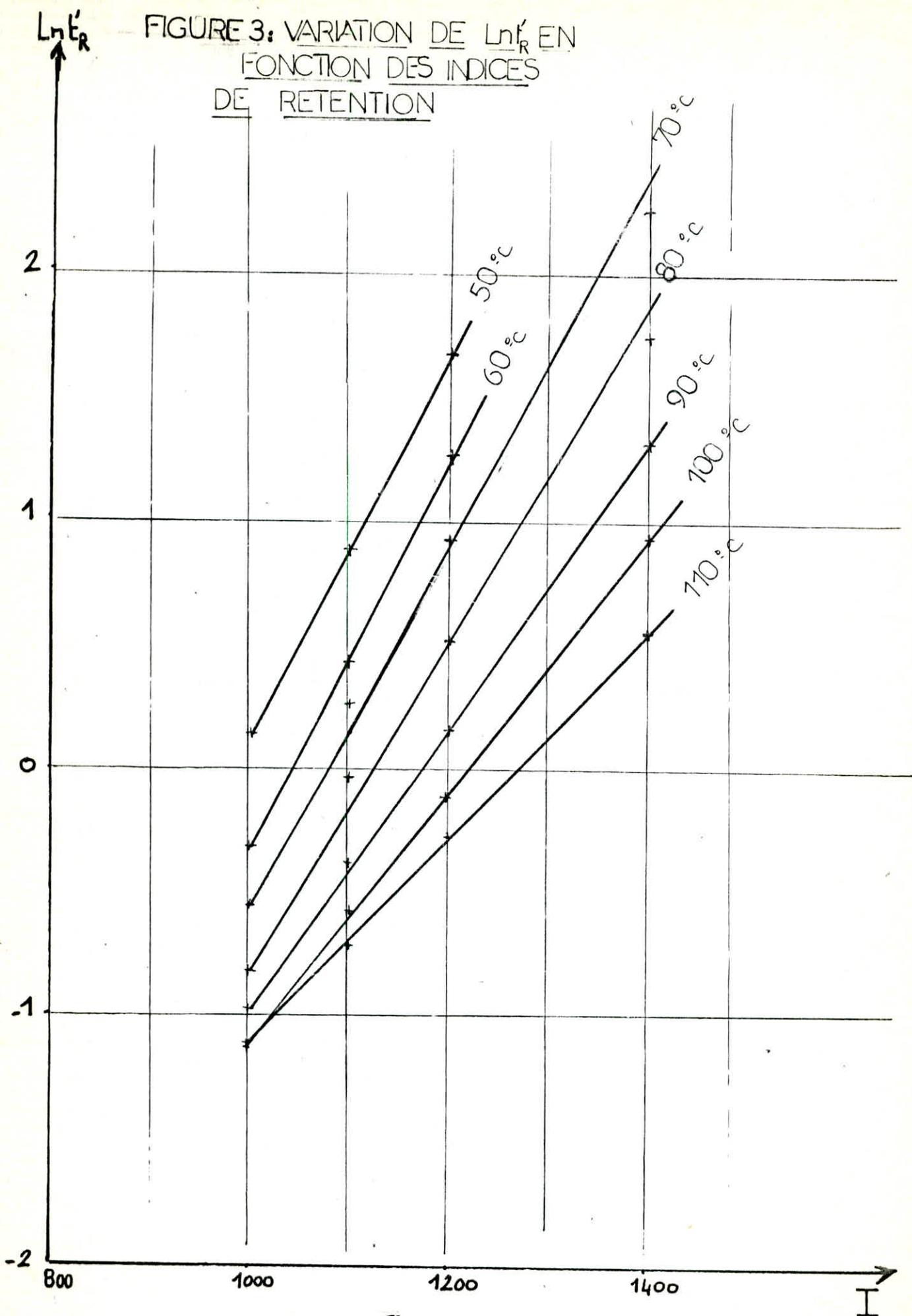
Nous avons par ailleurs déterminé par calcul à l'aide de la relation de Kováts, les valeurs des indices de rétention des substances étalons monoterpéniques.

Les résultats obtenus en prenant les temps de rétention réduits sont rassemblés dans le tableau 3 suivant:

Tableau 3: Indices de rétention des étalons élués sur colonne capillaire PEG 20M en isotherme

composés	Indices de rétention						
	50 °C	60 °C	70 °C	80 °C	90 °C	100 °C	110 °C
α -pinène	1039	1051	1053	1021	1038	1041	1044
Camphène	1082	1092	1071	1071	1073	1089	1083
β -pinène	1131	1119	1115	1113	1121	1138	1209
Δ_3 -carène	1149	1172	1163	1173	1188	1169	1212
α -phellandrène	1157	1185	1178	1186	1204	1174	1221
α -terpinène	/	1196	1173	1196	1207	1195	1232
Limonène	/	1199	1211	1211	1232	1212	1261
γ -terpinène	/	/	1231	1269	1276	1263	1273
p-cymène	/	/	1255	1276	1293	1298	1278

FIGURE 3: VARIATION DE $\text{Ln}t'_R$ EN
 FONCTION DES INDICES
 DE RETENTION



Afin de vérifier l'influence de la température sur les indices de rétention nous avons porté sur la figure 4, l'indice de Kovats en fonction de la température $I=f(T)$.

* Commentaire:

En examinant le graphe de la figure 4, nous remarquons tout d'abord, que pour tous les étalons, l'évolution de l'indice de rétention n'est pas linéaire et souvent aléatoire. L'influence de la température est très importante dans ce type d'analyse puisqu'elle permettra d'optimiser les conditions de séparation et d'en choisir les plus favorables.

Par ailleurs, le graphe fait apparaître certaines inversions d'ordre d'éluion des substances tel que le montre le couple α -terpinène/ α -phellandrène. Ceci est fort utile à connaître afin de procéder à un choix judicieux de température d'éluion. Ainsi, la séparation des constituants d'une huile essentielle semblent être meilleure à 85 ou 104°C.

B- ANALYSE EN PROGRAMMATION LINEAIRE DE TEMPERATURE: (62)

a- Analyse sur colonne capillaire PEG 20M:

Les échantillons étalons ont été injectés dans les mêmes conditions opératoires que les hydrocarbures saturés de référence à savoir température de colonne de 60 à 150°C à raison de divers gradients: 1,2,3,5 et 6°C/mn.

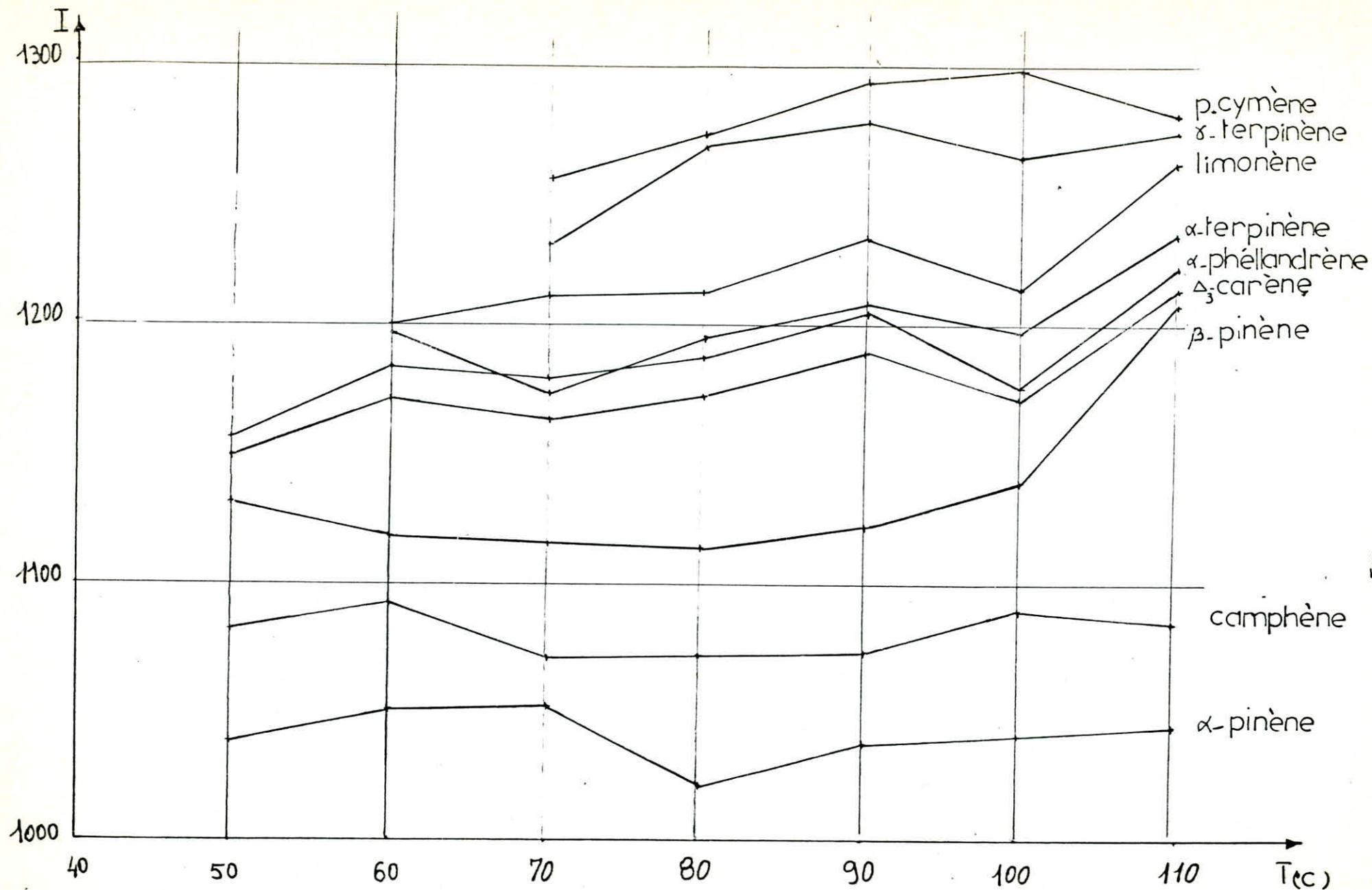


FIGURE 4 : VARIATION DES INDICES DE RETENTION EN FONCTION DE LA TEMPERATURE.

Tableau 4: Température de rétention des hydrocarbures de référence et des étalons élués sur colonne PEG 20M en programmation linéaire de température de 60 à 150°C.

Composés	1° c/mn		2° c/mn		3° c/mn		5° c/mn		6° c/mn	
	tR (mn)	TR (-°c)								
C ₉	1,93	61,93	1,86	63,72	1,89	65,67	1,90	69,50	1,89	71,34
C ₁₀	2,31	62,31	2,20	64,40	2,22	66,66	2,18	70,90	2,16	72,96
C ₁₁	3,34	63,34	3,19	66,38	3,13	69,39	2,90	74,50	2,83	76,98
C ₁₂	4,58	64,58	4,61	69,22	4,40	73,20	3,66	78,30	3,53	81,81
C ₁₃	7,20	67,20	6,90	73,80	6,27	78,80	4,88	84,40	4,67	88,00
C ₁₄	10,91	70,91	9,85	79,80	8,78	86,34	6,49	92,45	6,04	96,24
α-pinène	2,42	62,42	2,40	64,80	2,59	67,77	2,44	72,20	2,44	74,64
Camphène	3,08	63,08	2,69	65,38	2,88	68,64	2,69	73,45	2,65	75,9
β-pinène	3,46	63,46	3,05	66,10	3,19	69,57	3,03	75,15	2,92	77,52
D ₃ -Carène	3,81	63,81	3,58	67,16	3,65	70,95	3,29	76,45	3,22	79,32
α-Phelland-rène	4,16	64,16	3,93	67,86	3,86	71,58	3,58	77,90	3,33	79,98
α-terpinène	4,71	64,71	4,10	68,20	3,99	71,97	3,61	78,05	3,54	81,24
Limonène	4,74	64,74	4,43	68,86	4,31	72,93	3,89	79,45	3,72	82,32
γ-terpinène	5,59	66,20	5,26	70,52	4,74	74,22	4,61	83,05	4,26	85,56
P-cymène	5,93	65,93	5,50	71,00	5,25	75,75	4,71	83,55	4,21	85,26

Les résultats sont portés sur le tableau 4

A l'aide des valeurs du tableau 4, nous avons porté sur la figure 5, la variation des indices de rétention I_{prog} en fonction de la température de rétention T pour la série des n-alcanes.

L'examen de cette figure 5 montre que la variation est loin d'être linéaire, cependant, elle pourra servir d'abaque. En effet, ne disposant pas d'étalon n-c₃, la température de rétention de ce dernier a été interpolée à partir de ce graphe.

A l'aide des valeurs du tableau 4, nous avons également calculé les indices de rétention ~~des étalons~~ monoterpéniques elues dans les conditions opératoires précitées.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 5:

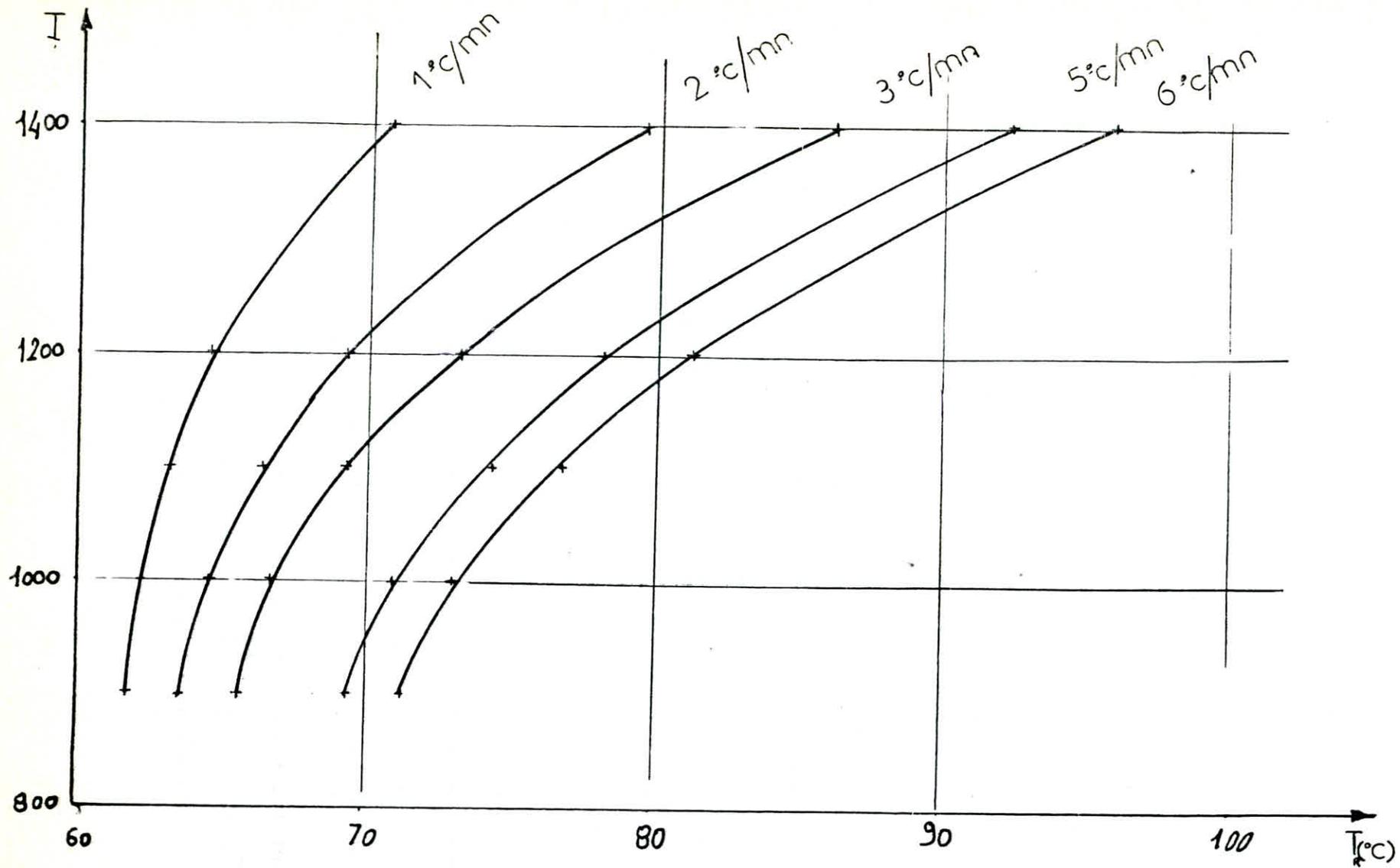


FIGURE 5: VARIATION DES INDICES DE RETENTION EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DE RETENTION.

tableau 5 : Indices de rétention des étalons élués sur colonne capillaire PEG 20 M en programmation linéaire de température

composés	Iprog				
	1°C/mn	2°C/mn	3°C/mn	5°C/mn	6°C/mn
α -pinène	1011	1020	1041	1036	1042
camphène	1075	1049	1073	1071	1073
β -pinène	1109	1085	1105	1118	1113
γ -carène	1138	1127	1141	1154	1156
α -phellandène	1166	1152	1157	1189	1171
α -terpinène	1205	1164	1168	1193	1201
limonène	1206	1187	1193	1219	1217
β -terpinène	1238	1228	1218	1278	1264
p -cymène	1252	1239	1246	1286	1259

Afin de vérifier l'influence de la température sur les indices de rétention en programmation de température, nous avons tracé sur la figure 6, la variation de I_{prog} en fonction du gradient : $I_{prog} = f(r)$

* Commentaire

Cette figure montre que:

i- la variation des indices de rétention en fonction du gradient de température est assez aléatoire.

Aussi, la connaissance de cette variation est utile puisqu'elle permet de sélectionner les conditions les plus favorables de séparation des constituants.

ii- L'ordre d'élué peut changer selon les conditions de travail, tel que le montre le couple p -cymène / β -terpinène.

Ceci nécessite donc certaines précautions à prendre quant à l'identification utilisant les données de la rétention.

Aussi pouvons-nous conclure que l'ordre d'élué sur colonne PEG 20M ne peut être utilisé comme méthode fiable d'identification surtout dans le cas des huiles essentielles.

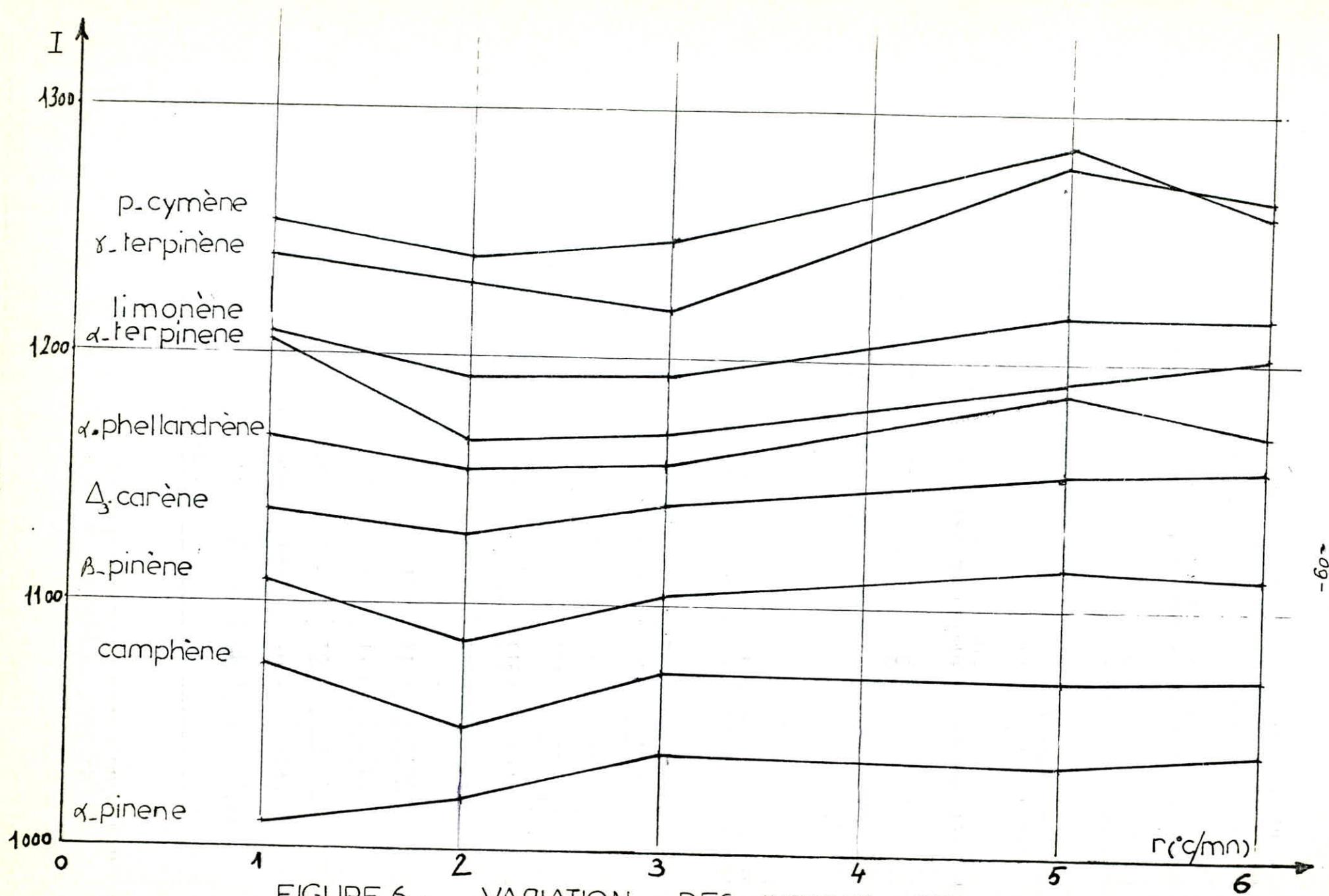


FIGURE 6 : VARIATION DES INDICES DE RETENTION EN FONCTION DU GRADIENT DE TEMPERATURE

Afin de comparer les valeurs d'indices de rétention ainsi déterminées sur colonne capillaire PEG 20 M, nous avons reporté dans le tableau suivant les valeurs observées dans la littérature :

Tableau 5* : Indices de rétention observés dans les travaux antérieurs

Composés	I_{P_1}	I_{P_2}	I_{P_3}	I_{P_4}	I_{P_5}	I_{P_6}
α -pinène	1039	1030	1042	1016	1045	1035
camphène	1083	1056	1090	1076	-	1050
β -pinène	1124	1089	1127	1117	1160	1110
Δ^3 -carène	-	-	-	1156	-	1165
α -phellandrène	-	-	-	1172	-	1175
α -terpinène	-	1152	-	1195	-	1183
Limonène	1206	1173	1204	1213	1225	1225
γ -terpinène	1251	1219	-	1256	-	1260
p -cymène	1272	1244	1257	1282	-	1285

I_{P_1} : Indices de Kováts reportés par JENNIGS et SHIBAMOTO. (63)

I_{P_2} : Indices de Kováts calculés sur colonne polaire. (63)

I_{P_3} : Indices de Kováts calculés par BREVARD sur colonne capillaire PEG 20 M. (64)

I_{P_4} : Indices de Kováts calculés sur colonne capillaire PEG 20 M. (64)

I_{P_5} : Indices de rétention calculés sur colonne classique PEG 20 M en isotherme. (65)

I_{P_6} : Indice de rétention calculés sur colonne capillaire PEG 20 M en programmation linéaire de température (47).

* Conclusion

Les grandeurs de rétention ainsi déterminées sur colonne capillaire PEG 20 M en isotherme et en programmation linéaire de température sont en bon accord avec celles trouvées antérieurement par d'autres travaux.

b/ Analyse sur colonne capillaire OV 101

De la même manière, nous avons effectué des analyses avec les mêmes constituants élués sur colonne capillaire OV 101 en programmation linéaire de température.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 6.

Tableau 6:

Température de rétention des hydrocarbures de références et des étalons élués sur colonne OV 101 en programmation linéaire de température de 80 à 150 °C.

Composés	1° c/mn		2° c/mn		3° c/mn	
	tR (mn)	TR(°C)	tR (mn)	TR(°C)	tR (mn)	TR(°C)
C ₈	3,29	83,29	3,16	86,32	3,14	89,42
C ₉	4,71	84,71	4,43	88,86	4,32	92,96
C ₁₀	7,46	87,46	6,66	93,32	6,31	98,93
C ₁₁	12,13	92,13	10,40	100,8	9,18	107,54
C ₁₂	19,27	99,27	15,31	110,62	12,85	118,55
α-pinène	5,65	85,65	5,59	91,18	5,01	95,03
Camphène	5,97	85,97	5,81	91,62	5,49	96,47
β-pinène	6,79	86,79	6,52	93,04	5,91	97,73
α-Phellandrene	7,83	87,83	7,22	94,44	6,57	99,71
D ₃ -Carène	7,94	87,94	7,61	95,22	6,84	100,52
α-terpinène	8,21	88,21	7,35	94,70	6,74	100,22
P-cynène	8,55	88,55	7,70	95,40	7,00	101,00
Limonène	8,61	88,61	8,01	96,02	7,37	102,02
δ-terpinène	10,09	90,09	8,68	97,36	7,91	103,73

Les indices de rétention calculés à l'aide de l'équation de Van den Dool et Kratz en programmation linéaire de température sont donnés dans le tableau 7 :

Tableau 7

Indices de rétention des étalons élués sur colonne ov 101 en programmation linéaire de température

composés	programmation		
	1 °c/mn	2 °c/mn	3 °c/mn
α -pinène	913	952	935
camphène	917	962	958
β -pinène	929	993	979
α -phellandrène	1008	1015	1009
Δ^3 -carène	1010	1025	1018
α -terpinène	1016	1018	1015
p-cymène	1023	1027	1024
limonène	1025	1036	1036
γ -terpinène	1056	1054	1056

En portant sur la figure 7 la variation de l'indice de rétention en fonction du gradient de la température, nous observons l'influence de cette dernière. Nous remarquons,

en effet que les indices de rétention ne sont pas fonction uniquement du couple phase stationnaire/soluté, mais aussi de la température de la colonne.

En comparant ces résultats à ceux obtenus sur colonne capillaire FEG 20M en programmation linéaire de température nous constatons qu'ils sont plus faibles puisque les solutés sont plus retenus par la phase stationnaire apolaire ov 101.

D'un autre côté, l'ordre d'élué des étalons est nettement modifié par rapport à la première colonne utilisée.

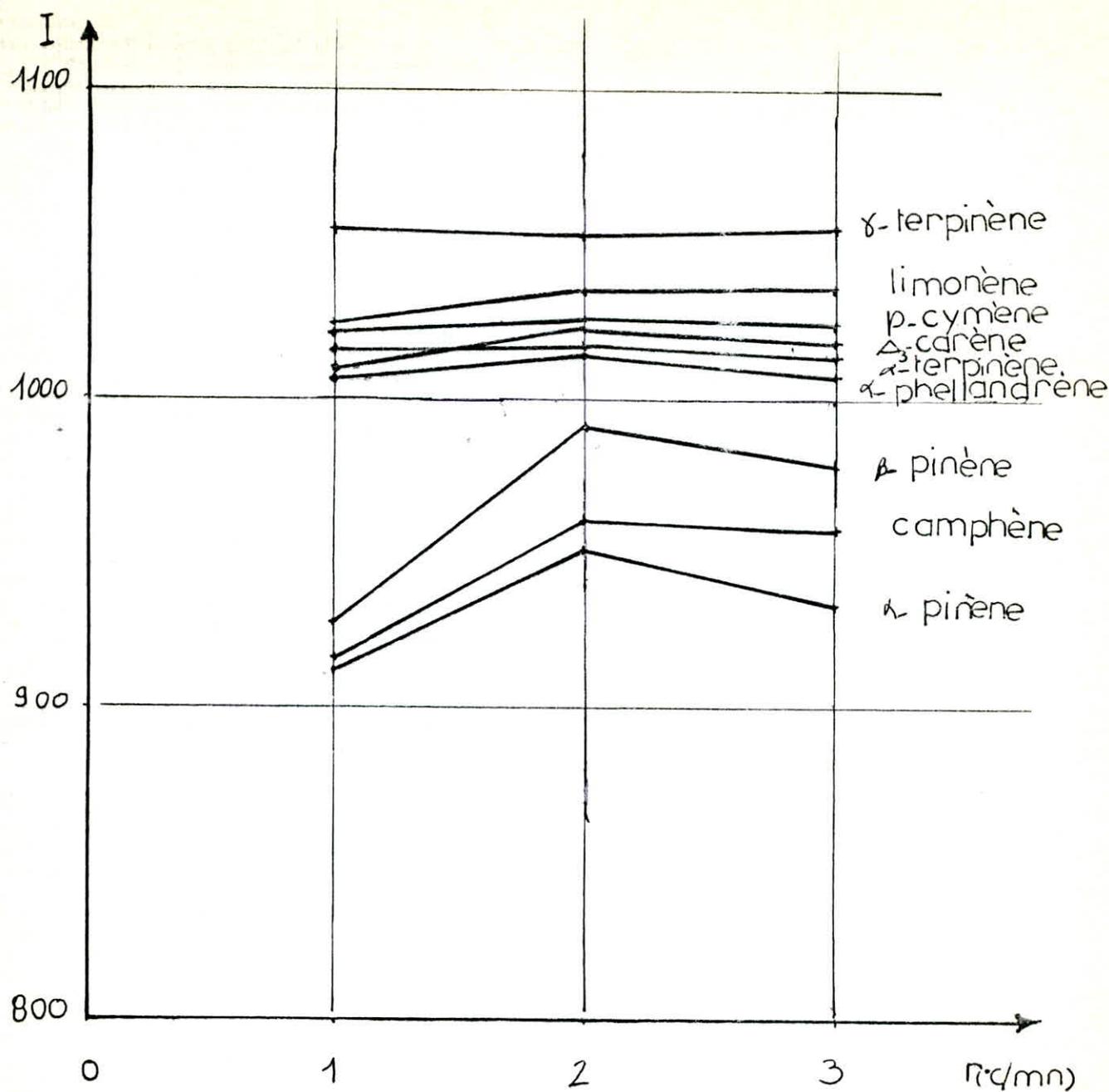


FIGURE 7: VARIATION DES INDICES DE RETENTION EN FONCTION DU GRADIENT DE TEMPERATURE

II-3-2 Conclusion

L'étude de la rétention des produits monoterpéniques par chromatographie en phase gazeuse a permis de montrer l'importance que revêt celle-ci quant aux choix des conditions opératoires de séparation et notamment de température et de phase stationnaire.

De cette étude, il ressort que les meilleures conditions d'analyse préconisées sont les suivantes:

- *-Colonne capillaire PEG 20M: 150°C
 - En programmation de température: $60/2$ et $3^{\circ}/\text{mn}$
 - En isotherme: 95 et 104°C
- *- Colonne capillaire OV 101: $80/3^{\circ}/\text{mn}$, 150°C

III- CONTROLE ANALYTIQUE DES ARÔMES D'ORANGES ET D'AMANDE

AMERE:

III-1 APPLICATION DES GRANDEURS DE RETENTION A LA
SEPARATION ET A L'IDENTIFICATION:

les conditions opératoires les plus favorables précitées ont été appliquées aux arômes d'oranges et d'amande amère en vue de la séparation et de l'identification de leurs constituants majoritaires.

III-1-1 Analyse sur colonne capillaire PEG 20M:

Les résultats qualitatifs observés après élution de chaque huile sur colonne PEG 20M en programmation linéaire de température de 60 à 150°C à raison de 2 et 3°C/mn sont présentés dans les tableaux 8 et 9:

Tableau 8: Valeurs des temps, températures et indices de rétention de certains constituants d'orange élués sur colonne PEG 20M en programmation linéaire de température à raison de 2°C/mn (Chroma 1,2,3).

2°C/ MN								
Orange brut			Orange déterpenée			Orange 5xconcentrée		
t _R (mn)	T _R (°C)	I _{prog.}	t _R (mn)	T _R (°C)	I _{prog.}	t _R (mn)	T _R (°C)	I _{prog.}
2,34	64,68	1014	2,31	64,62	1011	2,30	64,6	1010
3,21	66,42	1101	3,44	66,88	1118	4,32	68,64	1179
3,47	66,94	1119	4,38	68,76	1184	4,39	68,78	1184
4,71	69,42	1204	4,50	69,00	1192	5,69	71,38	1247
—	—	—	4,54	69,08	1195	—	—	—
—	—	—	4,59	69,18	1198	—	—	—
5,11	70,22	1222	4,61	69,22	1200	—	—	—
5,15	70,30	1223	4,69	69,38	1203	—	—	—
5,27	70,54	1229	4,71	69,42	1204	—	—	—
5,33	70,66	1231	4,80	69,60	1208	—	—	—
5,57	71,41	1241	5,07	70,14	1220	—	—	—
5,76	71,52	1250	5,55	71,10	1241	—	—	—
6,02	72,04	1261	5,85	71,70	1254	—	—	—

Tableau 9 : Valeurs des temps, températures et indices de rétention de certains constituants d'orange élués su colonne PEG 20M en programmation linéaire de température à raison de 3°C/MN .
(chroma 4,5,6)

3°C/mn								
Orange brut			Orange détépenée			Orange 5x concentrée		
t _R (mn)	T _R (°C)	I _{prog.}	t _R (mn)	T _R (°C)	I _{PROG}	t _R (mn)	T _R (°C)	I _{prog}
2.39	76.17	1019	2.53	76.59	1034	2.31	66.93	1009
3.47	70.41	1127	3.37	70.11	1119	2.97	68.91	1082
4.19	72.57	1183	3.75	71.25	1148	3.37	70.11	1119
4.27	72.81	1189	4.77	74.31	1219	4.29	72.87	1191
4.40	73.20	1200	5.05	75.15	1234	5.36	76.08	1251
4.44	73.32	1202	5.30	75.90	1248	7.64	82.92	1255
4.47	73.41	1204	5.47	76.41	1257	—	—	—
4.53	73.65	1208	5.73	77.19	1271	—	—	—
4.55	73.65	1208	6.70	80.10	1317	—	—	—
4.57	73.71	1209	7.98	83.98	1368	—	—	—
4.59	73.77	1210	—	—	—	—	—	—
4.65	73.95	1213	—	—	—	—	—	—
4.68	74.04	1215	—	—	—	—	—	—
4.76	74.28	1220	—	—	—	—	—	—
4.85	74.55	1224	—	—	—	—	—	—
4.89	74.67	1226	—	—	—	—	—	—
5.05	75.15	1235	—	—	—	—	—	—
5.44	76.32	1255	—	—	—	—	—	—
5.66	76.98	1267	—	—	—	—	—	—

L'identification des constituants majoritaires de l'huile essentielle d'oranges serait ramenée à une simple comparaison des groupes repérés sur les tables d'indice de rétention établies sur la colonne PEG 20M en programmation de température à raison de 2 et 3°C/mn.

Les constituants majoritaires de l'huile essentielle d'oranges ainsi identifiés sont regroupés dans le tableau 10.

Tableau 10: Identification des constituants majoritaires d'orange élués sur la colonne PEG 20M

composés	2 c/mn			3 c/mn		
	I _{prog} ^a	I _{prog} ^b	I _{prog} ^c	I _{prog} ^a	I _{prog} ^b	I _{prog} ^c
α-pinène	1014	1011	1010	1019	1034	1009
campène	-	-	-	-	-	1082
β-pinène	1101	-	-	1127	1119	1119
Δ ₃ -carène	1119	1118	-	-	1148	-
α-phellandrène	-	-	-	-	-	-
α-terpinène	-	-	-	-	-	-
limonène	1204	1184	1184	1189	1219	1191
γ-terpinène	1229	1220	-	1220	-	-
p-cymène	1241	1241	1247	1255	1248	1251

I_{prog}^a: Indice de rétention des constituants identifiés de l'huile d'orange brut.

I_{prog}^b: Indice de rétention des constituants identifiés de l'huile d'orange déterpénée.

I_{prog}^c: Indice de rétention des constituants identifiés de l'huile d'orange 5xconcentrée.

III-1-2 Analyse sur colonne capillaire OV101:

Les résultats observés après élution de chacune des huiles sur colonne OV101 en programmation linéaire de température de 80 à 170°C à raison de 3°C/mn sont rassemblés dans le tableau 11.

Tableau 11 : Valeurs des temps , températures et indices de rétention de certains constituants d'oranges élués sur colonne OV 101 (chroma 8,9,10)

3°C/mn								
Orange brut			Orange de terpènes			Orange 5x concentrée		
t _R (mn)	T _R (°C)	I _{prog}	t _R (mn)	T _R (°C)	I _{prog}	T _R (mn)	T _R (°C)	I _{prog}
4,84	94,52	926	4,82	94,48	925	4,83	94,49	926
4,90	94,70	929	5,46	96,38	957	5,59	96,77	964
4,96	94,88	932	5,75	97,25	972	5,73	97,77	971
5,04	95,12	936	6,44	99,32	1005	7,21	101,63	1031
5,60	96,80	964	7,53	102,59	1043	7,24	101,72	1032
5,76	97,28	972	7,75	103,25	1050	7,41	102,23	1038
5,85	97,55	977	7,90	103,70	1055	7,44	102,32	1039
5,95	97,85	982	-	-	-	7,47	102,41	1040
5,98	97,94	983	-	-	-	7,71	103,13	1048
6,05	98,15	987	-	-	-	-	-	-
6,51	99,53	1006	-	-	-	-	-	-
7,47	102,41	1040	-	-	-	-	-	-
7,71	103,13	1048	-	-	-	-	-	-
7,79	103,37	1052	-	-	-	-	-	-

Les constituants majoritaires des arômes étudiés ont été identifiés par la table de référence des indices de rétention établie préalablement sur colonne OV101 en programmation linéaire de température à raison de 3 °c/mn .

Les résultats obtenus sont portés dans le tableau 12

Tableau 12: Identification des constituants majoritaires d'orange élués sur la colonne OV101.

composés	3°c/mn		
	I ^a _{prog.}	I ^b _{prog.}	I ^c _{prog.}
α-pinène	936	-	-
camphène	964	957	964
β-pinène	982	972	971
α-phellandrène	1006	1005	-
α-terpinène	-	-	-
p-cymène	-	-	-
limonène	1040	1043	1040
γ-terpinène	1052	1055	1048

a: orange brut

b: orange déterpénée

c: orange 5Xconcentrée

* Interprétation des tableaux 10 et 12:

D'après les résultats du tableau 10 et 12 on remarque que les écarts entre indices de rétention varient d'une huile à une autre ceci peut être dû au volume mort de la colonne qui n'a pas été pris en considération.

III-2 EVALUATION DES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES:

Les premiers examens auxquels sont soumises les huiles essentielles consistent tout d'abord à vérifier leurs caractères organoléptiques (aspect-couleur-odeur) , puis à déterminer leurs grandeurs physiques caractéristiques, et enfin à évaluer leurs propriétés chimiques.

III-2-1 caractéristiques physiques:

a- Densité: d_{20}^{20}

* Définition: La densité relative à 20 °c d'une huile essentielle est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile essentielle à 20 °c, à la masse d'un égal volume d'eau distillée à 20 °c.

Les mesures ont été faites à l'aide d'un picnomètre de 5ml et d'une balance analytique digitale du type SARTORIUS 1 602 MB8-1 avec une précision de 10⁻⁴g.

La densité relative est donnée par la formule suivante: (55)

$$d_{20}^{20} = \frac{m_1 - m_0}{m_2 - m_0}$$

où m_0 : masse du picnomètre vide (g).

m_1 : masse du picnomètre rempli d'huile essentielle (g).

m_2 : masse du picnomètre rempli d'eau (g).

b- Indice de réfraction: n_D^{20}

* Définition: 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 de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante.

La longueur d'onde spécifique est (589,3 + 0,3) nm correspondant aux radiations D_1 et D_2 du spectre du sodium.

Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un réfractomètre type ATAGO 53 021.

L'indice de réfraction, n_D^{20} , à la température de référence t, est donné par la formule: (56)

$$n_D^t = n_D^{20} + 0,0004 (t - 20)$$

où n_D^t est la valeur de la lecture, obtenue à la température t, à laquelle a été effectuée la détermination.

c- Pouvoir rotatoire: α_D^{20}

Définition:

Le pouvoir rotatoire d'une huile essentielle est l'angle exprimé en milliradians ou en degrés d'angle, dont tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse de longueur d'onde (589,3 + 0,3) nm, correspondant aux raies D du sodium, lorsque celle-ci traverse une épaisseur de 100mm de l'huile essentielle dans des conditions déterminées de température.

Le pouvoir rotatoire est donné par la formule: (57)

$$\alpha_D^{20} = \frac{A \cdot V}{L \cdot m}$$

où A: angle de rotation en degré.

V: Volume de la solution en ml

L: Longueur de la cellule utilisée en cm.

m: masse de la substance dissoute.

* Longueur de la cellule= 15 cm

* Concentration en essence= 0,20 g/10ml

III-2-2 Caractéristiques chimiques:

a- Miscibilité dans l'alcool:

* Définition:

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 d'un 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.

* Principe: Addition graduelle à une prise d'essai de l'huile essentielle (1ml), à la température 20°C, d'éthanol de titre alcoométrique 95% (V/V) (58).

b- Indice d'Acide: I.A

* Définition:

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides contenues dans 1g d'huile essentielle.

Le protocole opératoire est le suivant:

On pèse 2g d'huile essentielle à 1mg près dans un erlenmeyer de 100cm³ et on ajoute 5cm³ d'éthanol à 95% (V/V) pour dissoudre cette huile, on introduit aussi 2 à 3 gouttes d'une solution de phenolphthaleine en guise de réactif coloré, puis l'on titre cette solution avec une solution de potasse décimale (0,1N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose.

L'indice d'acide est donné par la formule: (59)

$$IA = \frac{56,1 \cdot V \cdot N}{m}$$

où V: Volume de la solution d'hydroxyde de potassium utilisé (ml).

N: Normalite de KOH

m: masse de la prise d'essai (g)

c- Indice d'ester: IE

* Définition:

L'indice d'ester, est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libérés par l'hydrolyse des esters contenus dans 1 gramme d'huile essentielle.

La réaction de saponification s'écrit:



Le mode opératoire est le suivant:

Dans un erlenmeyer A, on introduit 0,1g d'huile essentielle auquel sont ajoutés 10cm³ d'une solution d'hydroxyde de potassium alcoolique 0,5N. Dans un autre erlenmeyer B, on verse 10cm³ de la même solution d'hydroxyde de potassium 0,5N.

Chacun de ces erlenmeyer muni d'un réfrigérant est chauffé au bain marie pendant une demi-heure.

Après refroidissement, on ajoute dans chaque erlenmeyer 2 cm³ d'eau distillée- si le liquide de l'erlenmeyer A est trouble c'est qu'il reste de l'ester non saponifié car l'ester est soluble dans l'alcool et non dans l'eau, aussi ajouterons-nous 10cm³ de potasse alcoolique dans chacun des récipients et l'on procédera de nouveau comme précédemment.

Lorsqu'il n'y a plus de trouble dans l'erlenmeyer A, on ajoute trois gouttes de phenolphthaleine et l'on titre avec une solution d'acide chlorhydrique 0,5N.

L'indice d'ester est donné par la formule: (60)

$$\text{IE} = \frac{28,05}{m} (V_0 - V_1) - \text{IA}$$

où V_0 : Volume de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour l'essai à blanc (ml)

V_1 : Volume de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour la détermination.

m : masse de la prise d'essai (g)

IA: indice d'acide.

Les différents tests décrits précédemment ont été établis pour chaque essence. Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau 13 suivant:

Tableau 13: Evaluation des propriétés organo-leptiques et physico-chimiques des différentes huiles essentielles.

Huile essentielle		Orange brut	Orange déterpenée	Orange 5x Concentrée	Amande amère
Organoleptiques	Aspect	Liquide mobile Limpide	Liquide mobile limpide	Liquide mobile Limpide	Liquide un peu trouble
	Couleur	Orange	Jaune à Orange	Jaune liair	Incolor
	Odeur	Agréable et Rafrachissante	Très agreable: caractéristique du zeste d'orange	Agreable	Caracteristique des amandes écrasées.
Physiques	n_D^{20}	1,4722	1,4726	1,4696	1,5430
	D_{20}^{20}	0,8435	0,8479	0,8469	1,0513
	α_D^{20}	+92°	+ 14°	+80°	Inactive + 0°
	D_1				
chimiques	Solubilité dans l'éthanol à 20° C	1 volume d'huile essentielle dans 4 volume d'éthanol à 95%v/v	1 volume d'huile essentielle dans 2,5 volumes d'éthanol à 95% (v/v)	1 volume d'huileESSEN: tielle dans 3,5 volume d'éthanol à 95% (v/v)	1 volume d'huile essentielle dans 1,5 volumes d'éthanol à 70 % (v/v)
	IA	2,03	2,89	2, 23	31,33
	IE	202,34	243,40	137,35	108,47

Afin d'avoir une première information quant à la qualité de nos huiles, il importe donc de comparer les propriétés de nos huiles à celles données par la littérature.

Aussi, présentons-nous dans le tableau suivant les propriétés observées dans la norme AFNOR. (61)

Tableau 14 : Propriétés organoleptiques et physico - chimiques de l'huile essentielle d'orange douce .

		Huile essentielle d'orange douce			
Caracteristiques		Limites générales	Italie	Guinée	Brésil
Organoleptiques	Aspect	Liquide limpide , mobile, qui peut de venir trouble .			
	Couleur	Jaune à orangé			
	Odeur	Caractéristique du zeste d'orange			
Physiques	densité $_{20}^{20}$				
	Minimum ...	0,842	0,844	0,844	0,842
	Maximum ...	0,850	0,847	0,849	0,847
	Indice de réfraction à 20°C .				
	minimum ...	1,4700	1,4730	1,4700	1,4720
	maximum ...	1,4760	1,4750	1,47340	1,4760
	pouvoir rotatoire ...	+ 94°	+ 97°	+ 95°	+ 97°
compris entre et.....	+ 99°	+ 99°	+ 99°	+ 99°	

* Interprétation:

1/ Huiles essentielles d'oranges:

L'examen des valeurs du tableau 13 comparées aux grandeurs physico-chimique des différents types d'huile essentielle d'orange douce (tableau 14) et amères citées dans la partie théorique, montre que nos résultats se rapprochent surtout des données du tableau 14.

En effet, les valeurs trouvées pour les propriétés physiques appartiennent au domaine normatif. Cependant les indices d'acide et d'ester des différentes huiles d'oranges sont anormalement élevés, ceci peut être dû à plusieurs facteurs soit que:

- La matière végétale est de mauvaise qualité.
- Le processus technologique n'est pas bien maîtrisé.
- L'échantillon a été trop longtemps conservé.

Ce dernier facteur de conservation semble à notre avis être prépondérant et responsable de ces valeurs d'indices élevées. En effet ces échantillons nous ont été remis en septembre 1987.

Il est à noter aussi que les huiles d'oranges brut, déterpénée et 5X concentrée ont pratiquement des densités proches l'une de l'autre.

Selon la littérature, la véritable essence déterpénée possède une densité de 0,8940 et un pouvoir rotatoire de $+9^{\circ}65'$ à 20°C. Nos résultats expérimentaux s'écartant quelque peu s'expliqueraient de la manière suivante: soit que l'essence n'ait pas été déterpénée, soit que le stockage ait eu à modifier les constituants. Nous serons tentés de prendre la première explication d'autant plus que nous n'avons pas observé d'oxydation de l'huile.

2/ Huile essentielle d'amande amère:

En comparant les indices physico-chimiques de l'huile d'amande amère du tableau 13 aux valeurs établies dans la littérature pour les deux types d'huile d'amande amère, celle privée de son acide cyanhydrique et celle qui en contient, nous remarquons que nos résultats se rapprochent surtout des données caractérisant les propriétés physico-chimiques de l'huile d'amande amère débarrassée de son acide cyanhydrique.

En ce qui concerne cette essence nous n'avons pas trouvé de valeurs d'indices d'acide et d'ester en bibliographie, car celle-ci a été très peu étudiée.

* Conclusion:

Les indices physico-chimiques évalués expérimentalement nous ont permis de caractériser, nos essences. Cependant de telles propriétés ne peuvent à elles seules permettre un contrôle de la qualité, 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.

III-3 EVALUATION SEMI-QUANTITATIVE

Grâce à la méthode d'identification par comparaison à l'aide d'étalons témoins, nous avons pu déterminer la proportion de certains constituants majoritaires des arômes d'oranges et d'amande amère.

Tableau 15 : Identification des constituants majoritaires d'oranges et d'amande amère élués sur colonne PEG 20.M en programmation linéaire de température à raison de 3°C/mn (chroma : 4,5,6,7) .

Composés	t _R (mn)	% des constituants majoritaires			
		Oranges			amande amère
		a	b	c	
α- Pinène	2,59	0,477	0,546	0,815	-
Camphène	2,88	-	0,260	-	-
β- pinène	3,19	0,855	0,252	1,777	-
Δ ³ - Carène	3,65	-	1,071	-	-
α-Terpinène	3,99	-	-	-	0,262
Limonène	4,31	97,370	94,610	96,202	-
γ-Terpinène	4,64	0,014	-	-	-
P-Cymène	5,25	0,014	0,011	0,069	-
Benzaldéhyde	12,47	-	-	-	99,738
Acétate de Linalyl	13,45	0,099	0,040	-	-
Linalol	13,61	-	-	-	-
α-Terpinéol	19,56	0,027	0,105	-	-
Néral	18,33	0,026	0,063	-	-
Géranial	20,50	0,010	0,034	-	-

a : brut ; b : détéropénée ; c : 5x concentrée.

Tableau 16: Identification des constituants majoritaires d'oranges élués sur colonne OV101 en programmation linéaire de température à raison de 3°C/mn (chroma 8,9 et 10)

composés	% des constituants majoritaires		
	orange brut	orange détéropénée	orange 5xconcentrée
α-pinène	0,083	-	-
camphène	0,139	0,083	0,118
β-pinène	0,264	2,026	2,041
α-phelandrène	0,226	0,058	-
limonène	95,004	93,325	93,589
ε-terpinène	0,005	0,015	0,050

L'examen des tableaux 15 et 16 montrent que si nous venons à comparer les pourcentages obtenus sur les deux colonnes, nous remarquons qu'il existe une variation de ces derniers. Cependant l'ordre de grandeurs est maintenu. Aussi toute comparaison se bornera au constituant le plus important en l'occurrence Limonène.

L'utilisation de la colonne PEG 20M nous a permis entre autre de mettre en évidence le constituant principale de l'arôme d'amande amère (99,738%) confirmant bien la conclusion à laquelle nous avons abouti dans l'évaluation des caractéristiques physico-chimiques.

Tableau 17: Comparaison des pourcentages obtenus sur les deux colonnes pour l'orange brut, détéropénée, et 5xconcentrée.

arôme / colonne	%limonène		
	a	b	c
PEG20M	97,370	94,610	96,202
OV101	95,004	93,325	93,589

- a: orange brut
- b: orange détéropnée
- c: orange 5xconcentrée

Il parait très clair que les valeurs obtenues pour l'orange brut sur les deux colonnes sont proches, et conformes aux résultats théoriques.

Ce tableau suscite aussi la remarque suivante :

- Existence d'un pourcentage très élevé en limonène dans l'arôme d'orange détéropnée, or si une huile est bien détéropnée elle n'en renferme pas.

Aussi, avec les faibles proportions en aldéhydes: Néral, Géranial observées sur la colonne PEG 20M pourraient nous conduire aux suppositions suivantes:

- * Forme d'adulteration possible.
- * L'arôme n'a subi aucune détéropnation.

C-CONCLUSION GENERALE

=====

La méthode des indices de Kováts est certes la méthode de choix dans l'analyse qualitative. En effet, elle permet d'éliminer l'utilisation d'étalons coûteux et d'optimiser les conditions opératoires à savoir le choix de la température et de la phase stationnaire. Ainsi, théoriquement si l'on répète l'opération à l'aide de plusieurs colonnes de phase stationnaire de nature différente, la comparaison des groupes repérés sur les tables ou sur les graphes doit amener à l'identification du soluté étudié. Par conséquent, le problème de l'analyse qualitative d'un mélange séparable par chromatographie serait ramené à un simple travail de recherche dans ces tables ou sur graphes.

A cet effet, une première étude a consisté en la détermination des conditions opératoires adaptées dans l'analyse des huiles essentielles en se basant sur les données des grandeurs de rétention.

Une deuxième étude a eu pour objectif d'appliquer les conditions favorables de séparation à l'identification de certains constituants majoritaires des huiles essentielles d'oranges et d'amande amère.

Il va sans dire cependant, que les grandeurs de rétentions méritent d'être affinées en tenant compte plutôt des temps de rétention réduits que des temps de rétention non corrigés. De la même manière, la température de rétention gagnerait à être évaluée aussi expérimentalement afin d'améliorer ou du moins connaître sa précision.

*** BIBLIOGRAPHIE ***

- (1) R. DELANGE
Essences naturelles et parfums
Ed. ARMOND COLIN, Paris 1930
- (2) J. PINARD
Les industries alimentaires dans le monde
Ed. MASSON, 1988
- (3) P. DURAFFOURD
Les huiles essentielles et la santé
Ed. La maison du bien être, 1987
- (4) T. SHILBAMOTO
Analysis of essential oils
Chrom.Sci. 1981, 455-509 Vol 15
- (5) M.G GARNED
Problèmes rencontrés au cours de l'étude de la
composition chimique des huiles essentielles
Parfum, cosmétiques arômes n° 14
Mars/Avril 1977
- (6) Y.R.NAVES
Qu'est ce qu'une huile essentielle
Ed. Inst.chimie Belge, 1964
- (7) E.GILDERMEISTER et
FR.HOFFMANN Les huiles essentielles, Tome I
Ed. SCHIMMEL et Cie, 1912
- (8) E.GILDERMEISTER et
FR.HOFFMANN Les huiles essentielles, Tome II
Ed. SCHIMMEL et Cie, 1919
- (9) M.P.OTTO
L'industrie des parfums
Ed. DUNOD, 1924
- (10) J.P.DURWELL
Fabrication des essences et des parfums
Ed. GIRARDOT et Cie, 1930
- (11) M.PARCS, M.HURABIELLE
Abrégé de matière médicale
pharmacognosie
Ed. MASSON, 1981
- (12) P. JEANCARD
Les parfums
Grandes encyclopédies industrielles
Ed. J.B BAILLIÈRE et FILS, Paris 1927

- (13) H-TATU
L'industrie moderne des parfums
Ed. J.B BAILLIÈRE et FILS, 1932
- (14) ALLINGER-CAVA-JONHSON
Chimie organique Tome
3.Applications
Ed. M.C GRAW-HILL, Paris 1983
- (15) P.ARNAUD
Cours de chimie organique
Ed. GAUTHIER VILLARS, 1985
- (16) Y.R.NAVES
Technologie et chimie des parfums naturels
Ed. MASSON et Cie, 1974
- (17) P.CARREE
Précis de technologie et de chimie industrielle
Tome III. Les industries des produits organiques.
Ed. J.B BAILLIÈRE et FILS, 1953
- (18) M.Y BOUDGHAR et R.BELABBES
Huile essentielle-procèdes
d'extraction
journées d'études sur les plantes et
leurs applications industrielles
Chambre nationale de commerce, 29-30
Octobre 1988, Alger
- (19) P.H MENSIEUR
Dictionnaire des huiles végétales
Ed. PAUL LECHEVALIER, Paris 1957
- (20) L.BEZANGER, M.TORCK
Plantes médicinales des régions
tempérées
Ed; MALOINE S.A, Paris 1980
- (21) J. BRETAUBEAU
ATLAS d'aboriculture fruitière, vol II
Ed.J.B BAILLIÈRE et FILS, 1963
- (22) H. REBOUR
Fruits méditerranéens
Ed. La maison roustique, Paris 1968
- (23) E.GUENTHER
The essentials oils, volume IV
Ed. ROBERT E.KRIEGER, 1975

- (24) WILLIAM A. FOUCHER
Parfums cosmétiques et savons, Tome 1
Ed. DUNOD, 1951
- (25) R. HUET
Qualité et utilisation des divers extraits
d'agrumes.
Ed. LAVOISIER, Décembre 8-10/1982
- (26) H. REBOUR
Les agrumes: Manuel de culture des citrus pour
bassin méditerranéen
Ed. J.B BAILLIÈRE et FILS, 1966
- (27) E. GUENTHER
The essential oils Vol III
Ed. ROBERT E. KRIEGER, 1975
- (28) Norme afnor
Huiles essentielles, nomenclature botaniques
des huiles essentielles
NF T75-005, Juillet 1968
- (29) A. ROLET
Les plantes à parfums
Ed. J.B BAILLIÈRE et FILS, 1932
- (30) L.M GRANDERYE
Dictionnaire de chimie
Ed. DUNOD, Paris 1962
- (31) A. DI GIACOMO
Huiles essentielles d'agrumes et fraudes: les
méthodes de détection
Ed. Labo_Pharma_PROBLEMES et techniques
n° 277, Juin 1978
- (32) Y. MASADA
Analysis of essential oils by gas chromatography
and mass spectrometry
Ed. JOHN WILEY et SONS, 1976
- (33) Anonyme: Préparation des extraits. Entraînement à la
vapeur et extraction simultanées
Parfums, cosmétiques, arômes: n° 81
Juin/Juillet. 1988

- (34) B. PILLI-VUYT
 Les arômes: Création et application alimentaire.
 Parfums, cosmétiques, arômes n° 78 Décembre 1987
- (35) H. DJE11OU1i
 Contribution à l'étude des arômes et des composants
 de certains jus de fruits Algériens
 INA. Dept de Technologie
 Projet de fin d'études, 1976.
- (36) G. DJEGHERI
 Contribution à l'étude des huiles essentielles
 du géranium et du cyprès d'Algérie
 INA, Dept de technologie
 projet de fin d'études, 1977
- (37) G. VERNIN
 Arômes alimentaires: Développements récents
 Ed. association pour la promotion industrie
 agriculture, juin 1982
- (38) S. TOUAHRIA
 Influence de la charge et du débit de vapeur
 intervenant dans l'extraction de l'huile essentielle du bois de
 cedres Algérien par entraînement à la vapeur. Approche
 analytique des extraits. ENP, Dept G. chimique
 Projet de fin d'étude, JANV. 1987
- (39) R. TERANISHI
 Flavor research: Recent advances
 Ed. MARCEL DEKKER, INC., 1981
- (40) M. DEBATISSE
 Technologie d'analyse et de contrôle dans les
 industries agro-alimentaire Vol 4
- (41) J. TRANCHANT
 Manuel Pratique de chromatographie en phase
 gazeuse
 Ed. Masson 1982
- (42) D. R. BROWING
 Chromatographie
 Ed. MASSON et Cie, 1971
- (43) L. PEYRON
 Contrôle de qualité dans l'industrie des
 matières aromatisantes
 Ed. Labo-Pharma-Problèmes et technologie,
 n°224 Juin, 1975

- (44) N. DIMOV
Analyse organique
Ed. technika, sofia 1980
- (45) G. VERNIN
La chromatographie en phase gazeuse dans
l'analyse des arômes alimentaires.
parfums, cosmétiques, arômes, n° 39 Juin/Juillet
1981
- (46) R. HUET
Les arômes de fruits : Méthodes d'extraction et
d'analyse
Industrie alimentaire agricole, n° 5 1970
- (47) F. BOUCHAL
Contribution à l'étude analytique par mesure
de grandeurs de rétention de certains arômes alimentaires:
menthe et mandarine
ENP, Dépt de génie chimique
projet de fin d'études, Juin 1989
- (48) J. KRUPČEK, D. REPKA, T. HEVESI and GARAJ
Use of "KOVATS" retention indice for
characterizing solutes in complex samples, separated by linear
temperature programmed capillary gaz-liquid chromatography.
Journal of chromatography, Vol 406
Ed. Elsevier science-publishers, B.V. Amsterdam, October 2, 1987
- (49) N. DAGET
Utilisation de l'analyse sensorielle en
application industrielle.
Ed. LAVOISIER, Decembre 8-10, 1982
- (50) Parfums des plantes
Parfums, cosmétiques, arômes n 79
Fevrier/Mars 1988
- (51) J.L. LE QUERE, E. SEMON
Chromatographie en phase
gazeuse-spectrometrie-infra-rouge a transforme de
Fourier et des applications dans l'analyse des arômes.
Ed. LAVOISIER, Vol 7 n° 1, 1987
- (52) G.J. DICHSAND, P.V. NICOLOS
Gaz chromatography in food analysis
Ed. BUTTER WORTHES, Ltd, 1979
- (53) J.D. JOHNSON and J.D. VORA
Natural citrus essence food of technology
Decembre 1983, n° 12

- (54) NORME AFNOR
Huile essentielle de petit grain bigaradier
(citrus aurantium linæux ssp.aurantium).
NF T-75-236 Mai 1986
- (55) NORME AFNOR
Huiles essentielles. Détermination de la
densité relative à 20°C.
NF T75- 111, Juin 1982
- (56) NORME AFNOR
Huiles essentielles. Détermination de
l'indice de réfraction
NF T75- 112, ADUT 1977
- (57) NORME AFNOR
Huiles essentielles. Détermination de
pouvoir rotatoire.
NF T75- 113, Juin 1982
- (58) NORME AFNOR
Huiles essentielles. Evaluation de la
miscibilité à l'éthanol.
NF T75-101, Juin 1982
- (59) NORME AFNOR
Huiles essentielles. Détermination de
l'indice d'acide.
NF T75-103, Juin 1982
- (60) NORME AFNOR
Huiles essentielles. Détermination de
l'indice d'ester.
NF T75- 104, Juin 1982
- (61) NORME AFNOR
Huiles essentielles. Huiles essentielles
d'orange douce obtenue par expression.
NF T75_ 203, Juin 1977
- (62) O.BENHABILES Premier séminaire maghrébin sur les
F.BOUCHAL plantes aromatiques.
N.KERRI et Communication, 29-31 Mai 1990, TLEMCEEN
Pr. R.BELABBES
- (63) Anonyme : Analysis of stage oils .
Perfumer and FLAVORIST Vol. 11,
October / November 1986 .

(64) A. BAAIOUAMER

Analyse qualitative et semi-quantitative
d'huiles essentielles de citrus provenant
de la station expérimentale d'arboriculture
de Boufarik.

USTHB . Institut de Chimie

Thèse de Doctorat es-sciences, Juin 1987.

(65) O. BENHABILES

Arômes alimentaires. Contribution à l'étude
analytique des huiles essentielles des
principaux citrus.

E.N.P, Dépt de Génie Chimique

Projet de fin d'études. Janv. 1988 .



13/90

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

ANNEXE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

*Contribution à l'étude analytique,
par chromatographie en phase
gazeuse, des constituants d'huiles
essentielles*

Proposé par :
Pr. R. BELABBES

Etudié par : M^{elle}
N. KERRI

Dirigé par :
Pr. R. BELABBES

PROMOTION : JUIN 90

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

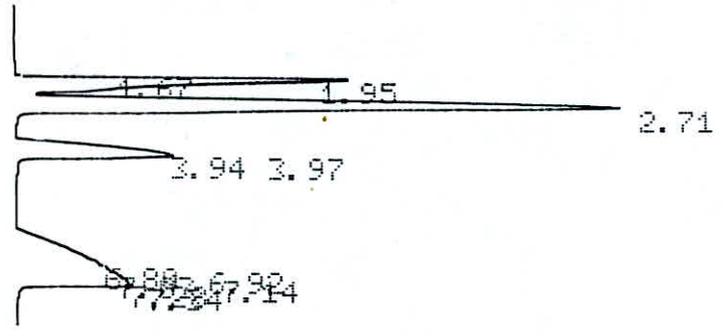
D_ANNEXE

ANALYSE SUR COLONNE CAPILLAIRE PEG 20M
EN ISOTHERME

999 999 999 1000 1000 1000PT EVAL:
 rT= 54.

HANNEL A INJECT 07/05/90 10:35:50

Melange des n-paraffines
 (C₉, ..., C₁₂)



07/05/90 10:35:50 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 5 INDEX 5

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.12	1.67	2595	02
2	19.849	1.95	427645	02
3	42.371	2.71	912874	03
4	9.273	3.94	199789	02
5	3.673	3.97	79128	03
6	10.34	6.8	222776	02
7	2.277	6.92	49053	02
8	3.341	7.03	71983	02
9	2.563	7.14	55209	02
10	4.021	7.28	86623	02
11	2.173	7.34	46821	03

TOTAL 100. 2154496

T_{colonne} = 50 °C
 T_{injecteur} = 200 °C
 T_{déecteur} = 300 °C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/min
 Attenuation : 64

032

READY
DATE " 31/05/90
IME " 7:45
W=3
PT=100
CS= 0.5
IT= 64
997 998 999 1000 1000 1000
CHANNEL A INJECT 31/05/90 08:31:07

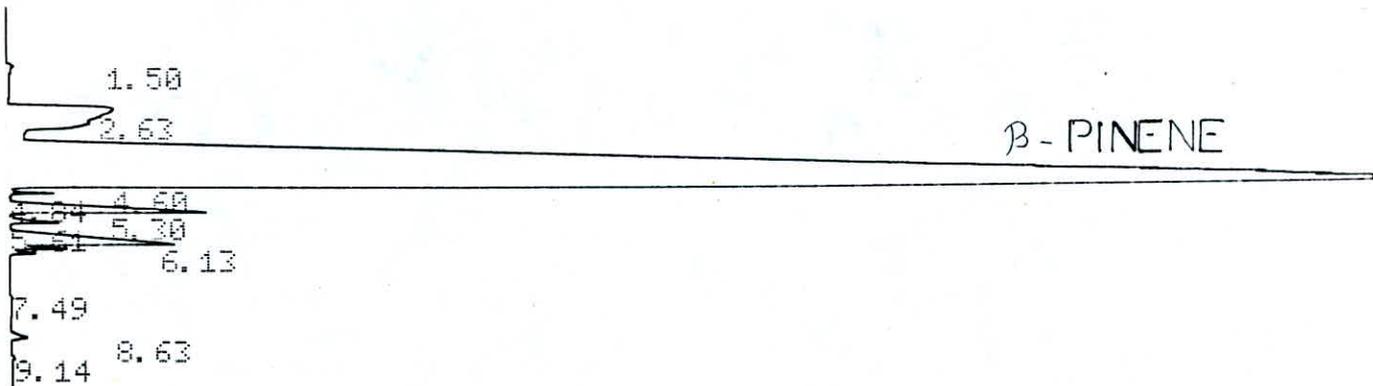
Hexane

1.55

T_{colonne} : 50°C
T_{injecteur} : 200°C
T_{detecteur} : 300°C

996 997 998 999 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 16.

HANNEL A INJECT 07/05/90 09:32:48



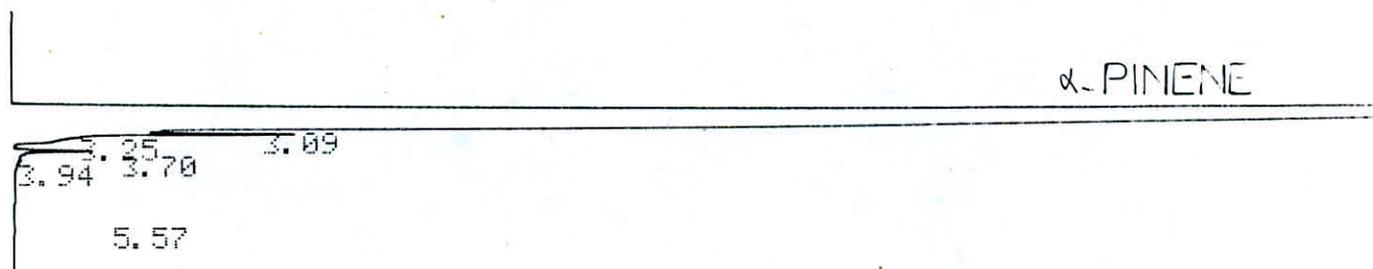
07/05/90 09:32:48 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	2	INDEX	2
PEAK#		AREA%		RT		AREA	BC
1		0.041		1.5		2549	01
2		5.003		2.63		313964	02
3		88.116		4.6		5529514	02
4		0.159		4.84		9961	02
5		2.681		5.3		168259	02
6		0.358		5.61		22475	02
7		3.406		6.13		213745	02
8		0.007		7.49		441	01
9		0.186		8.63		11671	01
10		0.043		9.14		2675	01

TOTAL 100. 6275254

1000 1001 1001 1001 1000 1000 1001 1000 1000PT EVAL:
PT= 39.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 09:44:44



07/05/90 09:44:44 CH= "A" PS= 1.

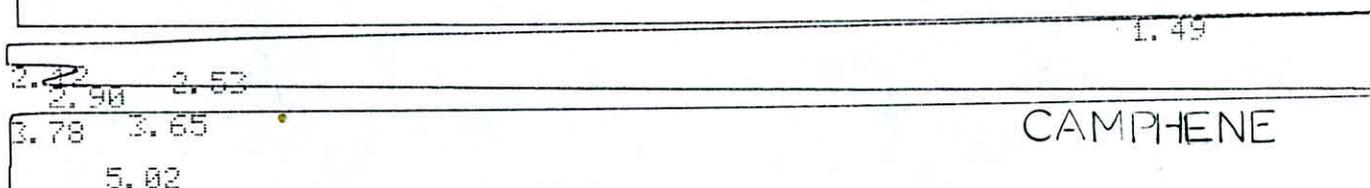
FILE	1.	METHOD	0.	RUN	3	INDEX	3
PEAK#		AREA%		RT		AREA	BC
1		96.371		3.09		4794648	02
2		2.962		3.25		147348	02
3		0.57		3.7		28379	02
4		0.086		3.94		4291	03
5		0.011		5.57		547	01

TOTAL 100. 4975213

T_{colonne} = 50°C
T_{injecteur} = 200°C
T_{déecteur} = 300°C
Volume injecté = 0,06 µL
Vitesse du papier = 0,5 mm/mn
Atténuation : 64

1004 1004 1001 1000 1000PT EVAL:
PT= 78.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 09:24:35



07/05/90 09:24:35 CH= "A" PS= 1.

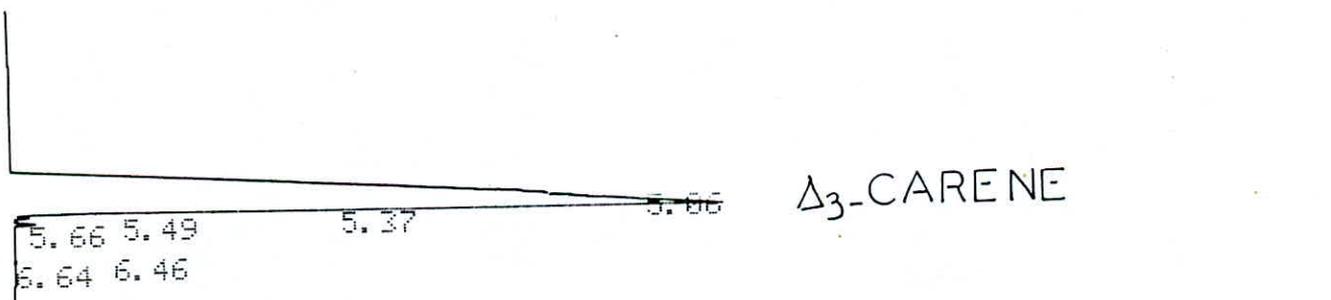
FILE 1. METHOD 0. RUN 1 INDEX 1

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	26.128	1.49	1395967	01
2	0.046	2.12	2463	02
3	2.397	2.53	128046	02
4	0.225	2.9	12029	02
5	71.187	3.65	3803421	08
6	0.008	3.78	411	05
7	0.01	5.02	542	01

TOTAL 100. 5342879

997 999 999 1000 1000PT EVAL:
PT= 35.

CHANNEL A INJECT 10/05/90 09:00:41



10/05/90 09:00:41 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 1 INDEX 1

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	50.056	5.06	1095231	02
2	49.457	5.37	1082127	08
3	0.12	5.49	2633	05
4	0.27	5.66	5915	01
5	0.016	6.46	343	02
6	0.081	6.64	1771	03

TOTAL 100. 2188020

T_{colonne} : 50 °C
T_{injecteur} : 200 °C
T_{détecteur} : 300 °C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/n
Atténuation : 64

029

075

997 998 998 999 999 1000 1000 1000 1000PT EVAL:
 PT= 14.

HANNEL A INJECT 07/05/90 13:23:58

039

0.94 0.72
 3.61 3.17
 4.52 4.33
 4.52 4.88

α -TERPINENE

7.18 7.40 7.00 6.88
 8.00 8.25
 9.35 9.77
 10.23

07/05/90 13:23:58 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 15 INDEX 15

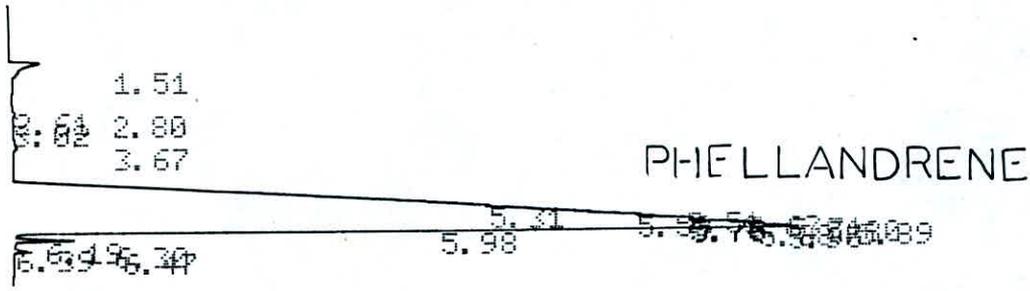
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.227	0.72	12085	02
2	0.049	0.94	2621	03
3	0.066	3.17	3545	02
4	0.144	3.61	7657	02
5	0.1	4.33	5352	02
6	0.055	4.52	2947	02
7	0.329	4.88	17556	02
8	90.078	6.88	4803032	02
9	2.466	7.18	131499	02
10	1.457	7.40	77683	02
11	0.082	7.4	4369	03
12	0.109	8.	5812	01
13	0.075	8.25	4022	01
14	4.688	9.35	249962	02
15	0.059	9.77	3120	02
16	0.016	10.23	838	03

TOTAL 100. 5332100

T° colonne = 50°C
 T° injecteur = 200°C
 T° détecteur = 300°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/m.
 Atténuation.

1003 1003 1003 1002 1001 1000 1001 1000 1000PT EVAL:
 PT= 12.

HANNEL A INJECT 07/05/90 10:24:34



100

07/05/90 10:24:34 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 4	INDEX 4
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.801	1.51	26510 01
2	0.03	2.61	991 02
3	0.033	2.8	1100 02
4	0.004	3.02	133 03
5	0.182	3.67	6024 01
6	29.899	5.31	989217 02
7	15.856	5.51	524607 02
8	8.37	5.59	276923 02
9	4.071	5.63	134689 02
10	6.373	5.7	210852 02
11	1.746	5.71	57779 02
12	5.055	5.75	167249 02
13	5.421	5.8	179352 02
14	8.271	5.88	273637 02
15	1.203	5.89	39804 02
16	7.607	5.95	251679 02
17	4.39	5.98	145254 08
18	0.548	6.19	18136 05
19	0.002	6.3	80 05
20	0.018	6.39	587 06
21	0.117	6.47	3885 07

TOTAL 100. 3308488

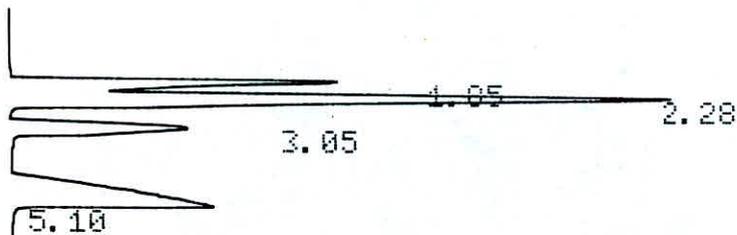
*T°cdonne = 50°C
 T°injecteur = 200°C
 T°détecteur = 300°C
 Volume injecté: 0,06µL
 Vitesse du papier: 0,5mm/s
 A*

998 998 999 999 999 1000 1000 1000 1000 1000 1000PT EVA

L:
PT= 144.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 10:49:40

Melange des n-paraffines
(C₉,.....C₁₂)



07/05/90 10:49:40

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

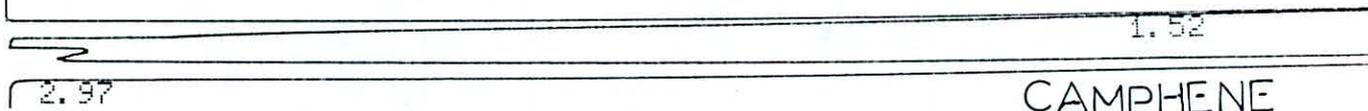
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	17.19	1.85	353408	02
2	43.008	2.28	884208	03
3	13.44	3.05	276313	01
4	26.363	5.1	542008	01

TOTAL 100. 2055937

T_{colonne} : 60 °C
T_{injecteur} : 200 °C
T_{défecteur} : 300 °C
Volume injecté : 0.06 µL
Vitesse du Papier : 0.5 mm/mg
Attenuation : 64

1000PT EVAL:
RT= 379.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 11:02:48



07/05/90 11:02:48 CH= "A" PS= 1.

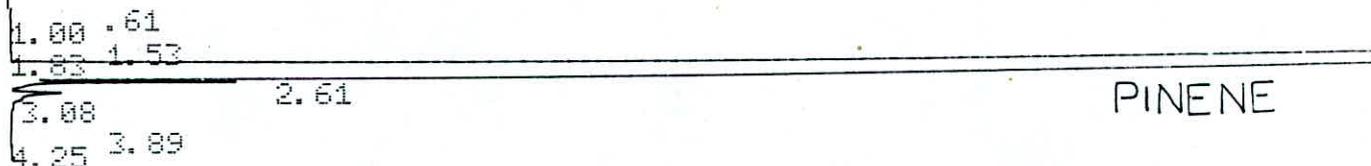
FILE 1. METHOD 0. RUN 7 INDEX 7

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	28.923	1.52	1445293	01
2	71.077	2.97	3551709	01

TOTAL 100. 4997002

999 999 999 1000 1000 1000 1000PT EVAL:
RT= 12.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 11:09:35



07/05/90 11:09:35 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.016	0.61	789	02
2	0.054	1.	2671	02
3	0.031	1.53	1565	02
4	0.009	1.83	458	02
5	99.168	2.61	4933689	02
6	0.664	3.08	33027	02
7	0.037	3.89	1852	02
8	0.021	4.25	1052	03

TOTAL 100. 4975103

*T° colonne : 60°C
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/min
Atténuation = 64*

999 999PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 11:26:01

1.40
2.36
3.38
4.09
4.37

β -PINENE

07/05/90 11:26:01 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 9 INDEX 9

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.118	1.4	3617	02
2	5.297	2.36	162170	02
3	88.505	3.38	2709811	02
4	2.68	3.83	82047	02
5	0.26	4.09	7953	02
6	3.141	4.37	96171	03

TOTAL 100. 3061769

1001 1001PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 11:54:41

.58
1.54
2.45 2.17
3.43 2.98
4.82 4.97
5.53
6.31
7.24

α -PHELLANDRENE

07/05/90 11:54:41 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 11 INDEX 11

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.078	0.58	4110	01
2	0.369	1.54	19399	01
3	0.002	2.17	81	02
4	0.07	2.45	3658	02
5	0.045	2.98	2349	02
6	0.03	3.43	1596	02
7	97.154	4.69	5111422	02
8	0.8	4.82	42082	02
9	0.164	4.97	8610	03
10	0.026	5.53	1349	01
11	1.248	6.31	65660	01
12	0.016	7.24	862	01

TOTAL 100. 5261178

T° colonne : 60°C
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06 ML
Vitesse du papier : 0,5 mm/min
Atténuation = 64

034

035

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

CHANNEL A INJECT 07/05/90 11:34:47

1.54 1.11
3.00 2.45

Δ_3 - CARENE

4.98 4.34
6.09

07/05/90 11:34:47 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.011	1.11	591	02
2	0.07	1.54	3718	02
3	0.037	2.45	1996	02
4	0.082	3.	4382	02
5	99.407	4.34	5312647	02
6	0.253	4.98	13520	03
7	0.14	6.09	7499	01
TOTAL	100.		5344353	

T° colonne = 60 $^{\circ}$ C
 T° injecteur = 200 $^{\circ}$ C
 T° détecteur = 300 $^{\circ}$ C
Volume injecté = 0,06 μ L
Vitesse du papier = 0,5 mm/min
Atténuation = 64

1003 1002 1002 1001 1001 1000 1001 1001 1001PT EVAL:
PT= 29.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 12:31:50

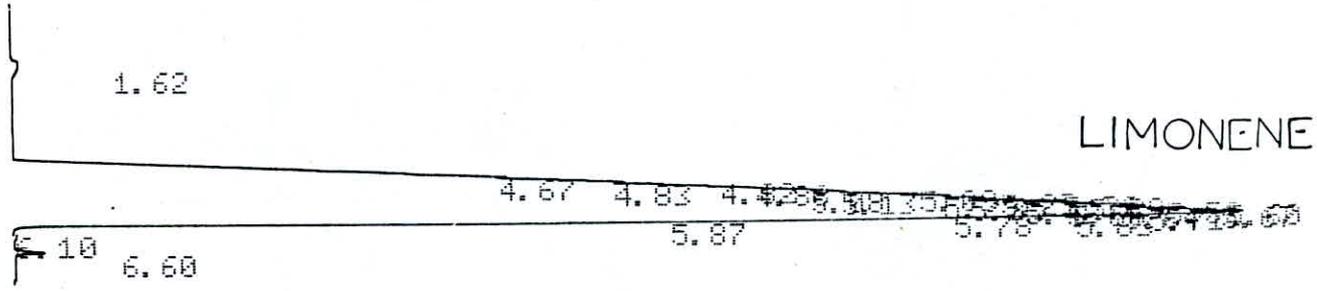
.08
5.66 3.43
5.98 3.43

α - TERPINENE

5.68 5.21 5.00
5.68 5.79
7.25 6.55 7.01

999 999 999PT EVAL:
 PT= 12.
 T=100
 T=30

CHANNEL A INJECT 10/05/90 09:12:52



10/05/90 09:12:52 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 2 INDEX 2

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.166	1.62	10682 01
2	10.614	4.67	682765 02
3	6.461	4.82	415600 02
4	1.	4.83	64317 02
5	2.618	4.88	168412 02
6	11.178	5.08	719050 02
7	0.931	5.09	59874 02
8	3.8	5.13	244435 02
9	6.71	5.23	431599 02
10	4.232	5.29	272250 02
11	1.85	5.32	119025 02
12	3.317	5.35	213351 02
13	1.753	5.39	112781 02
14	8.604	5.48	553477 02
15	3.099	5.52	199344 02
16	3.51	5.55	225759 02
17	4.887	5.6	314367 02
18	3.491	5.64	224574 02
19	1.279	5.67	82268 02
20	5.815	5.71	374030 02
21	5.44	5.78	349942 02
22	7.193	5.83	462671 02
23	1.867	5.87	120084 03
24	0.004	6.1	283 01
25	0.182	6.6	11692 01

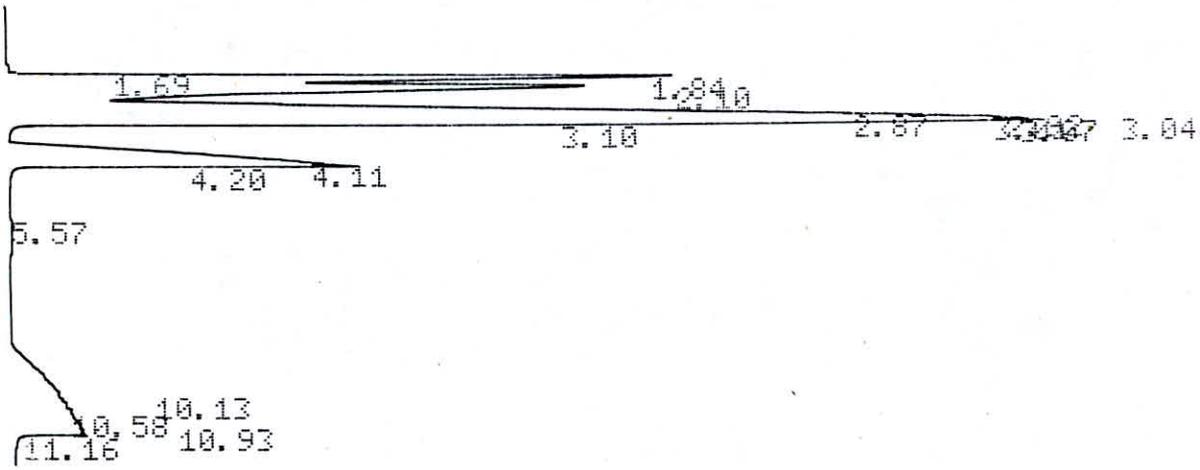
TOTAL 100. 6432632

*T° colonne = 60°C
 T° injecteur = 200°C
 T° olécteur = 300°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/min
 Atténuation : 64*

1000 1000PT EVAL:

rT= 14.
PT=100
T=30

CHANNEL A INJECT 10/05/90 12:07:20



10/05/90 12:07:20

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 16 INDEX 16

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.038	1.69	1802	02
2	12.303	1.84	586435	02
3	17.378	2.1	828346	02
4	21.071	2.87	1004351	02
5	6.342	2.92	302296	02
6	8.798	3.01	419384	02
7	3.584	3.04	170857	02
8	3.171	3.07	151170	02
9	3.021	3.1	144011	03
10	10.518	4.11	501352	02
11	3.008	4.2	143378	03
12	0.009	5.57	451	01
13	3.707	10.13	176692	02
14	2.645	10.58	126090	02
15	2.562	10.93	122126	02
16	1.842	11.16	87815	03
TOTAL	100.		4766556	

Melange des paraffines
(C₉, ..., C₁₄)

T° colonne : 70°C.

T° injecteur : 200°C

T° détecteur : 300°C

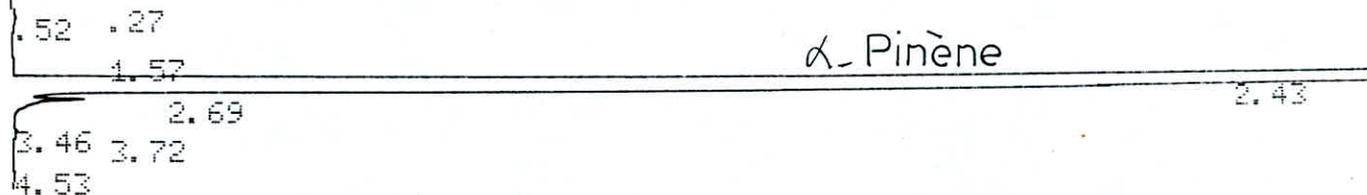
Volume injecté : 0,06 µL

Vitesse du papier = 0,5 mm/mn

Attenuation = 64

1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

HANNEL A INJECT 07/05/90 14:43:21



07/05/90 14:43:21 CH= "A" PS= 1.

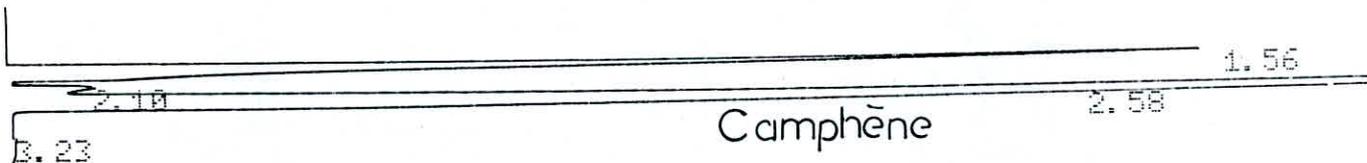
FILE 1. METHOD 0. RUN 18 INDEX 18

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.007	0.27	431 02
2	0.068	0.52	4249 03
3	0.033	1.57	2088 02
4	99.464	2.43	6252178 08
5	0.373	2.69	23442 05
6	0.026	3.46	1621 02
7	0.008	3.72	503 03
8	0.021	4.53	1327 01

TOTAL 100. 6285839

998 999 1001 1000 1000 1001 1001 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 25.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 14:34:50



07/05/90 14:34:50 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 17 INDEX 17

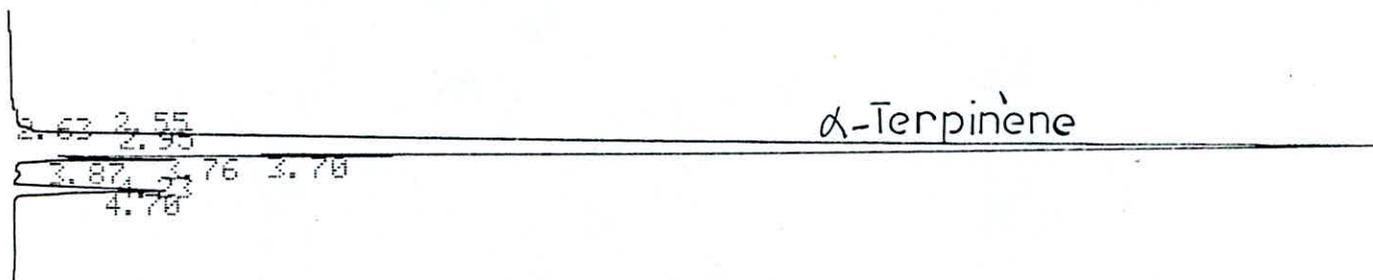
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	24.307	1.56	1028224 02
2	1.837	2.1	77705 02
3	73.846	2.58	3123819 03
4	0.01	3.23	443 03

TOTAL 100. 4230191

T° colonne : 70 °C
T° injecteur : 200 °C
T° détecteur : 300 °C
Volume injecté = 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm / m
Atténuation : 64

1036 1008 1007 1004 1005 1002 1002 1002PT EVAL:
PT= 34.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 15:52:17



07/05/90 15:52:17 CH= "A" PS= 1.

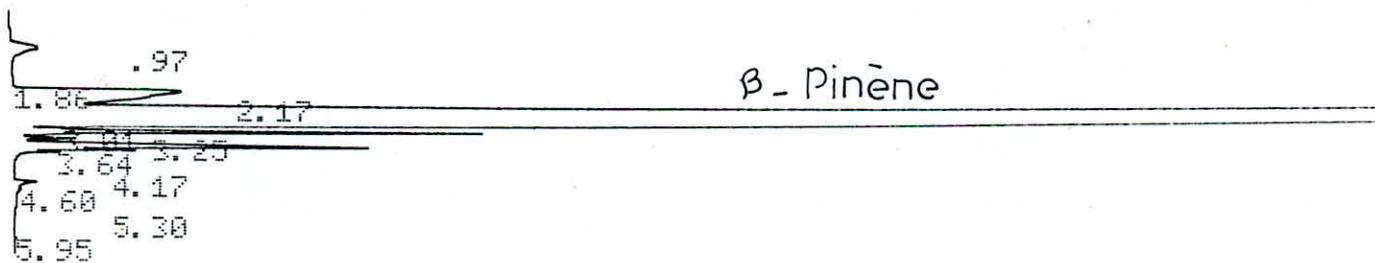
FILE 1. METHOD 0. RUN 25 INDEX 25

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.041	2.55	1091 02
2	0.052	2.63	1393 03
3	0.068	2.95	1824 02
4	90.965	3.7	2422950 02
5	2.076	3.76	55296 02
6	2.179	3.87	58030 03
7	0.192	4.23	5126 02
8	4.426	4.7	117898 03

TOTAL 100. 2663608

1001 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 35.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 14:49:36



07/05/90 14:49:36 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 19 INDEX 19

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.474	0.97	29873 01
2	0.055	1.86	3466 02
3	4.205	2.17	265113 02
4	88.812	3.01	5598794 02
5	2.481	3.25	156384 02
6	3.572	3.64	225184 02
7	0.03	4.17	1908 02
8	0.3	4.6	18915 02
9	0.027	5.3	1709 03
10	0.043	5.95	2718 01

T_{colonne} = 40°C
T_{injecteur} = 200°C
T_{détecteur} = 300°C
Volume injecté = 0,05 µL
Vitesse du papier = 0,5 mm/min
Atténuation = 64

TOTAL 100. 6304064

1001 1002 1001 1001 1001PT EVAL:
PT= 23.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 15:29:18

0.18
0.85
1.57
2.93
3.95 4.29 3.77
4.78

PHELLANDRENE

07/05/90 15:29:18 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 23 INDEX 23

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.066	0.18	3895 01
2	0.028	0.85	1637 01
3	0.51	1.57	30084 01
4	0.008	2.93	487 02
5	97.939	3.77	5777339 02
6	0.162	3.95	9577 03
7	0.017	4.29	996 01
8	1.269	4.78	74872 01

TOTAL 100. 5898887

1000PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 17:51:10

2.71
3.59 3.69
4.97 4.60 4.97 4.93
5.29 5.21
5.59 5.32

γ- TERPINENE

13/05/90 17:51:10 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 50 INDEX 50

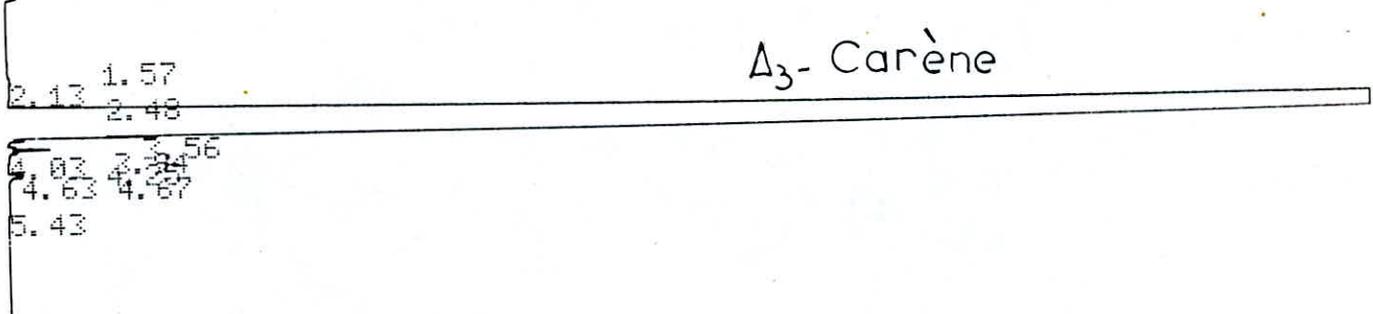
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.114	2.71	3051 01
2	0.046	3.59	1223 02
3	0.023	3.69	606 03
4	34.065	4.6	913222 02
5	6.985	4.65	187253 02
6	18.381	4.78	492751 02
7	9.472	4.83	253918 02
8	16.379	4.93	439098 02
9	7.315	4.97	196094 02
10	5.865	5.12	157240 02
11	0.986	5.23	26445 02
12	0.349	5.29	9357 03
13	0.014	5.53	372 02
14	0.006	5.59	157 03

T° colonne = 40°C
T° injecteur = 200°C
T° détecteur = 300°C
Volume injecté = 0,06 µL
Vitesse du papier = 0,5 mm/m
Atténuation.

996 997 997 998 999 999 1000 999 1000 1000 1000PT EVA

T= 13.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 15:06:30



043

07/05/90 15:06:30

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 21 INDEX 21

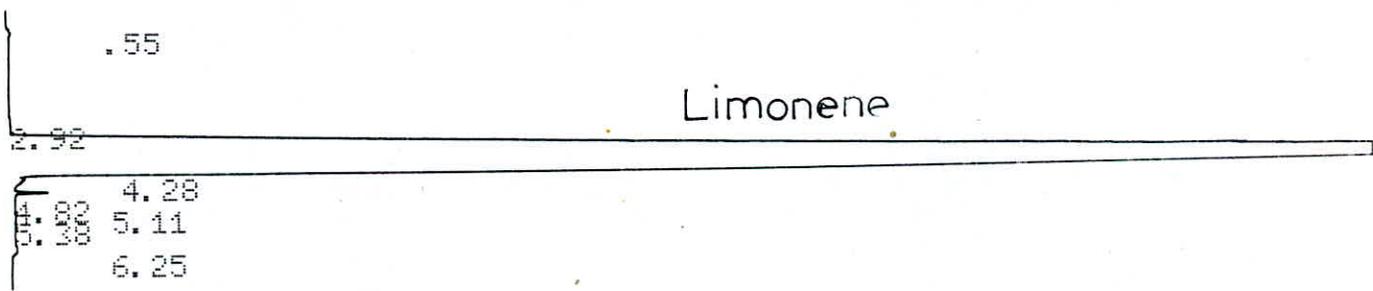
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.005	1.57	311 02
2	0.123	2.13	7102 02
3	0.045	2.48	2611 02
4	99.437	3.56	5752837 08
5	0.19	3.94	10988 06
6	0.029	4.03	1654 07
7	0.004	4.25	231 05
8	0.081	4.63	4689 02
9	0.075	4.67	4311 03
10	0.011	5.43	649 01

TOTAL 100. 5785383

1029 1025 997 997 998 999 999 1000 1000 1000 1000PT EVA

L:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 15:19:08



07/05/90 15:19:08

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 22 INDEX 22

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.056	0.55	3288 01
2	0.136	2.92	7919 02
3	98.864	4.28	5773045 02
4	0.271	4.82	15825 02
5	0.156	5.11	9083 02
6	0.179	5.38	10462 02
7	0.338	6.25	19754 03

TOTAL 100. 5839376

T° colonne : 70 °C
 T° injecteur : 200 °C
 T° détecteur : 300 °C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/m
 Atténuation = 64

999 999 998 1000 1000 1000PT EVAL:
 PT= 19.

HANNEL A INJECT 07/05/90 16:02:24

1.80
 2.36
 2.61
 3.28
 3.42
 3.66

P_ Cymène

5.73 5.65 5.04 5.15 5.26 5.39 5.47 5.52 5.58 5.61 5.65 6.34 6.65 7.00

07/05/90 16:02:24 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 26 INDEX 26

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.02	1.8	952 01
2	0.005	2.04	235 02
3	0.124	2.23	5986 02
4	0.075	2.36	3619 02
5	0.003	2.61	166 03
6	0.149	3.28	7208 02
7	0.163	3.42	7874 02
8	0.395	3.66	19145 02
9	0.234	3.73	11326 02
10	0.074	3.82	3577 02
11	0.152	3.87	7373 02
12	0.059	3.94	2834 02
13	0.18	3.97	8693 02
14	0.322	4.07	15613 02
15	26.992	5.04	1306824 02
16	10.519	5.15	509266 02
17	12.397	5.26	600225 02
18	14.024	5.39	678959 02
19	8.856	5.47	428750 02
20	2.301	5.48	111409 02
21	3.867	5.52	187227 02
22	8.301	5.58	401879 02
23	4.153	5.61	201056 02
24	6.331	5.65	306511 02
25	0.123	5.73	5968 03
26	0.031	6.34	1492 02
27	0.127	6.65	6141 03
28	0.025	7.	1222 01

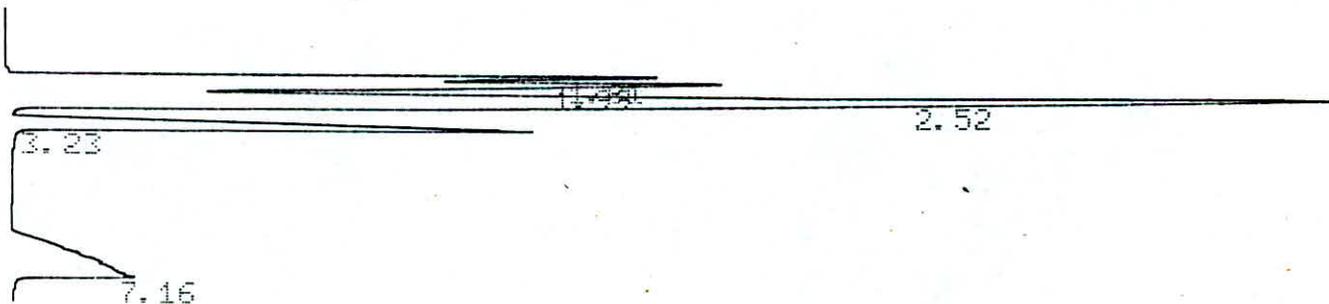
TOTAL 100. 4841530

T° colonne : 70°C
 T° injecteur : 200°C
 T° détecteur : 300°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/min
 Attenuation : 64

046

1008 1008 1006 1005 1004 1002 1001 1001 1000 1000 1000PT EVA
 L:
 PT= 125.

CHANNEL A INJECT 10/05/90 11:56:29



10/05/90 11:56:29

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 15 INDEX 15

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	9.911	1.81	421047	02
2	18.964	1.99	805607	02
3	47.627	2.52	2023270	02
4	13.415	3.23	569932	03
5	10.082	7.16	428316	01
TOTAL	100.		4248172	

Mélange des n-paraffin
 (C₃ --- C₁₄)

T° colonne : 80°C

T° injecteur : 200°C

T° détecteur : 300°C

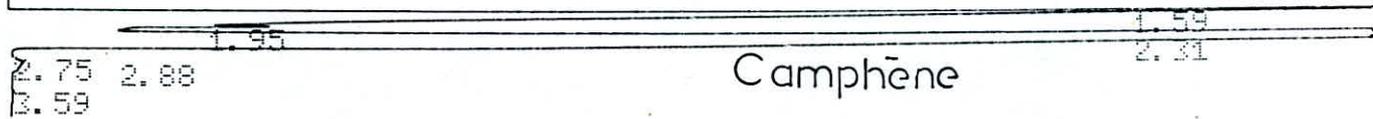
Volume injecté : 0,06 µL

Vitesse du papier : 0,5 mm/m

Attenuation = 64

1001PT EVAL:
PT= 13.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 16:57:02



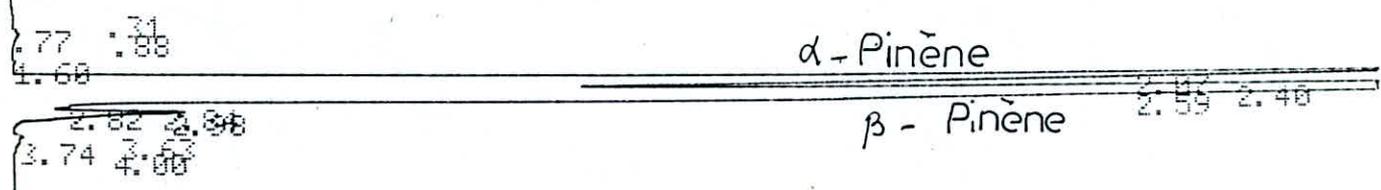
07/05/90 16:57:02 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 30 INDEX 30

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	22.19	1.59	1302715	02
2	2.188	1.95	128431	02
3	75.385	2.31	4425631	08
4	0.018	2.75	1079	06
5	0.2	2.88	11718	07
6	0.019	3.59	1123	01
TOTAL	100.		5870697	

999PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 17:02:38



07/05/90 17:02:38 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 31 INDEX 31

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.007	0.31	417	01
2	0.008	0.77	462	02
3	0.124	0.88	7294	03
4	0.048	1.6	2803	02
5	29.203	2.07	1711759	02
6	10.954	2.4	642068	02
7	57.638	2.59	3378524	08
8	0.002	2.82	98	06
9	0.016	2.84	920	07
10	1.814	2.98	106311	05
11	0.105	3.63	6170	02
12	0.073	3.74	4251	02
13	0.01	4.	583	03
TOTAL	100.		5861660	

T° colonne : 80°C.
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06 µl
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Attenuation : 64

1001PT EVAL:
PT= 36.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 17:45:14

1.77 1.48

α -Terpinène

3.51 3.81

3.19

07/05/90 17:45:14 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 36 INDEX 36

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.048	1.48	2843	02
2	0.186	1.77	10912	02
3	94.869	3.19	5572932	02
4	0.237	3.51	13899	02
5	4.661	3.81	273779	03

TOTAL 100. 5874365

998 998 1000 999 1000 1000 1000FT EVAL:
PT= 33.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 17:18:39

1.60

1.60 2.06

2.32 2.17

3.24 3.44

3.73 4.0

4.61

α -Phellandrène

07/05/90 17:18:39 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 32 INDEX 32

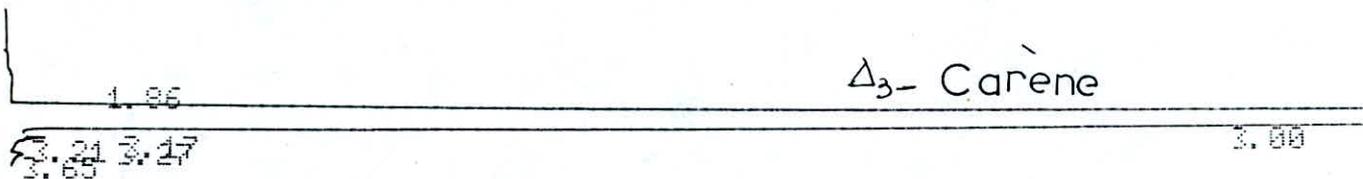
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.134	0.6	8608	01
2	0.473	1.6	30384	02
3	0.005	1.96	312	02
4	0.022	2.06	1446	02
5	0.015	2.17	981	03
6	0.016	2.32	1055	01
7	97.747	3.11	6283892	02
8	0.137	3.24	8784	02
9	0.013	3.45	836	03
10	1.254	3.73	80604	01
11	0.184	4.61	11825	01

TOTAL 100. 6428727

T° colonne : 80 °C
T° injecteur : 200 °C
T° détecteur : 300 °C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/min
Atténuation : 64

1001 1001PT EVAL:
PT= 99.

CHANNEL A INJECT 07/05/90 17:25:19



07/05/90 17:25:19 CH= "A" PS= 1.

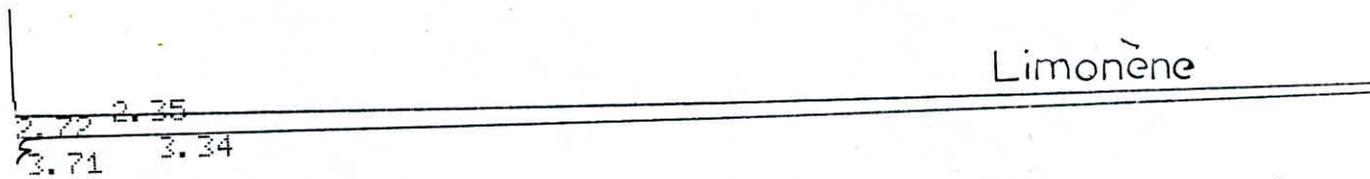
FILE 1. METHOD 0. RUN 33 INDEX 33

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.103	1.86	6988	01
2	99.721	3.	6753319	08
3	0.006	3.17	393	06
4	0.069	3.21	4673	06
5	0.021	3.27	1415	07
6	0.08	3.65	5393	01

TOTAL 100. 6772181

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

CHANNEL A INJECT 07/05/90 17:39:42



07/05/90 17:39:42 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 35 INDEX 35

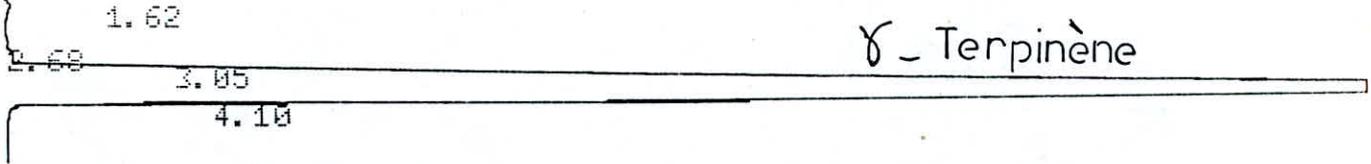
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.016	2.35	581	02
2	0.022	2.72	834	02
3	99.751	3.34	3708389	08
4	0.211	3.71	7848	05

TOTAL 100. 3717652

*T° colonne : 80°C
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/min
Atténuation : 64*

T=180
T=30

CHANNEL A INJECT 10/05/90 09:46:29



10/05/90 09:46:29 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3

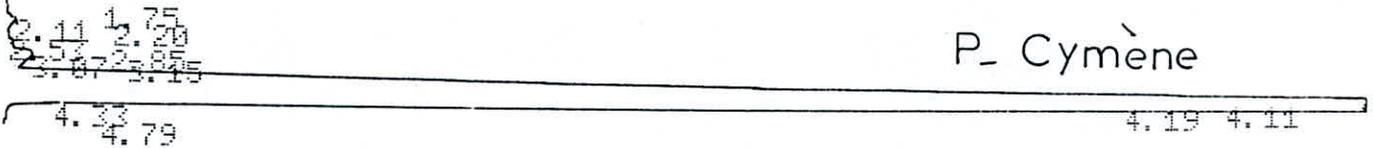
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.008	1.62	487 03
2	0.049	2.68	2822 02
3	0.168	3.05	9683 02
4	99.774	4.1	5743316 03

TOTAL 100. 5756308

1002PT EVAL:
PT= 40.

150

CHANNEL A INJECT 07/05/90 17:30:27



07/05/90 17:30:27 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 34 INDEX 34

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.172	1.75	9017 02
2	0.095	2.11	4963 02
3	0.314	2.2	16461 02
4	0.108	2.53	5661 02
5	0.225	2.85	11783 02
6	0.469	3.07	24606 02
7	0.728	3.15	38140 02
8	57.057	4.11	2990865 02
9	16.34	4.19	856543 02
10	24.486	4.33	1283503 03
11	0.006	4.79	305 01

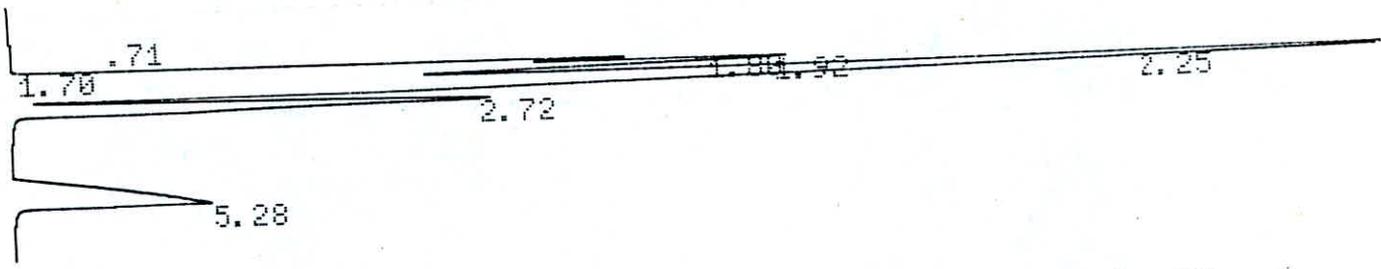
TOTAL 100. 5241847

T° colonne: 80°C
T° injecteur: 200°C
T° détecteur: 300°C
Volume injecté: 0,06 µL
Vitesse du papier: 0,5 mm/min
Atténuation: 64

1000 1000PT EVAL:
PT= 21.

CHANNEL A INJECT 10/05/90 11:15:42

100



10/05/90 11:15:42 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 12 INDEX 12

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.017	0.71	704	01
2	0.023	1.7	921	02
3	7.683	1.8	310947	02
4	17.483	1.92	707575	02
5	49.991	2.25	2023276	02
6	13.567	2.72	549093	03
7	11.237	5.28	454801	01
TOTAL	100.		4047317	

Mélange des n-paraffines
(C₉... C₁₄)

T° colonne : 30°C
T° injecteur : 200°C
T° détecteur = 300°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier = 0,5 / m/m/mn
Atténuation = 64

1000 1001 1001 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 36.

CHANNEL A INJECT 10/05/90 09:58:39

.19

1.91

1.63

2.14

Camphène

10/05/90 09:58:39

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.049	0.19	2663	01
2	19.804	1.63	1082545	02
3	3.875	1.91	211823	02
4	76.273	2.14	4169380	03

TOTAL 100. 5466411

999 999 1000 999 999 999 999PT EVAL:
PT= 77.

CHANNEL A INJECT 10/05/90 10:06:18

.36

α -Pinène

2.66

2.33

2.02

β -Pinène

4.39

4.92

10/05/90 10:06:18

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 5 INDEX 5

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.055	0.36	3035	01
2	24.494	2.02	1347285	02
3	72.426	2.33	3983786	02
4	2.834	2.66	155886	03
5	0.155	4.39	8526	01
6	0.036	4.92	1975	01

TOTAL 100. 5500493

T° colonne : 90 °C

T° injecteur : 200 °C

T° détecteur : 300 °C

Volume injecté : 0,06 μ L

Vitesse du papier : 0,5 mm/mn

Atténuation : 64

98 999 1000 1000 1000PT EVAL:
T=23.

INEL A INJECT 10/05/90 10:36:05

Δ₃-Cagène

2.82 3.13

2.65

10/05/90 10:36:05 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	99.901	2.65	5532179	08
2	0.019	2.82	1033	05
3	0.081	3.13	4461	05

TOTAL 100. 5537673

301 1000 1000

T=100

T=30

INEL A INJECT 10/05/90 10:17:03

α-Phellandrène

0.89
1.66 2.00
3.17 2.83

2.75

10/05/90 10:17:03 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.179	0.89	10002	01
2	0.329	1.66	18397	02
3	0.028	2.	1570	03
4	98.299	2.75	5496681	08
5	0.01	2.83	576	05
6	1.154	3.17	64555	01

TOTAL 100. 5591781

T^o colonne = 90°C
T^o injecteur = 200°C
T^o détecteur = 300°C
Volume injecté = 0,06 µL
Vitesse du papier = 0,5 mm/mn
Atténuation = 64

1009 1000 1000PT EVAL:
PT= 15.

CHANNEL A INJECT 10/05/90 11:01:27

P- Cymène

1.77
2.08
2.35
4.05 4.19
4.84 5.42
5.97 6.14

3.56

10/05/90 11:01:27 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 11	INDEX 11
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.132	1.77	5924 02
2	0.3	2.08	13439 02
3	0.024	2.35	1060 02
4	0.012	2.39	551 02
5	0.171	2.58	7694 02
6	1.065	2.74	47792 02
7	97.283	3.56	4364922 03
8	0.065	4.05	2898 02
9	0.096	4.19	4326 03
10	0.367	4.84	16466 02
11	0.421	5.42	18904 02
12	0.039	5.97	1764 02
13	0.025	6.14	1106 03
TOTAL	100.		4486846

1002 1002PT EVAL:
PT= 22.

CHANNEL A INJECT 10/05/90 10:28:44

Limonène

.24
0.97 1.32
2.21 2.41
2.96 3.20

10/05/90 10:28:44 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 7	INDEX 7
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.127	0.24	6328 01
2	0.011	0.97	534 02
3	0.04	1.32	1975 03
4	0.017	2.21	854 02
5	0.03	2.41	1519 02
6	99.491	2.96	4967225 02
7	0.284	3.2	14181 03
TOTAL	100.		4992616

T° colonne : 90°C
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06 µl
Vitesse du papier : 0,5 mm/m
Atténuation 64.

1001 1001 1001PT EVAL:
PT= 325.

CHANNEL A INJECT 10/05/90 10:43:02

α -Terpinène

3.21 2.77

10/05/90 10:43:02 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	9	INDEX	9
PEAK#		AREA%		RT		AREA	BC
1		95.298		2.77		5048827	02
2		4.702		3.21		249122	03
TOTAL		100.				5297949	

1008 1003 1003 1005 1005 1004 1002 1001 1000 1000 1000PT EVA
L:
PT= 27.

CHANNEL A INJECT 10/05/90 10:49:59

1.35 .67
1.73

γ -Terpinène

3.37
4.85
5.53 6.20
7.48

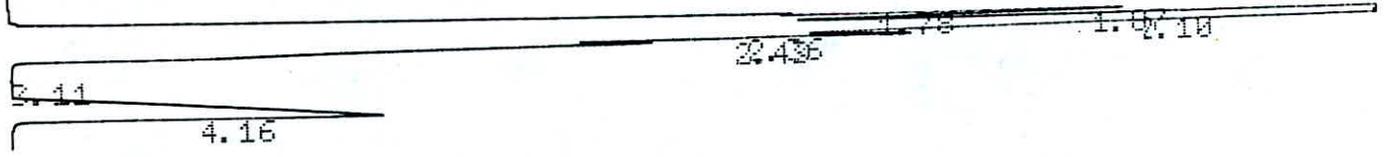
10/05/90 10:49:59 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	10	INDEX	10
PEAK#		AREA%		RT		AREA	BC
1		0.077		0.67		4484	01
2		0.013		1.35		772	02
3		0.107		1.73		6229	02
4		99.267		3.37		5757236	03
5		0.035		4.85		2004	01
6		0.122		5.53		7104	01
7		0.117		6.2		6759	01
8		0.262		7.48		15184	01
TOTAL		100.				5799772	

T° colonne = 90 $^{\circ}$ C
 T° injecteur = 200 $^{\circ}$ C
 T° détecteur = 300 $^{\circ}$ C
Volume injecté = 0,06 μ L
Vitesse du papier = 0,5 mm
Atténuation = 64

1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 10:34:20



13/05/90 10:34:20

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 12 INDEX 12

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	4.918	1.78	263899	02
2	14.628	1.87	784876	02
3	49.997	2.1	2682619	02
4	7.505	2.36	402667	02
5	10.595	2.43	568486	02
6	0.001	3.11	75	03
7	12.355	4.16	662902	01
TOTAL	100.		5365524	

Mélange des n-paraffines
(C₉...C₁₄)

T° colonne = 100°C
T° injecteur = 200°C
T° détecteur = 300°C
Volume injecté = 0.06 µL
Vitesse du papier = 0.5 mm/min
Atténuation = 64

1000-1000PT=100

CHANNEL A INJECT 13/05/90 09:12:47

Δ_3 Carène

2.31

13/05/90 09:12:47

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	100.	2.31	3486984	01
TOTAL	100.		3486984	

1000 1000PT EVAL:
PT= 20.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 09:22:27

.36

α - Pinène

1.95

2.77 2.69
 3.61
 4.89 4.37
 5.13
 5.96
 7.23 6.83

13/05/90 09:22:27

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.004	0.36	281	01
2	98.456	1.95	6396308	08
3	0.002	2.69	141	05
4	0.	2.77	7	05
5	0.029	2.93	1864	05
6	0.549	3.61	35696	01
7	0.011	4.37	733	02
8	0.072	4.89	4657	02
9	0.079	5.13	5109	02
10	0.145	5.96	9428	03
11	0.119	6.83	7728	02
12	0.534	7.23	34686	03
TOTAL	100.		6496638	

T° colonne = 100°C

T° injecteur = 200°C

T° détecteur = 300°C

Volume injecté : 0,06 µL

Vitesse du papier = 0,5 mm/mn

Atténuation : 64

117

998 999 999 1001 1000 999 1000 999 1000 1000PT EVAL:
PT= 22.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 10:00:00

2.09 1.76
2.43

γ -Terpinène

2.78

13/05/90 10:00:00 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 9 INDEX 9

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.176	1.76	6492	02
2	0.004	2.09	156	03
3	0.142	2.43	5221	02
4	99.678	2.78	3669681	03
TOTAL	100.		3681550	

1002 1002PT EVAL:
PT= 25.

CHANNEL A INJECT 10/05/90 11:49:52

1.90

Camphène

2.07 2.07

10/05/90 11:49:52 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 14 INDEX 14

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	16.936	1.69	964981	02
2	3.043	1.9	173392	02
3	80.021	2.07	4559594	03
TOTAL	100.		5697967	

1002PT EVAL:
PT= 32.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 09:47:11

1.75

β -Pinène

2.21

13/05/90 09:47:11 CH= "A" PS= 1.

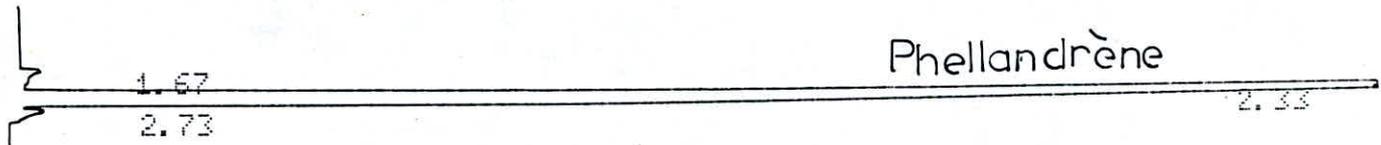
FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.026	1.75	910	02
2	99.974	2.21	3513866	03

T° colonne = 100 $^{\circ}$ C
 T° injecteur = 200 $^{\circ}$ C
 T° détecteur = 300 $^{\circ}$ C
Volume injecté: 0,06 μ l
Vitesse du débit: 0,5 ml/min

1003 1001 1001PT EVAL:
PT= 94.

HANNEL A INJECT 13/05/90 09:37:47

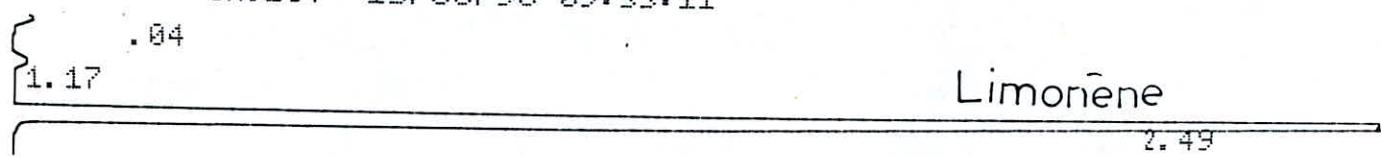


13/05/90 09:37:47 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 6	INDEX 6
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.391	1.67	12206 01
2	98.307	2.33	3066209 02
3	1.301	2.73	40592 03
TOTAL	100.		3119007

998 999 999 1000 1000PT EVAL:
PT= 90.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 09:33:11



13/05/90 09:33:11 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 5	INDEX 5
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.225	0.04	6488 01
2	0.82	1.17	23613 01
3	98.955	2.49	2849009 01
TOTAL	100.		2879110

T° colonne : 100°C
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0.06 µl
Vitesse du papier : 0.5 mm/min
Atténuation : 64.

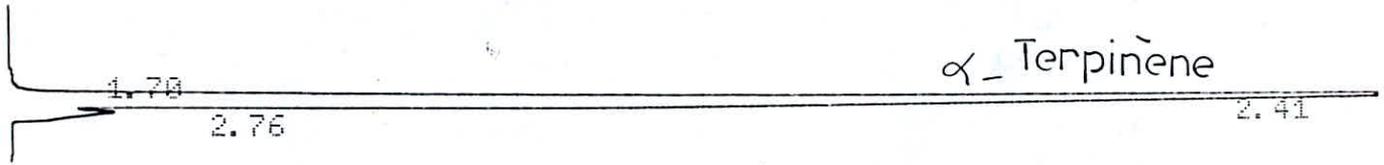
1000 1000PT-EVAL:

T= 256.

1004 999 999 1000 1000 1000PT EVAL:

PT= 12.

HANNEL A INJECT 19/05/90 10:45:15



053

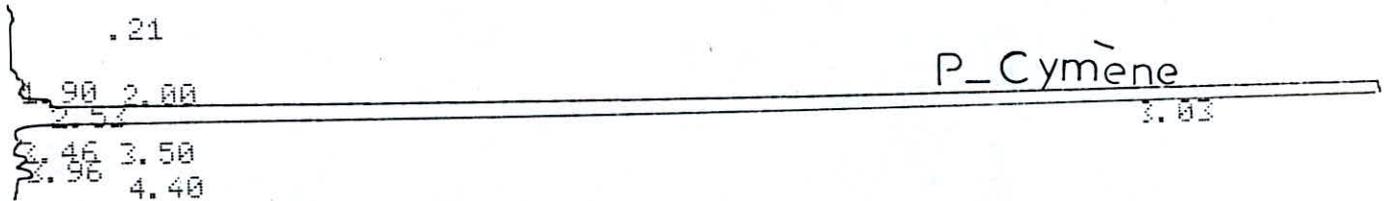
19/05/90 10:45:15 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 7 INDEX 7

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.107	1.7	2463 02
2	94.02	2.41	2170844 02
3	5.873	2.76	135605 03
TOTAL	100.		2308912

1007 1004 1004 1003 1001 1001PT EVAL:
PT= 50.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 10:05:18



13/05/90 10:05:18 CH= "A" PS= 1.

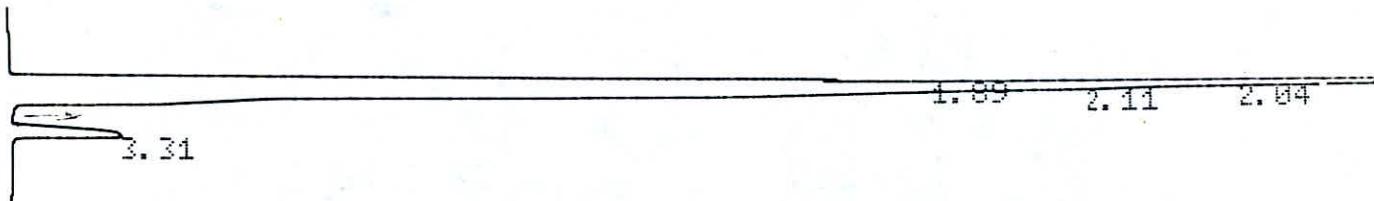
FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.083	0.21	4471 01
2	0.13	1.9	7022 02
3	0.324	2.	17469 02
4	0.837	2.53	45129 02
5	97.799	3.03	5273701 03
6	0.035	3.46	1866 02
7	0.099	3.5	5353 03
8	0.271	3.96	14609 02
9	0.422	4.4	22763 03
TOTAL	100.		5392383

T° colonne = 100°C
 T° injecteur = 200°C
 T° détecteur = 300°C
 Volume injecté = 0,06 μl
 Vitesse du papier = 0,5 mm/m.
 Atténuation = 64

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

CHANNEL A INJECT 13/05/90 11:10:54



13/05/90 11:10:54 CH= "A" PS= 1.

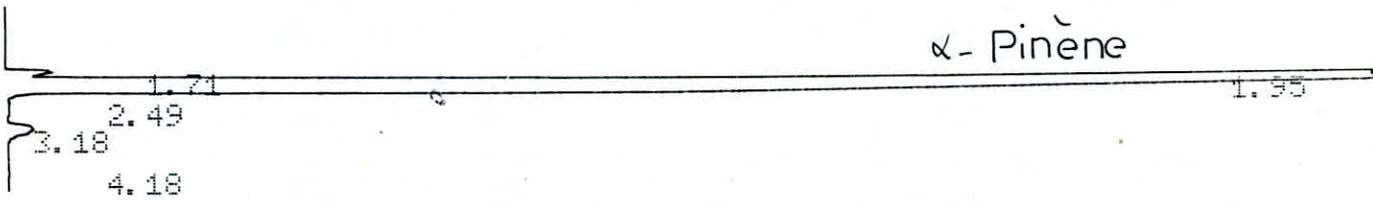
FILE 1. METHOD 0. RUN 13 INDEX 13

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	15.481	1.89	535910 02
2	40.02	2.04	1385363 02
3	40.044	2.11	1386203 02
4	4.454	3.31	154195 03
TOTAL	100.		3461671

Melange des n-paraffines
(C₉...C₁₄)
T° colonne = 110°C
T° injecteur = 200°C
T° détecteur = 300°C
Volume injecté = 0,06 µL
Vitesse du papier = 0,5 mm/min
Atténuation = 64

127

CHANNEL A INJECT 19/05/90 10:34:25



19/05/90 10:34:25 CH= "A" PS= 1.

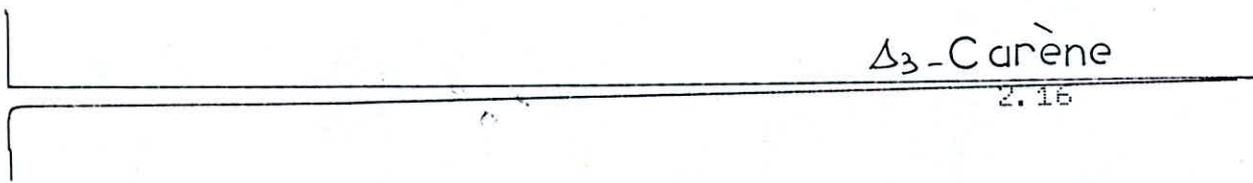
FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.845	1.71	31063	02
2	98.073	1.95	3605515	02
3	0.032	2.49	1188	03
4	1.01	3.18	37128	01
5	0.04	4.18	1476	01

TOTAL 100. 3676370

996 995 996 995 997 998 1000 1000 1000PT EVAL:
 PT= 34.

CHANNEL A INJECT 19/05/90 10:01:46



19/05/90 10:01:46 CH= "A" PS= 1.

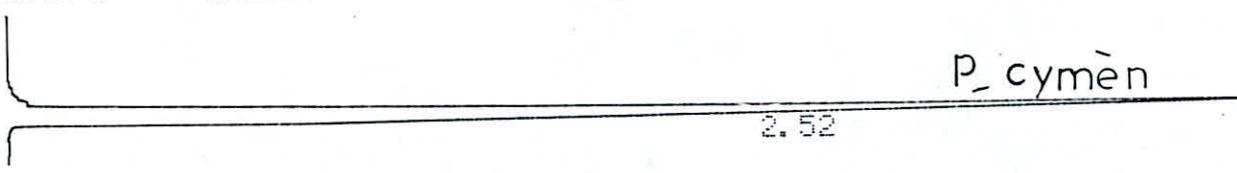
FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	100.	2.16	1854763	01

TOTAL 100. 1854763

996 996 995 996 998 998 999 1000 1000 1000PT EVAL:
 PT= 12.
 1000 1000PT=100

CHANNEL A INJECT 19/05/90 10:08:27



19/05/90 10:08:27 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	100.	2.52	1883577	01

*T° colonne = 110°C
 T° injecteur = 200°C
 T° détecteur = 300°C
 Volume injecté = 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/m
 Attention*

999 1000 1000 1000PT EVAL:
T= 24.

CHANNEL A INJECT 19/05/90 09:49:23

α - phellandène

1.71

2.20

3.97

19/05/90 09:49:23 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 1	INDEX 1
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.685	1.71	15672 02
2	99.264	2.2	2272154 03
3	0.052	3.97	1186 01
TOTAL	100.		2289012

993 993 994 996 997 998 1000 1000 1000 1000PT EVAL:
T= 12.
999 999 999PT=100

CHANNEL A INJECT 19/05/90 09:56:18

α - terpinène

2.25

19/05/90 09:56:18 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 2	INDEX 2
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	100.	2.25	2438984 01
TOTAL	100.		2438984

*T colonne: 110°C
T injecteur: 200°C
T détecteur: 300°C
Volume injecté: 0,06 µL
Atténuation: 64*

051

1000 999 1000 999 999 1000 1000PT EVAL:
RT= 21.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 11:58:46

Camphène

1.16 .34

1.96 2.01

13/05/90 11:58:46 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 18 INDEX 18

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.017	0.34	969	01
2	0.046	1.16	2688	01
3	13.188	1.7	771487	02
4	3.652	1.87	213649	02
5	23.178	1.96	1355861	02
6	59.919	2.01	3505183	03

TOTAL 100. 5849837

1016 1000 1000 999 999 999PT EVAL:
T= 15.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 11:53:32

Limonène

1.34 .54
1.97 1.82

2.41

13/05/90 11:53:32 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 17 INDEX 17

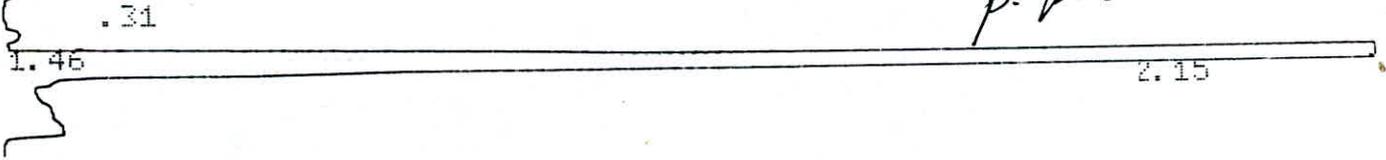
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.045	0.54	2807	01
2	0.141	1.34	8874	02
3	0.015	1.82	918	02
4	0.041	1.97	2601	02
5	99.758	2.41	6271845	03

TOTAL 100. 6287045

T colonne: 170 °C
T injecteur: 200 °C
T détecteur: 300 °C
Volume injecté: 0,06 µL
Attenuation : 64

CHANNEL A INJECT 13/05/90 12:09:05

β-pinène



125

13/05/90 12:09:05 CH= "A" PS= 1.

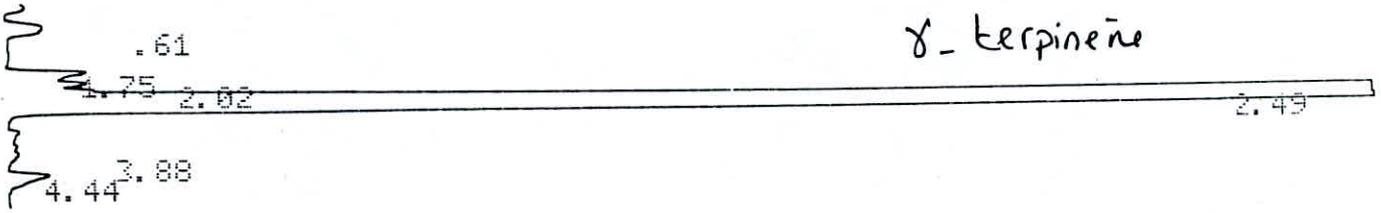
FILE 1. METHOD 0. RUN 19 INDEX 19

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.107	0.31	4926 01
2	0.11	1.46	5068 02
3	99.782	2.15	4577647 03
TOTAL	100.		4587641

994 996 998 1000 1000 1000PT EVAL:
 PT= 343.
 1002 1002PT EVAL:
 PT= 69.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 12:15:31

γ-terpinène



13/05/90 12:15:31 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 20 INDEX 20

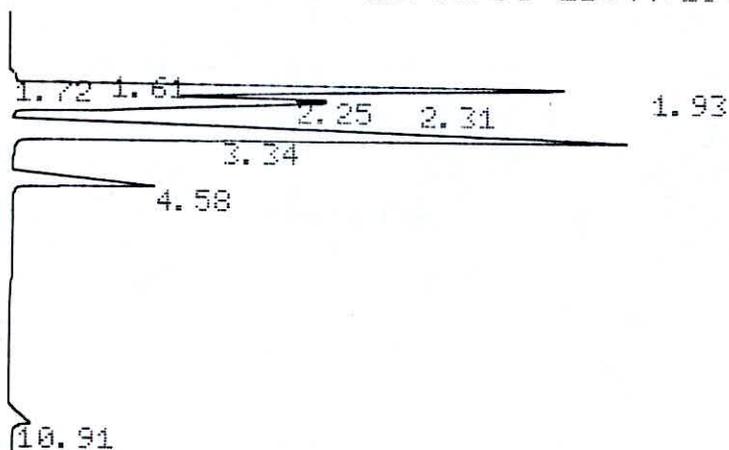
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.253	0.61	14210 01
2	0.395	1.75	22253 02
3	0.299	2.02	16839 02
4	98.761	2.49	5557063 03
5	0.049	3.88	2780 01
6	0.242	4.44	13639 01
TOTAL	100.		5626784

T colonne: 110°C
T injecteur: 200°C
T détecteur: 300°C
Volume injecté: 0,06 µL
Atténuation = 64

ANALYSE SUR COLONNE CAPILLAIRE PEG 20M
EN PROGRAMMATION LINEAIRE DE TEMPERATURE

1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 13:44:10



MELANGE DES
N - PARAFFINES (C₉, C₁₀, ..., C₁₄)

T° colonne : 60 / ^{150°C} 1°C/mn
T° injecteur : 200 °C
T° détecteur : 300 °C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/ml
Atténuation = 64

13/05/90 13:44:10

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 25 INDEX 25

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.05	1.61	1134	02
2	0.053	1.72	1202	02
3	27.482	1.93	621267	02
4	5.287	2.25	117718	02
5	16.941	2.31	382979	02
6	41.655	3.34	941685	03
7	7.069	4.58	159804	01
8	1.542	10.91	34862	01

TOTAL 100. 2260651

1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

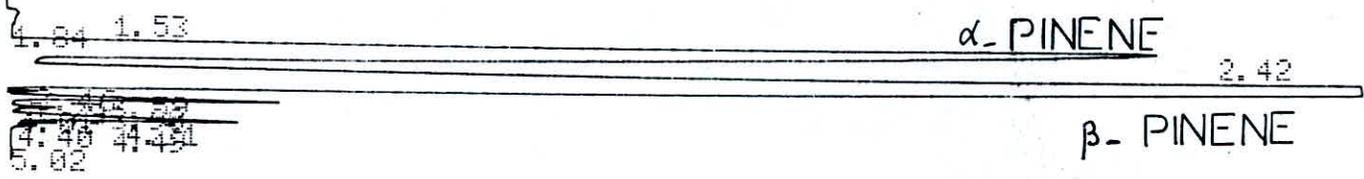
AT= 64
1000 1000PT EVAL:
F= 12.

T° colonne : 60 ^{150°C} / 1°C/min
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/min

CHANNEL A INJECT 13/05/90 13:59:45

DATA, CHANNEL A

CHANNEL A INJECT 13/05/90 13:59:49



13/05/90 13:59:49 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 27 INDEX 27

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.149	1.53	8929	02
2	0.004	1.84	249	03
3	33.363	2.42	2001572	02
4	62.069	3.46	3723814	02
5	0.114	3.59	6865	02
6	1.739	3.79	104350	02
7	0.006	3.9	357	02
8	0.244	4.01	14610	02
9	2.007	4.31	120438	02
10	0.178	4.4	10703	02
11	0.124	4.49	7430	03
12	0.002	5.02	127	01
TOTAL	100.		5999444	

T= 12.

HANNEL A INJECT 19/05/90 11:53:07

1.60
2.39
2.47
2.81
3.40
3.93
4.45

P_CYMENE

5.93	6.05	6.17	6.19	6.29	6.37	6.38	6.38	6.65	6.71
------	------	------	------	------	------	------	------	------	------

19/05/90 11:53:07 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 9	INDEX 9
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.144	1.6	3403 02
2	0.044	2.39	1041 02
3	0.226	2.47	5355 02
4	0.003	2.81	80 03
5	0.026	3.4	619 02
6	0.055	3.59	1294 02
7	0.21	3.93	4990 02
8	0.155	4.05	3665 02
9	1.211	4.45	28707 03
10	26.301	5.93	623614 02
11	12.433	6.05	294801 02
12	14.66	6.17	347604 02
13	3.32	6.19	78711 02
14	16.46	6.29	390295 02
15	12.324	6.37	292212 02
16	3.081	6.38	73048 02
17	9.273	6.42	219868 08
18	0.071	6.65	1681 06
19	0.005	6.71	115 07
TOTAL	100.		2371103

T° colonne = 60 ^{150°} / 1°/mn
 T° injecteur = 200 °
 T° détecteur = 300 °
 Vitesse du papier: 0,5 mm/mn
 Volume injecté: 0,06 µL
 Atténuation = 64

055

999 999PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 14:46:28

T° colonne :
T° injecteur : 200 °C
T° détecteur : 300 °C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Atténuation : 64

1.73 1.57
2.97 2.69

α-TERPINENE

5.08 4.71

γ-TERPINENE

6.89 6.42 6.20

13/05/90 14:46:28

CH= "A" PS= 1.

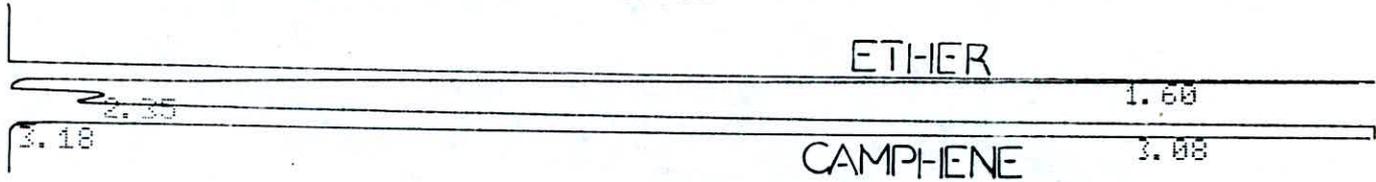
FILE 1. METHOD 0. RUN 31 INDEX 31

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.007	1.57	542	02
2	0.009	1.73	733	03
3	0.042	2.69	3310	02
4	0.071	2.97	5601	02
5	0.07	3.03	5531	02
6	61.465	4.71	4860252	02
7	0.509	5.08	40213	02
8	34.927	6.2	2761811	02
9	2.869	6.42	226862	02
10	0.031	6.89	2490	03

TOTAL 100. 7907345

1002 1001 1001 1001PT EVAL:
PT= 95.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 14:07:25



13/05/90 14:07:25 CH= "A" PS= 1.

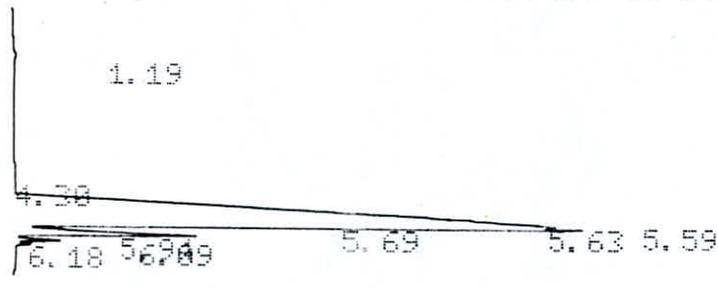
FILE 1. METHOD 0. RUN 28 INDEX 28

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	22.508	1.6	1403570	01
2	1.903	2.35	118641	02
3	75.536	3.08	4710233	02
4	0.053	3.18	3306	03
TOTAL	100.		6235750	

999 999 999 999PT EVAL:
 T= 12.
 T=100

T° colonne : 60 ^{150°C} / 1²/mn
 T° injecteur : 200°C
 T° détecteur : 300°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
 Atténuation : 64

CHANNEL A INJECT 19/05/90 15:52:32



19/05/90 15:52:32 CH= "A" PS= 1.

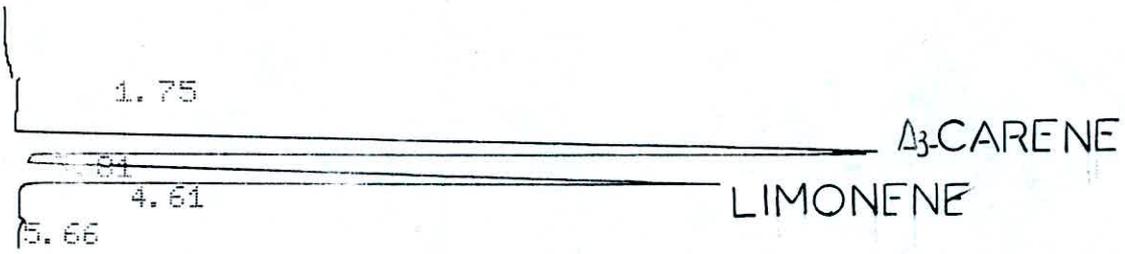
FILE 1. METHOD 0. RUN 24 INDEX 24

PK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.109	1.19	1644	01
2	0.399	4.3	6033	01
3	70.552	5.59	1066138	02
4	9.836	5.63	148643	02
5	10.302	5.69	155681	02
6	7.575	5.94	114476	02
7	0.918	6.09	13874	02
8	0.308	6.18	4658	03

TOTAL 100. 1511147

1000 999 1000 1000PT EVAL:
PT= 19.

HANNEL A INJECT 13/05/90 14:36:44



131

13/05/90 14:36:44 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	30	INDEX	30
PEAK#		AREA%	RT	AREA	BC		
1		0.552	1.75	14491	01		
2		61.118	3.81	1605310	02		
3		38.188	4.61	1003025	03		
4		0.142	5.66	3734	01		
TOTAL		100.		2626560			

RT= 64
1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 19/05/90 11:43:10

1.60
2.46
3.46
4.16
4.31
4.51
5.05
5.62

α-PHELLANDRENE

19/05/90 11:43:10 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

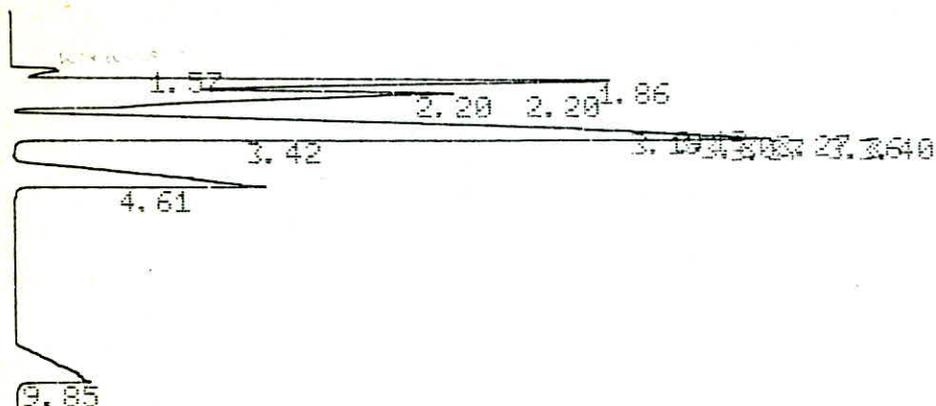
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.648	1.6	14972	01
2	0.063	2.46	1466	01
3	0.011	3.46	263	02
4	97.77	4.16	2259277	02
5	0.16	4.3	3702	02
6	0.154	4.51	3550	03
7	0.008	5.05	185	01
8	1.185	5.62	27394	01

TOTAL 100. 2310609

T° colonne : 60 / 150
1°/mn
T° injecteur : 200°
T° détecteur : 300°
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Atténuation : 64

RT= 64
1001 1001 1001PT=100

CHANNEL A INJECT 07/06/90 09:00:53



Mélange des n-paraffines
(C₉... C₁₄)

040

07/06/90 09:00:53 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3

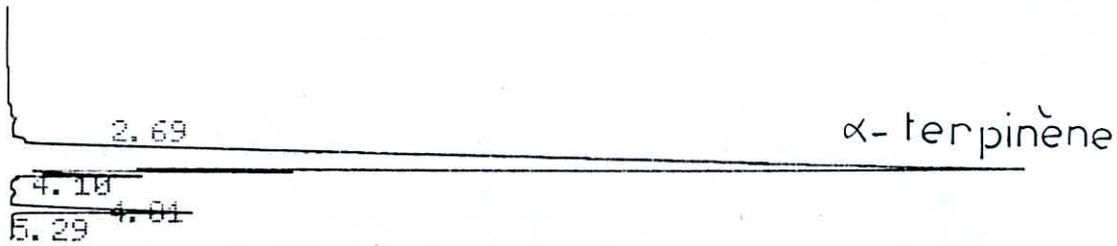
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.999	1.57	38241	02
2	16.352	1.86	625770	02
3	4.956	2.2	189675	02
4	12.723	2.2	486888	02
5	19.062	3.13	729461	02
6	4.857	3.19	185852	02
7	7.625	3.27	291780	02
8	3.061	3.3	117124	02
9	5.387	3.36	206153	02
10	1.424	3.37	54475	02
11	2.685	3.4	102748	02
12	2.74	3.42	104836	03
13	12.63	4.61	483325	01
14	5.501	9.85	210501	01

TOTAL 100. 3826829

T° colonne : 60 / 150 °C
2 °C/min
T° injecteur : 200 °C
T° détecteur : 300 °C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/min
Atténuation : 64

999 999PT=100

CHANNEL A INJECT 06/06/90 18:45:02



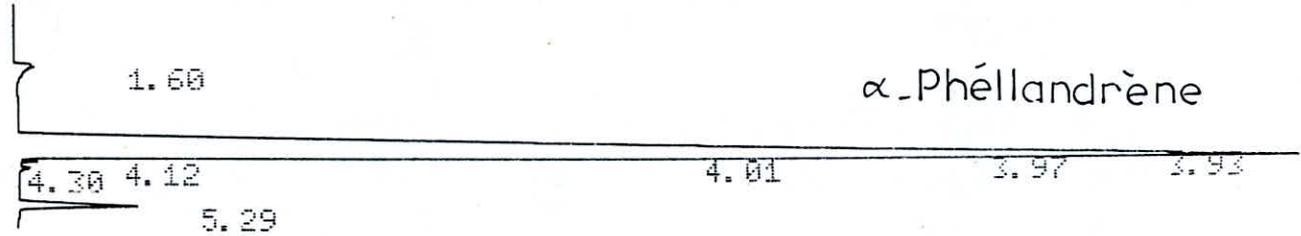
036

06/06/90 18:45:02 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 19	INDEX 19
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.591	2.69	12330 02
2	94.103	4.1	1964090 02
3	0.224	4.81	4667 02
4	5.083	5.29	106094 03
TOTAL	100.		2087181

999 1000 1000 999 999 999 999 999PT=100

CHANNEL A INJECT 06/06/90 18:53:36



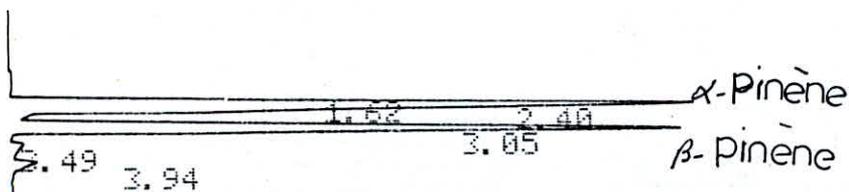
06/06/90 18:53:36 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 20	INDEX 20
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.478	1.6	11482 01
2	74.543	3.93	1791384 02
3	9.03	3.97	217009 02
4	13.014	4.01	312752 02
5	0.142	4.12	3422 03
6	0.095	4.3	2271 01
7	2.697	5.29	64822 01
TOTAL	100.		2403142

T° colonne : 60 / 150^{°C}
 T° injecteur : 200^{°C}
 T° détecteur : 300^{°C}
 Volume injecté : 0,06 μ L
 Vitesse du papier : 0,5 mm/min
 Attenuation : 64

T= 64
999 999PT=100

CHANNEL A INJECT 06/06/90 18:28:52



06/06/90 18:28:52 CH= "A" PS= 1.

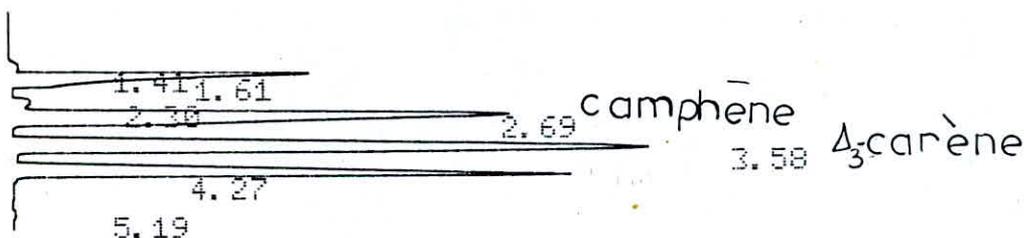
FILE 1. METHOD 0. RUN 17 INDEX 17

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.197	1.62	3210	02
2	53.375	2.4	870434	02
3	44.028	3.05	718001	02
4	0.931	3.49	15178	02
5	1.47	3.94	23973	03

TOTAL 100. 1630796

999 999PT=100

CHANNEL A INJECT 06/06/90 18:36:27



06/06/90 18:36:27 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 18 INDEX 18

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.386	1.41	9877	02
2	11.808	1.61	302379	03
3	0.935	2.3	23948	02
4	28.67	2.69	734190	03
5	35.687	3.58	913888	01
6	22.41	4.27	573875	01
7	0.105	5.19	2677	01

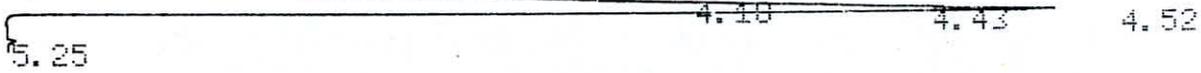
TOTAL 100. 2560834

$T^{\circ}\text{colonne} : 60 \begin{matrix} 150^{\circ}\text{C} \\ 2^{\circ}\text{C}/\text{mm} \end{matrix}$
 $T^{\circ}\text{injecteur} : 200^{\circ}\text{C}$
 $T^{\circ}\text{d\u00e9tecteur} : 300^{\circ}\text{C}$
Volume inject\u00e9 : 0,06 mL
Vitesse du papier : 0,5 mm/mm
Att\u00e9nuation : 64.

1000 1000PT=100

CHANNEL A INJECT 06/06/90 13:36:47

Limonène



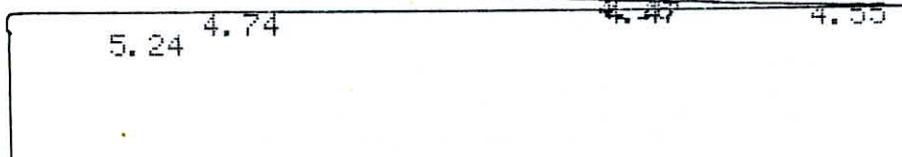
06/06/90 13:36:47 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 6	INDEX 6
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	27.956	4.18	613181 02
2	47.694	4.43	1046119 02
3	24.188	4.52	530535 03
4	0.162	5.25	3551 01
TOTAL	100.		2193386

1000 1000PT=100

CHANNEL A INJECT 06/06/90 13:44:57

Cinéol



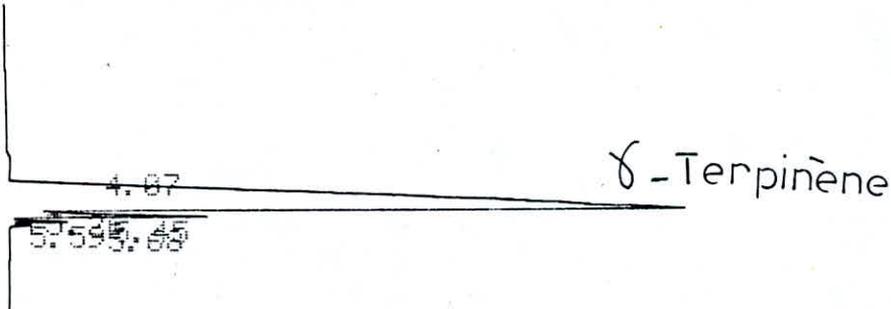
06/06/90 13:44:57 CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 7	INDEX 7
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	25.952	4.38	473139 02
2	15.185	4.47	275397 02
3	15.138	4.55	275998 02
4	43.748	4.74	797591 03
5	0.057	5.24	1036 01
TOTAL	100.		1823161

150°C
 $T^{\circ}\text{colonne} : 60 / 2^{\circ}\text{C}/\text{mn}$
 $T^{\circ}\text{injecteur} : 200^{\circ}\text{C}$
 $T^{\circ}\text{détecteur} : 300^{\circ}\text{C}$
 Volume injecté : 0,06 μL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/m
 Atténuation : 64.

028

CHANNEL A INJECT 06/06/90 13:56:53



06/06/90 13:56:53 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

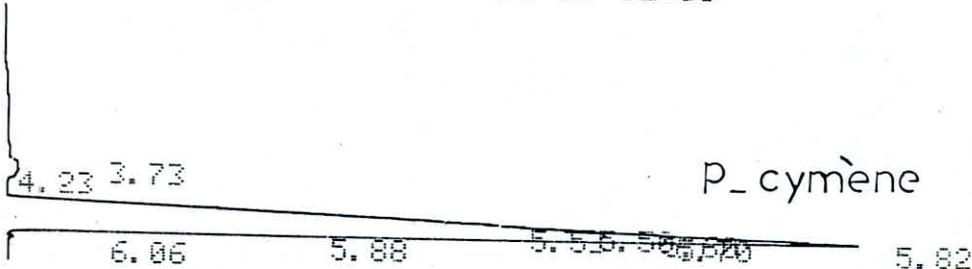
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.477	4.07	7714	02
2	92.87	5.26	1501825	02
3	5.334	5.45	86257	02
4	1.115	5.59	18029	02
5	0.205	5.68	3308	03

TOTAL 100. 1617133

999 999 999PT=100

T° colonne : 60 / 150°C
 T° injecteur : 200°C
 T° détecteur : 300°C
 Volume injecté : 0,06 μL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/mm
 Attenuation : 64

CHANNEL A INJECT 06/06/90 19:02:58



06/06/90 19:02:58 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 21 INDEX 21

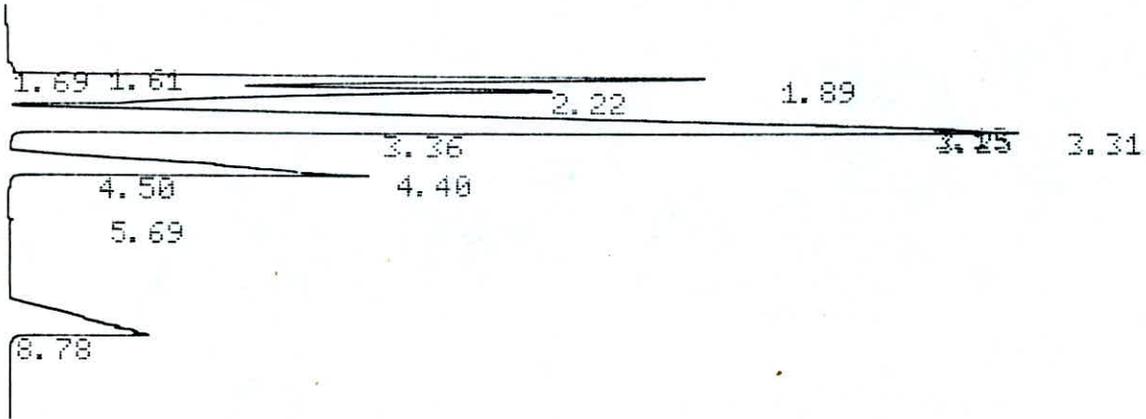
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.326	3.73	6529	02
2	1.271	4.23	25486	03
3	30.099	5.5	603619	02
4	4.534	5.53	90935	02
5	10.836	5.6	217307	02
6	14.237	5.7	285511	02
7	26.244	5.82	526320	02
8	12.391	5.88	248489	03
9	0.063	6.06	1261	01

TOTAL 100. 2005457

T° colonne : 60 / 150°C
 T° injecteur : 200°C
 T° détecteur : 300°C
 Volume injecté : 0,06 μL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/mm
 Attenuation : 64.

PT=100
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 12:35:54



176

13/05/90 12:35:54

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 21 INDEX 21

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.055	1.61	2619	02
2	0.057	1.69	2746	02
3	15.059	1.89	721435	02
4	17.23	2.22	825458	02
5	23.278	3.13	1115204	02
6	11.963	3.25	573112	02
7	5.974	3.31	286209	02
8	5.473	3.36	262204	03
9	9.167	4.4	439146	02
10	3.729	4.5	178653	03
11	0.02	5.69	980	01
12	7.994	8.78	382989	01

TOTAL 100. 4790755

MELANGE DES N-PARA-
.FFINES (C₉,.....C₁₄)

T° colonne : 60 / 150 °C
3°C/min

T° injecteur : 200 °C

T° Détecteur : 300 °C

Volume injecté : 0,06 µL

Vitesse du papier : 0,5 mm/min

Attenuation : 64

α -TERPINENE

1.57 1.14

2.95 2.57

4.19 4.06

5.00

13/05/90 16:08:01

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 38 INDEX 38

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.053	1.14	1291 02
2	0.017	1.57	405 03
3	0.072	2.57	1743 02
4	0.207	2.95	5040 02
5	0.166	3.21	4042 02
6	89.958	3.99	2192447 02
7	2.625	4.06	63976 02
8	2.192	4.19	53424 03
9	0.18	4.55	4393 01
10	4.531	5.	110431 01

TOTAL 100. 2437192

150°C
 T° colonne = 60 / 3°C/min
 T° injecteur: 200°C
 T° détecteur: 300°C
 Volume injecté: 0,06µL
 Vitesse du papier: 0,5 mm/min
 Attenuation: 64

135

1000 1000PT EVAL:
PT= 47.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 15:28:02

1.61 1.45
2.33 1.96
2.67
3.86 4.15
4.96

α - PHELLANDRENE

13/05/90 15:28:02 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 35 INDEX 35

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.413	1.45	15539	02
2	0.549	1.61	20664	02
3	0.007	1.96	271	03
4	0.558	2.33	20973	02
5	0.012	2.67	454	03
6	97.171	3.86	3655398	02
7	0.146	4.15	5474	03
8	1.144	4.96	43045	01
TOTAL	100.		3761818	

150°C
T° colonne : 60 / 3°C/mn
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Atténuation : 64

1000 1000PT EVAL:
RT= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 15:53:06

Δ_3 -CARENE

0.27
2.41
3.65
4.18

13/05/90 15:53:06

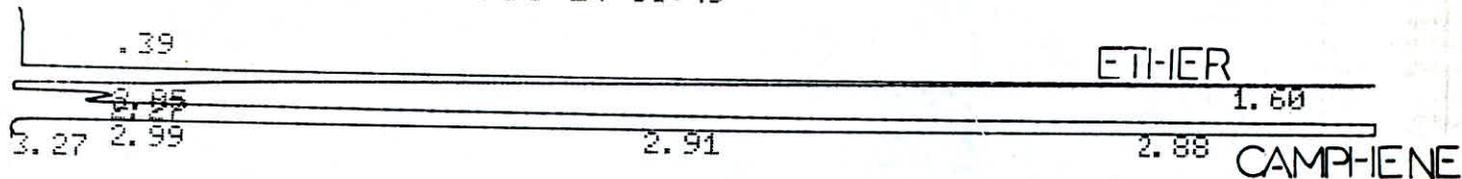
CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	37	INDEX	37
PEAK#		AREA%	RT	AREA	BC		
1		0.054	0.27	1968	01		
2		0.066	2.41	2396	02		
3		99.705	3.65	3605585	02		
4		0.174	4.18	6293	03		
TOTAL		100.		3616242			

T° colonne : 60 / ^{150°C} 304mm
 T° injecteur : 200°C
 T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/min
Atténuation : 64

1003 1002 1002 1002PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 14:56:49



13/05/90 14:56:49 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 32 INDEX 32

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.035	0.39	2201	01
2	20.688	1.6	1284220	02
3	0.04	2.05	2474	02
4	1.863	2.27	115669	02
5	67.414	2.88	4184776	02
6	9.924	2.91	616014	02
7	0.025	2.99	1570	03
8	0.011	3.27	657	01

TOTAL 100. 6207581

129

PT= 12.
998 998PT=100

CHANNEL A INJECT 19/05/90 12:04:07

4.01 3.55
5.54
6.61 6.36

P-CYME NE

5.37 5.305.25

19/05/90 12:04:07 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	10	INDEX	10
PEAK#		AREA%		RT		AREA	BC
1		0.218		3.55		4403	02
2		1.152		4.01		23310	03
3		67.369		5.25		1363619	02
4		14.04		5.3		294187	02
5		17.062		5.37		345353	03
6		0.064		5.54		1293	01
7		0.052		6.36		1048	01
8		0.045		6.61		904	01
TOTAL		100.				2024117	

T° colonne : 60 ¹⁵⁰ / 3°/mn
T° injecteur = 200 °C
T° détecteur = 300 °C
Volume injecté = 0,06 µL
Vitesse du papier = 0,5 mm/mn
Atténuation : 64

PT= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 15:20:43

α -PINENE

2.59

2.23 2.69 2.92
3.79 3.56

13/05/90 15:20:43

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 34 INDEX 34

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	98.431	2.59	4644214	02
2	1.09	2.69	51449	08
3	0.437	2.92	20603	06
4	0.002	3.23	109	07
5	0.005	3.56	226	02
6	0.035	3.79	1641	03

TOTAL 100. 4718242

1000 1001 1001PT EVAL:
PT= 91.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 15:03:08

β -PINENE

~~2.54~~ 2.34
~~3.66~~ 3.44
4.53 4.85
3.19

13/05/90 15:03:08

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 33 INDEX 33

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	3.569	2.34	98694	02
2	1.641	2.54	45378	02
3	89.429	3.19	2473026	03
4	0.037	3.31	1027	02
5	2.214	3.44	61220	02
6	0.135	3.66	3738	02
7	2.638	3.84	72957	03
8	0.202	4.53	5596	02
9	0.134	4.85	3713	03

TOTAL 100. 2765349

T° colonne : 60 / 150 °C
3°C/mn
T° injecteur : 200 °C
T° détecteur : 300 °C
Volume injecté : 0,06 μ L
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Atténuation : 64

P1= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 15:45:06

LIMONENE

3.47
4.31 4.49

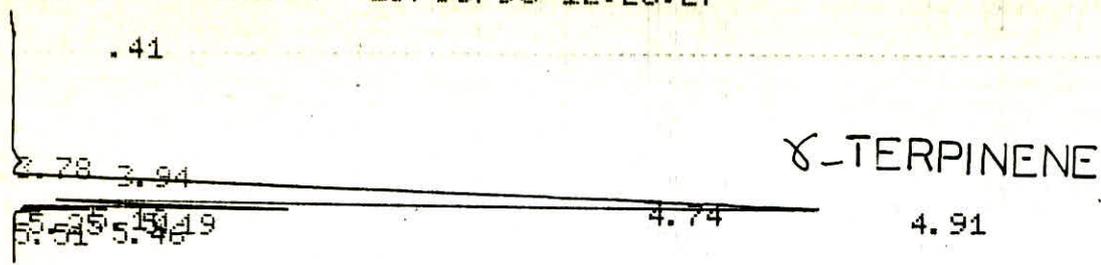
13/05/90 15:45:06

CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	36	INDEX	36
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	0.391	3.47	10930	02			
2	99.466	4.31	2780883	02			
3	0.144	4.49	4013	03			
TOTAL	100.		2795826				

PI= 14.

CHANNEL A INJECT 19/05/90 12:26:27



19/05/90 12:26:27 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 11 INDEX 11

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.026	0.41	443	01
2	0.092	3.78	1573	02
3	0.523	3.94	8917	03
4	48.534	4.74	828123	02
5	42.376	4.91	723039	02
6	7.09	5.1	120981	02
7	0.975	5.19	16636	02
8	0.364	5.25	6204	03
9	0.014	5.46	234	02
10	0.007	5.51	111	03

TOTAL 100. 1706261

999 999PT=100

CHANNEL A INJECT 06/06/90 15:38:59

Cinéol

4.33 4.39

4.87

06/06/90 15:38:59

CH= "A" PS= 1.

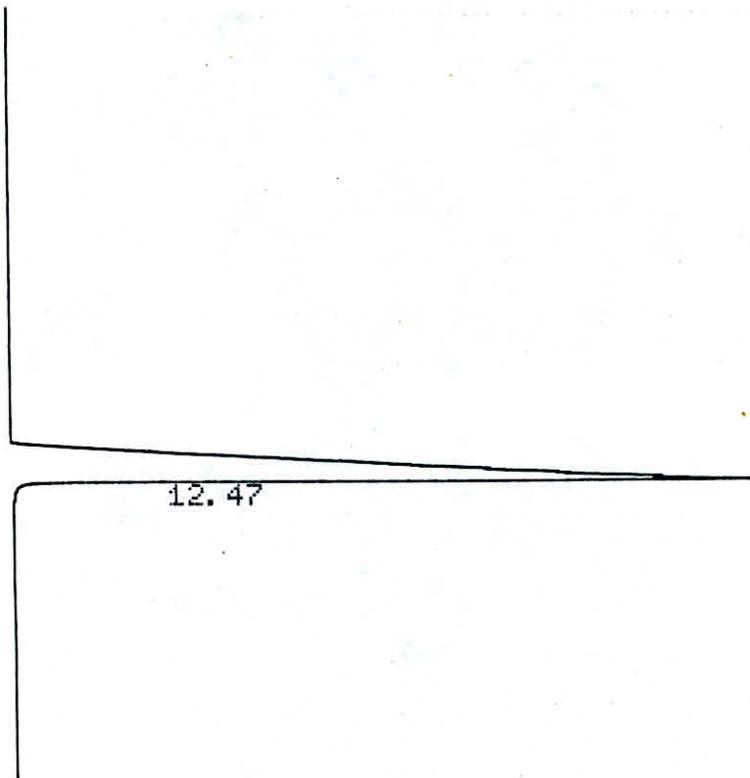
FILE 1.	METHOD 0.	RUN 10	INDEX 10
1	78.311	4.33	1020731 02
2	21.625	4.39	281873 03
3	0.064	4.87	835 01
TOTAL	100.		1303439

T° colonne : 60 ^{150°C} / 3°C/mm
 T° injecteur : 200°C
 T° détecteur : 300°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/min
 Atténuation : 64

1001 1000 1000 1000 1001PT EVAL:
PT= 12.
1001 1001PT=100
AT= 64

CHANNEL A INJECT 31/05/90 12:27:37

T° colonne : 60 ^{150 °C} / 3°/mn
T° injecteur : 200 °C
T° détecteur : 300 °C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/m.
Attenuation : 64



BENZALDEHYDE

31/05/90 12:27:37 CH= "A" PS= 1.

FILE	METHOD	Ø.	RUN	INDEX
1.			5	5
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	100.	12.47	1860418	01
TOTAL	100.		1860418	

1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

999 999 999 PT=100

CHANNEL A INJECT 31/05/90 15:17:05

2.03
 3.56
 9.45
 10.28 10.48
 11.91 12.47
 13.45 13.89
 14.21 14.57

ACETATE DE LINALYL

31/05/90 15:17:05

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 11 INDEX 11

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	2.968	2.03	10584 01
2	3.999	3.56	14260 01
3	0.471	9.45	1679 01
4	0.667	10.28	2377 02
5	0.907	10.48	3236 03
6	1.078	11.91	3843 02
7	6.897	12.47	24598 02
8	80.357	13.45	286573 02
9	1.435	13.89	5116 02
10	0.548	14.21	1953 02
11	0.675	14.57	2407 03

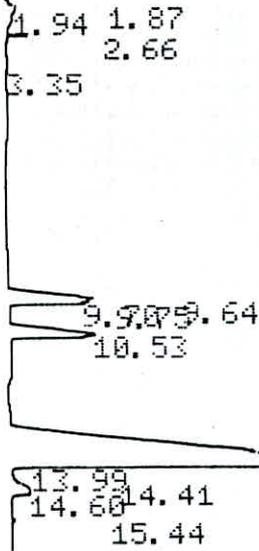
TOTAL 100. 356626

150°C
 T° colonne: 60 / 30/min
 T° injecteur: 200 °C
 T° détecteur: 300 °C
 Volume injecté: 0,06 µL
 Vitesse du papier: 0,5 mm/s
 Atténuation: 64

191

1002 1003 1003 1003 1003 1002 1002 1002 1002 PT=100

CHANNEL A INJECT 31/05/90 15:42:32



LINALOL

31/05/90 15:42:32

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 12 INDEX 12

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.142	1.87	1961	02
2	0.425	1.94	5862	03
3	0.06	2.66	834	01
4	0.187	3.35	2575	01
5	5.735	9.64	79125	02
6	1.57	9.7	21663	02
7	1.235	9.75	17033	03
8	7.593	10.53	104769	01
9	32.357	13.61	446442	02
10	15.623	13.76	215552	02
11	23.647	13.92	326268	02
12	8.621	13.99	118941	03
13	0.294	14.41	4058	02
14	2.397	14.6	33074	03
15	0.115	15.44	1586	01

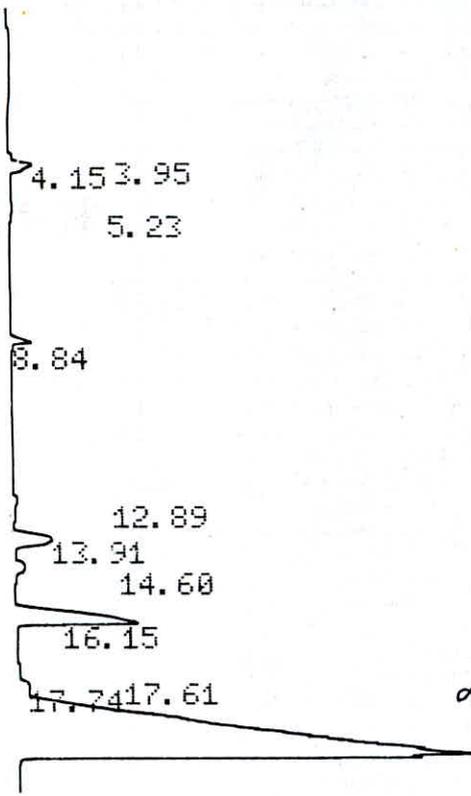
TOTAL 100. 1379743

T° colonne : 60 → 150 : C
 3° C/mn
 T° injecteur : 200 °C
 T° detecteur : 300 °C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/r
 Attenuation : 64

000

AT= 64
1000 999 1000 1000 1000PT EVAL:
T= 12.
Fi=100

CHANNEL A INJECT 31/05/90 14:49:34



T° colonne : 60 $\frac{150^{\circ}C}{3^{\circ}/min}$
 T° injecteur : 200 $^{\circ}C$
 T° détecteur : 300 $^{\circ}C$
 Volume injecté : 0,06 μ L
 Vitesse du papier : 0,5 mm/min
 Atténuation : 64

α - TERPINEOL

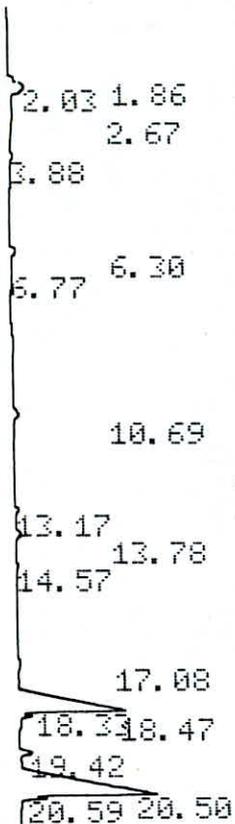
31/05/90 14:49:34 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.154	3.95	3516	02
2	1.242	4.15	28279	03
3	0.21	5.23	4781	01
4	0.687	8.84	15647	01
5	0.25	12.89	5689	01
6	2.894	13.91	65882	01
7	0.755	14.6	17192	01
8	9.008	16.15	205045	01
9	0.146	17.61	3317	02
10	0.223	17.74	5066	03
11	84.429	19.56	1921728	01
TOTAL	100.		2276142	

998 998 999 999 999 999 999 1000 PT EVAL:
 PT= 12.
 1000 1000 1000 PT=100

CHANNEL A INJECT 31/05/90 16:05:18



Néral
Géranial

31/05/90 16:05:18 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 13 INDEX 13

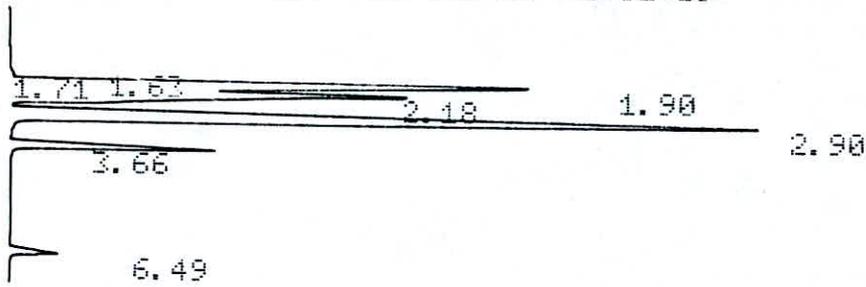
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.836	1.86	4474	02
2	3.876	2.03	20742	03
3	0.709	2.67	3792	01
4	0.891	3.88	4766	01
5	1.108	6.3	5929	01
6	0.239	6.77	1277	01
7	1.601	10.69	8567	01
8	0.801	13.17	4287	01
9	1.577	13.78	8441	01
10	0.427	14.57	2287	01
11	0.712	17.08	3809	01
12	33.123	18.33	177267	02
13	0.694	18.47	3716	03
14	1.453	19.42	7776	01
15	50.397	20.5	269715	02
16	1.558	20.59	8340	03

TOTAL 100. 535185

*T° colonne : 60 / 150°C
 3°C/mn*
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Attenuation : 64

1000 1000PT EVAL:
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 12:51:39



MELANGE DES
N-PARAFFINES
(C₉, ..., C₁₄)

T° colonne : 60 / 50°C/min
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/m
Atténuation : 64

13/05/90 12:51:39

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 22 INDEX 22

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.048	1.63	944 02
2	0.049	1.71	971 02
3	25.546	1.9	503087 02
4	24.349	2.18	479512 02
5	41.525	2.9	817781 03
6	6.972	3.66	137301 01
7	1.512	6.49	29767 01

TOTAL 100. 1969363

107

997 997 998 999 1000 999 1000 1000 1000 PT EVAL:
PT= 14.

CHANNEL A INJECT 19/05/90 13:15:42

0.87 .09
1.77
3.25 3.62
4.93 4.71
5.78 5.49

γ-TERPINENE

19/05/90 13:15:42 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 14 INDEX 14

PEAK#	AREAX	RT	AREA	BC
1	0.061	0.09	2155	01
2	0.053	0.87	1856	01
3	0.055	1.77	1929	01
4	0.004	3.25	136	02
5	0.35	3.62	12313	02
6	94.924	4.61	3340708	02
7	4.471	4.71	157366	02
8	0.056	4.93	1976	03
9	0.012	5.49	438	01
10	0.014	5.78	486	01

TOTAL 100. 3519363

1002 1001 1001 1001 PT EVAL:

PT= 418.

1000 1000 PT EVAL:

PT= 12.

PT=100

1000 1000 PT EVAL:

PT= 12.

CHANNEL A INJECT 19/05/90 13:31:40

2.98 2.34
3.69 3.34
4.88 4.71
5.52 5.71

P-CYME NE

19/05/90 13:31:40 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 15 INDEX 15

PEAK#	AREAX	RT	AREA	BC
1	0.306	2.34	5673	02
2	0.031	2.98	580	02
3	0.257	3.34	4775	02
4	1.335	3.69	24762	02
5	97.655	4.71	1811554	02
6	0.258	4.88	4788	02
7	0.023	5.35	421	02
8	0.077	5.52	1423	02
9	0.059	5.71	1088	03

TOTAL 100. 1055024

150°C
T° colonne : 60 5°C/min
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecteur : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/min
Attenuation : 64

1047 1001 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 26.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 16:48:12

107

Δ_3 -CARENE

2.10
~~2.50~~ ~~2.73~~
3.29

13/05/90 16:48:12

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 43 INDEX 43

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RC
1	0.366	2.1	7445	02
2	0.018	2.5	361	02
3	0.032	2.73	648	02
4	99.584	3.29	2025706	03
TOTAL	100.		2034160	

rT= 69.

HANNEL A INJECT 19/05/90 12:36:14

α-TERPINENE

~~2.73 2.50~~
~~2.79~~ 3.61
 4.39 4.65

19/05/90 12:36:14 CH= "A" PS= 1.

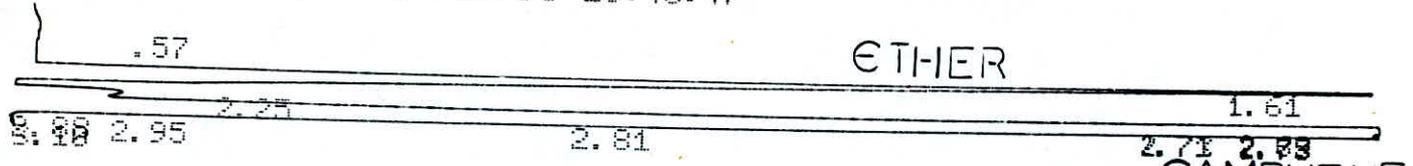
FILE 1. METHOD 0. RUN 12 INDEX 12

IAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.128	2.5	2785	02
2	0.249	2.73	5427	02
3	92.461	3.61	2015607	02
4	1.961	3.79	42755	02
5	0.256	4.06	5573	02
6	4.813	4.39	104917	02
7	0.132	4.65	2882	03
TOTAL	100.		2179946	

T° colonne : 60 ^{150°C}
 T° injecteur : 200°C
 T° détecteur : 300°C
 Volume injecté : 0,06 µl
 Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
 Atténuation : 64

1000PT EVAL:
PT= 29.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 16:40:47



13/05/90 16:40:47 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 42 INDEX 42

PERK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.222	0.57	16261	01
2	20.367	1.61	1491977	02
3	1.613	2.25	118152	02
4	38.245	2.69	2801668	02
5	6.811	2.71	498930	02
6	3.477	2.73	254719	02
7	3.436	2.73	251684	02
8	12.082	2.78	885075	02
9	13.714	2.81	1004593	02
10	0.031	2.88	2248	08
11	0.	2.95	3	05
12	0.004	3.1	258	01

TOTAL 100. 7325568

T° colonne : 60 ^{150°C} / 5°C/min
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06µL
Vitesse du papier 10,5 mm/min
Attenuation : 64

1000 10001
PT = 13.
1001 1001PT EVAL:
P = 19.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 17:04:33

α -PHELLANDRENE

1.63
2.29 2.35
2.81 3.01
3.58 3.81
4.09 4.41

13/05/90 17:04:33

CH= "A" PS= 1.

138

FILE 1.	METHOD	Q.	RUN 45	INDEX 45
PEAK#	AREAX	RT	AREA	BC
1	0.495	1.63	17146	01
2	0.003	2.29	120	02
3	0.012	2.35	412	03
4	0.017	2.81	602	02
5	0.074	3.01	2556	02
6	98.048	3.58	3394433	02
7	0.172	3.81	5949	02
8	0.019	4.09	643	02
9	1.16	4.41	40148	03
TOTAL	100.		3462009	

T° colonne : 60 / 150°C
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Atténuation : 64

1000 1000PT EVAL:
PT= 16.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 16:30:50

.58
2.10
3.00
3.89
4.42

LIMONENE

13/05/90 16:30:50 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 41 INDEX 41

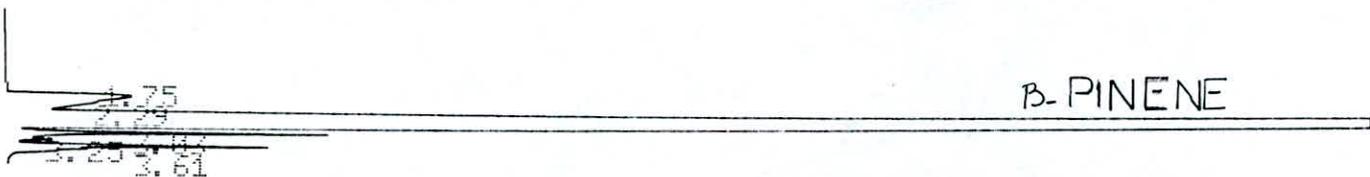
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.041	0.58	1177	01
2	0.702	2.1	20386	02
3	0.076	3.	2220	02
4	99.002	3.89	2875456	02
5	0.179	4.42	5209	03

TOTAL 100. 2904448

999 1000 1800PT EVAL:

F = 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 17:12:38



13/05/90 17:12:38 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 46 INDEX 46

PK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.013	1.75	617	02
2	4.225	2.29	193624	02
3	90.144	3.03	4130893	02
4	2.544	3.25	116561	02
5	3.074	3.61	140859	03
TOTAL	100.		4582554	

T° colonne : 60 \nearrow 150 $^{\circ}$ C
 5 $^{\circ}$ C/mn
 T° injecteur : 200 $^{\circ}$ C
 T° détecteur : 300 $^{\circ}$ C
 Volume injecté : 0,06 μ L
 Vitesse du papier = 0,5 mm/mn
 Attenuation = 64

α -PINENE

2.44
1.63
0.87
2.79

13/05/90 16:24:55 CH= "R" PS= 1.

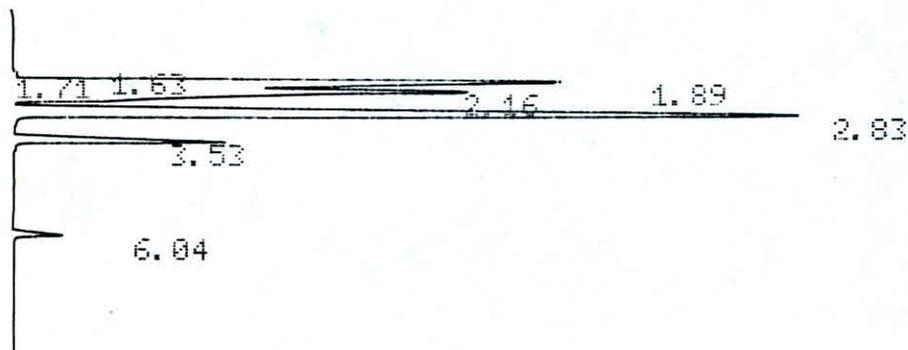
FILE 1. METHOD 0. RUN 40 INDEX 40

PEAK# AREA% RT AREA BC

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.021	0.87	829	01
2	0.008	1.44	312	02
3	0.162	1.63	6264	02
4	99.479	2.44	3838957	08
5	0.329	2.79	12692	05
TOTAL	100.		3859054	

1000 10001 BYRL
PT= 12.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 13:29:15



MELANGE DES

N-PARAFFINES (C₉, C₁₀, C₁₁, C₁₂)

T° colonne : 60 / 6°C/mn

T° injecteur : 200°C

T° Détecteur : 300°C

Volume injecté : 0,06 µL

Vitesse du papier : 0,5 mm/mn

Attenuation : 64

13/05/90 13:29:15

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 24 INDEX 24

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.048	1.63	986	02
2	0.052	1.71	1080	02
3	25.981	1.89	539187	02
4	25.642	2.16	532140	02
5	40.509	2.83	840679	03
6	6.489	3.53	134671	01
7	1.279	6.04	26537	01
TOTAL	100.		2075280	

997 997 998 999 1000 1000 1000PT EVAL:
T= 14.

CHANNEL A INJECT 19/05/90 14:08:07

1.62 1.30
2.33
3.33
4.17 3.96

α -PHELLANDRENE

060

19/05/90 14:08:07 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 19 INDEX 19

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.028	1.3	660 02
2	0.575	1.62	13560 02
3	0.148	2.33	3486 02
4	97.966	3.33	2308491 02
5	0.074	3.96	1752 02
6	1.208	4.17	28475 03

TOTAL 100. 2356424

999 999 999PT EVAL:
T= 12.

CHANNEL A INJECT 19/05/90 14:16:57

1.93
2.61 2.69
~~3.54 3.59~~
4.44 4.54 4.24

α -TERPINENE

19/05/90 14:16:57 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 20 INDEX 20

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.014	1.93	328 01
2	0.1	2.61	2351 02
3	0.194	2.69	4574 02
4	89.58	3.54	2115658 02
5	2.759	3.59	65151 02
6	0.39	3.64	9213 02
7	1.896	3.69	44779 08
8	0.189	3.92	4453 05
9	4.867	4.24	114936 08
10	0.008	4.44	197 05
11	0.004	4.54	105 01

TOTAL 100. 2361745

T° colonne = 60 ¹⁵⁰°C / 6%/mn
 T° injecteur = 200°C
 T° détecteur = 300°C
Volume injecté: 0,06 μ L
Vitesse du papier: 0,5 mm/mn
Atténuation = 64

1000 1000PT EVAL:
PT=100
PT= 16.

CHANNEL A INJECT 19/05/90 14:25:35

T° colonne : 60 ^{150°C}
6°C/min
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/min
Atténuation : 64

P_CYMENE

2.23
2.00 3.28
4.21
5.05 4.89
5.65

19/05/90 14:25:35 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	21	INDEX	21
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	0.245	2.23	5552	02			
2	0.262	3.	5925	02			
3	0.986	3.28	22336	02			
4	97.667	4.21	2212520	02			
5	0.246	4.89	5582	02			
6	0.338	5.05	7661	02			
7	0.255	5.65	5784	03			
TOTAL	100.		2265360				

PT= 12.
PT=100

CHANNEL A INJECT 19/05/90 14:47:55

γ-TERPINENE

3.38

4.26

19/05/90 14:47:55

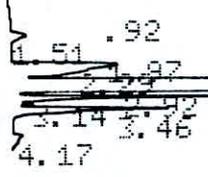
CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	22	INDEX	22
PEAK#		AREA%	RT	AREA	BC		
1		0.505	3.38	13749	02		
2		99.495	4.26	2710667	03		
TOTAL		100.		2724416			

1000 1000PT EVAL:
PT= 23.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 17:32:24

β - PINENE



13/05/90 17:32:24 CH= "A" PS= 1.

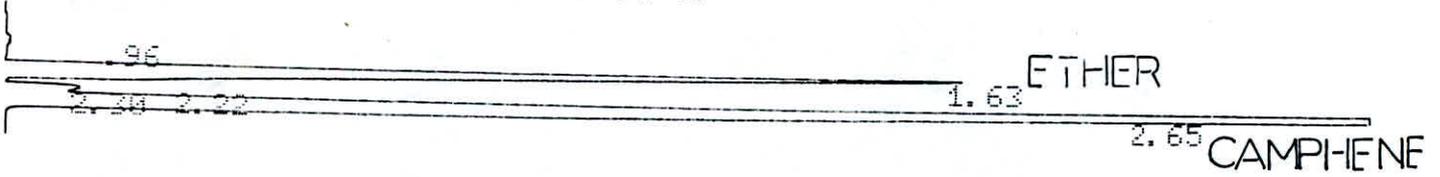
FILE 1. METHOD 0. RUN 48 INDEX 48

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.143	0.92	4717 02
2	0.495	1.51	16309 02
3	0.015	1.97	506 02
4	4.849	2.29	159823 02
5	88.691	2.92	2924051 02
6	2.528	3.14	83349 02
7	2.939	3.46	96907 02
8	0.341	4.17	11252 03
TOTAL	100.		3296914

Handwritten notes:
T° colonne : 60 / 150 / 6°C/mn
T° injecteur : 200 °C
T° détecteur : 300 °C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Attenuation : 64

999 . 999 999PT EVAL:
PT= 12.
PT=100

CHANNEL A INJECT 19/05/90 13:50:59



19/05/90 13:50:59 CH= "A" PS= 1.

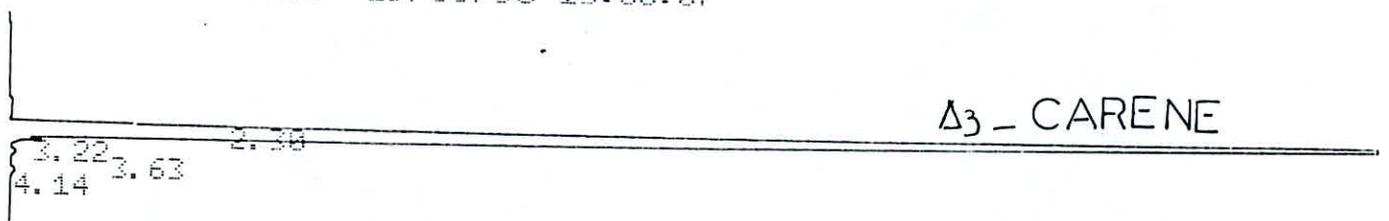
FILE 1. METHOD 0. RUN 17 INDEX 17

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.124	0.96	5032 01
2	27.292	1.63	1111562 02
3	1.37	2.22	55800 02
4	0.359	2.3	14637 02
5	70.855	2.65	2885863 03

TOTAL 100. 4072894

998 998 998PT EVAL:
PT= 12.
PT=100

CHANNEL A INJECT 19/05/90 13:58:07



19/05/90 13:58:07 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 18 INDEX 18

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.143	2.3	2969 02
2	99.458	3.22	2069792 02
3	0.228	3.63	4741 03
4	0.171	4.14	3563 01

TOTAL 100. 2081065

150°C
T° colonne : 60 / 6°C/mn
T° injecteur = 200°C
T° détecteur = 300°C
Volume injecté = 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Atténuation : 64

999 1000 1000PT EVAL:
PT= 47.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 17:25:55

α -PINENE

1.87 1.64
2.73

2.44

13/05/90 17:25:55 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 47 INDEX 47

FLAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.173	1.64	7229	02
2	0.497	1.87	20747	03
3	99.026	2.44	4132681	08
4	0.304	2.73	12667	05

TOTAL 100. 4173324

139

1005 1005 1001 1001 1001 1001PT EVAL:
PT= 17.

CHANNEL A INJECT 13/05/90 17:40:59

LIMONENE

2.70 2.29

4.41 4.04
4.59
5.20

3.83

3.80 3.74

13/05/90 17:40:59

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 49 INDEX 49

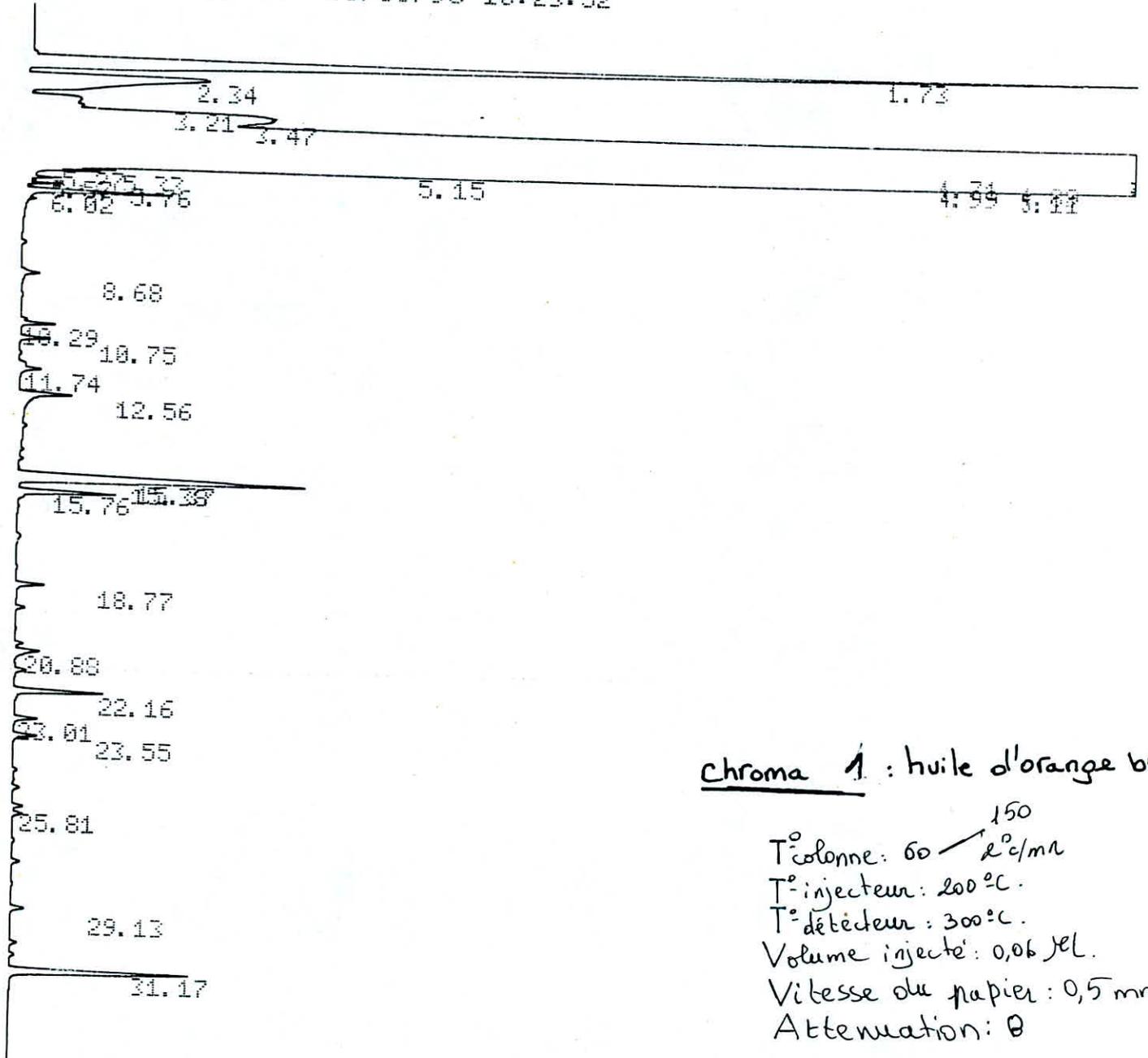
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.282	2.29	8648	02
2	0.016	2.7	490	03
3	62.92	3.72	1929847	02
4	4.19	3.74	128527	02
5	22.841	3.8	700578	02
6	9.024	3.83	276766	08
7	0.	4.	15	05
8	0.	4.04	15	05
9	0.258	4.24	7898	02
10	0.187	4.41	5748	02
11	0.003	4.59	103	03
12	0.278	5.2	8513	01

TOTAL 100. 3067148

150°C
T° colonne : 60 6°C/min
T° injecteur : 200°C
T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/min
Attenuation : 64

AT= 8
998 998 998 998 1000 1000 1000PT EVAL:
PT= 12.
1000 1000PT=100

CHANNEL A INJECT 06/06/90 10:23:52



chroma 1 : huile d'orange brut 023

T° colonne: 60 ¹⁵⁰ / 2°/m
T° injecteur: 200°C.
T° détecteur: 300°C.
Volume injecté: 0,06 µL.
Vitesse du papier: 0,5 mm/mn
Atténuation: 0

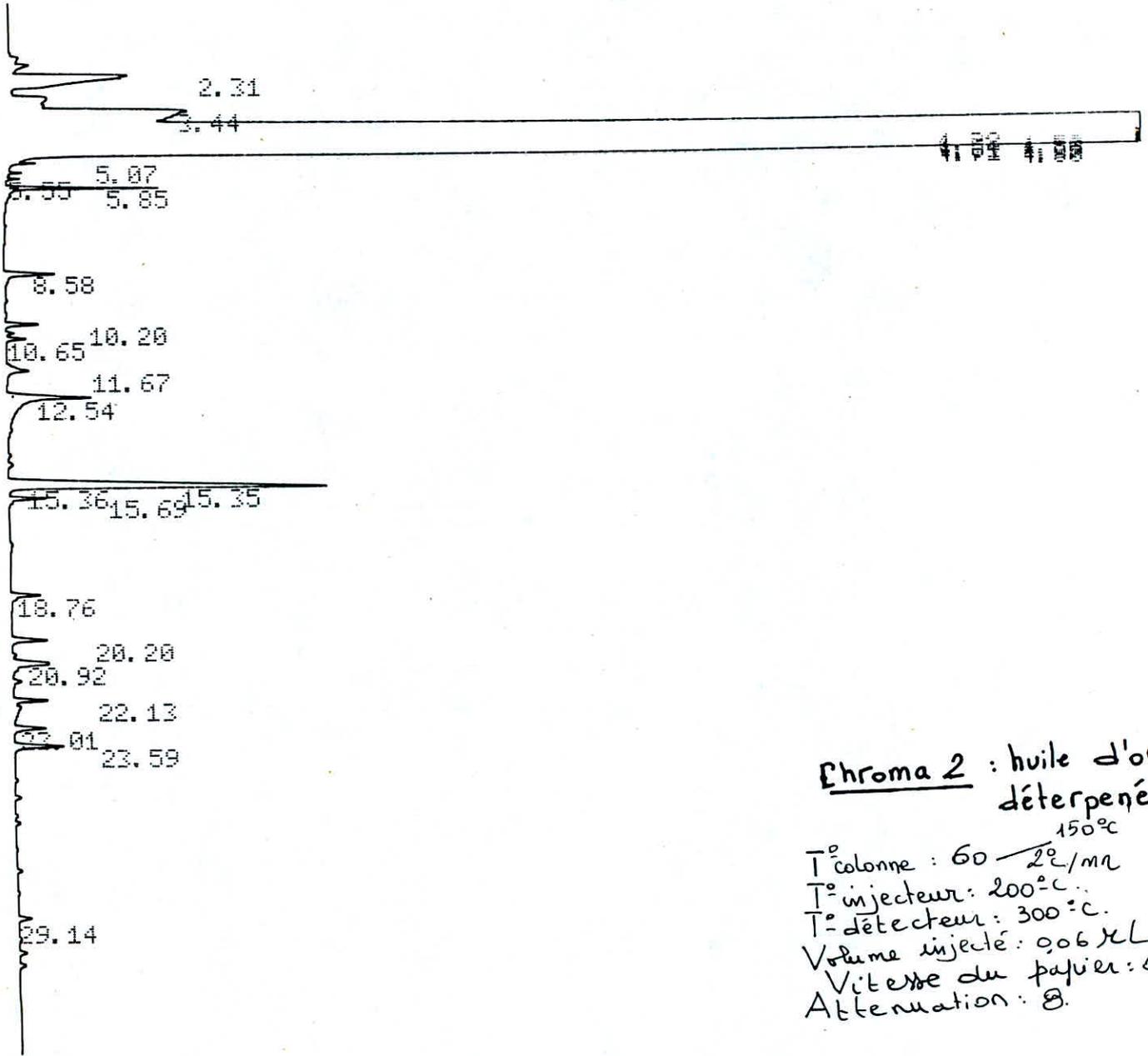
06/06/90 10:23:52

CH= "R" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 2	INDEX 2
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	1.888	1.73	152290 01
2	0.466	2.34	37609 01
3	0.191	3.21	15418 02
4	0.957	3.47	77219 02
5	46.112	4.71	3728314 02
6	18.978	4.89	1531125 02
7	12.1	4.99	976248 02
8	12.825	5.11	1034705 02
9	5.115	5.15	412683 02
10	0.029	5.27	2303 02
11	0.022	5.33	1749 03
12	0.009	5.57	722 01
13	0.013	5.76	1036 01
14	0.113	6.02	9105 01
15	0.02	8.68	1581 01
16	0.026	10.29	2117 01
17	0.026	10.75	2067 01
18	0.016	11.74	1307 01
19	0.055	12.56	4451 01
20	0.403	15.37	32513 02
21	0.084	15.38	6764 03
22	0.099	15.76	8006 01
23	0.027	18.77	2212 01
24	0.032	20.88	2588 01
25	0.096	22.16	7783 01
26	0.025	23.01	1984 01
27	0.025	23.55	2009 01
28	0.024	25.81	1927 01
29	0.016	29.13	1303 01
30	0.208	31.17	16786 01
TOTAL	100.		8067924

1000 999 1000 999 999PT=100

CHANNEL A INJECT 06/06/90 11:05:05



Chroma 2 : huile d'orange
déterpénée

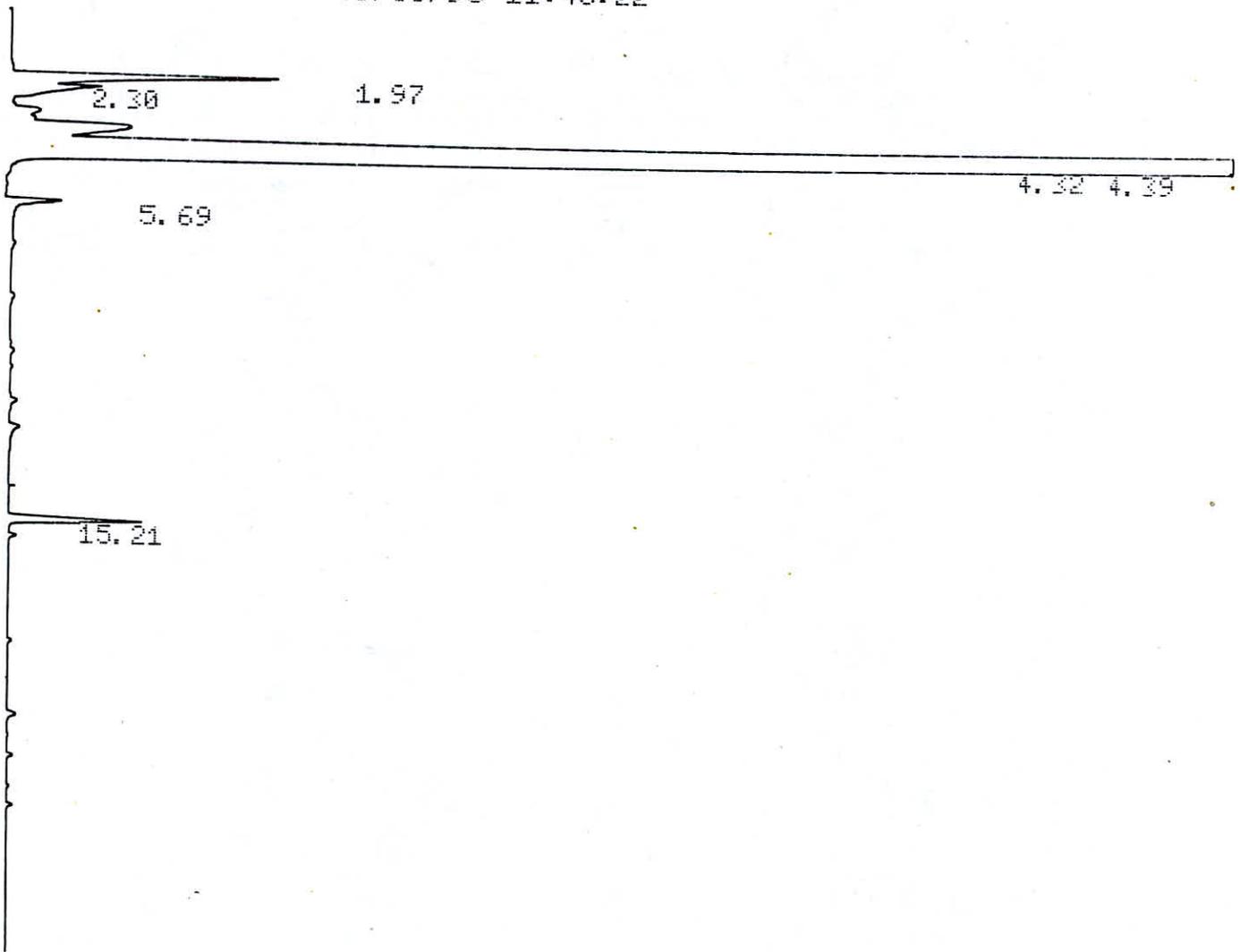
T° colonne : 60 $\xrightarrow{150^{\circ}\text{C}}$ $2^{\circ}/\text{min}$
 T° injecteur : 200°C
 T° détecteur : 300°C
Volume injecté : 0,06 μL
Vitesse du papier : 0,5 mm/h
Atténuation : 8.

024

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 3	INDEX 3
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.608	2.31	26815 03
2	0.992	3.44	43750 02
3	34.894	4.38	1538497 02
4	14.402	4.5	635014 02
5	5.301	4.54	233731 02
6	6.615	4.59	291649 02
7	3.679	4.61	162224 02
8	10.696	4.69	471611 02
9	4.663	4.71	205619 02
10	16.198	4.8	714205 03
11	0.012	5.07	533 01
12	0.01	5.55	460 01
13	0.152	5.85	6706 01
14	0.082	8.58	3628 01
15	0.052	10.2	2312 01
16	0.029	10.65	1267 01
17	0.026	11.67	1152 01
18	0.18	12.54	7935 01
19	0.755	15.35	33293 02
20	0.154	15.36	6792 03
21	0.048	15.69	2107 01
22	0.051	18.76	2228 01
23	0.065	20.2	2884 01
24	0.101	20.92	4442 01
25	0.055	22.13	2431 01
26	0.057	23.01	2535 01
27	0.093	23.59	4108 01
28	0.027	29.14	1193 01
TOTAL	100.		4409121

999 999 1000 999 1000 1000 1000 PT=100

CHANNEL A INJECT 06/06/90 11:46:22



06/06/90 11:46:22 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	1.866	1.97	28137	02
2	0.239	2.3	3598	03
3	77.788	4.32	1173172	02
4	19.097	4.39	288020	03
5	0.326	5.69	4916	01
6	0.684	15.21	10315	01
TOTAL	100.		1508158	

chroma 3, huile d'orange
5x concentrée

T° Colonne : 60 ^{150°C} / 2°C/min

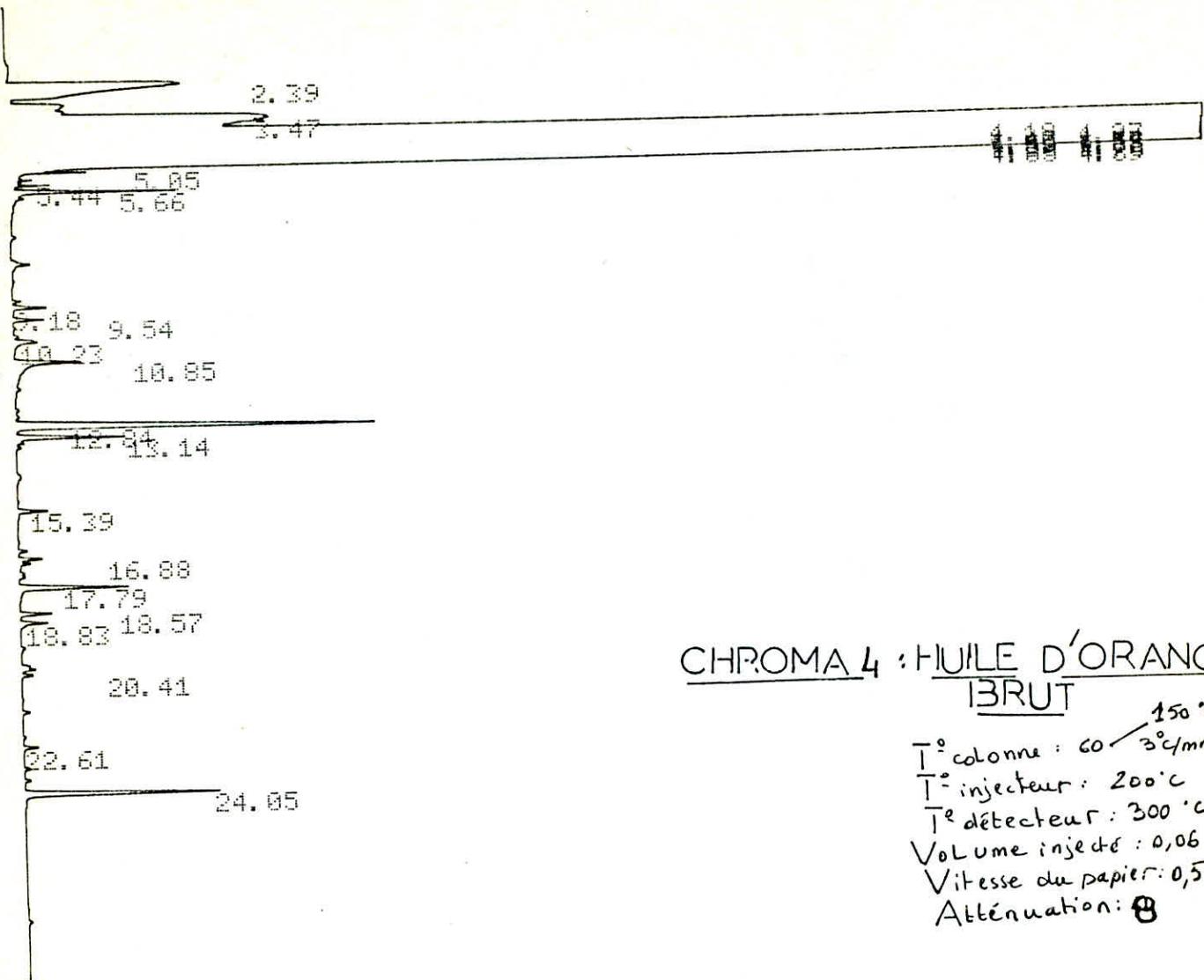
T° injecteur : 200°C

T° détecteur : 300°C

Volume injecté : 0,06 µL

Vitesse du papier : 0,05 mm/min

Atténuation : 64



CHROMA 4 : HUILE D'ORANGE
BRUT

T° colonne : 60 / 150 °C
 T° injecteur : 200 °C
 T° détecteur : 300 °C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/m
 Atténuation : 8

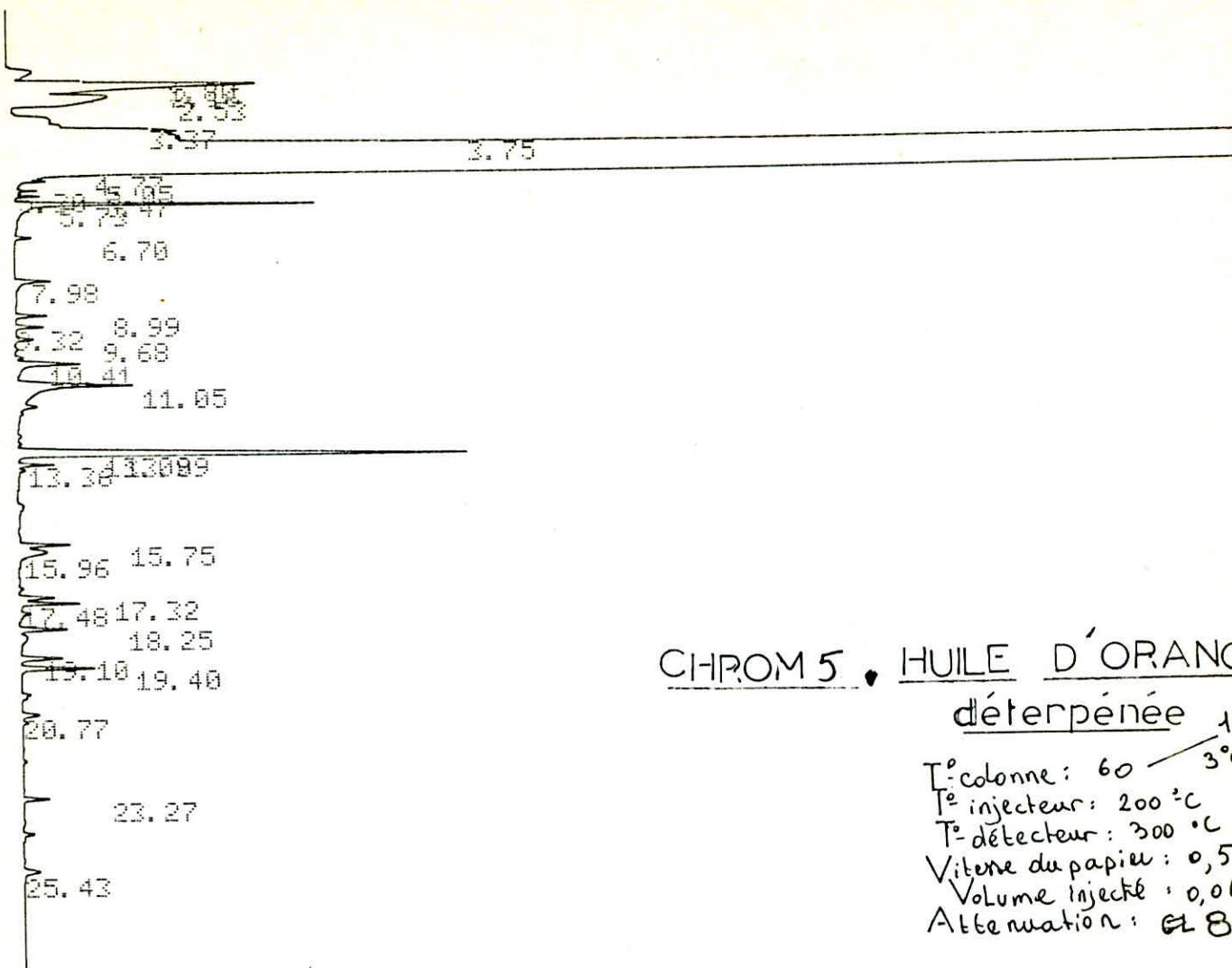
31/05/90 10:45:16

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.477	2.39	30567	01
2	0.855	3.47	54805	02
3	17.699	4.19	1133990	02
4	6.249	4.27	400374	02
5	11.275	4.4	722414	02
6	4.269	4.44	273541	02
7	3.156	4.47	202208	02
8	5.04	4.53	322923	02
9	4.125	4.55	264320	02
10	2.346	4.57	150322	02
11	2.802	4.59	179553	02
12	6.339	4.65	406157	02
13	3.519	4.68	225452	02
14	11.445	4.76	733306	02
15	11.716	4.85	750669	02
16	7.394	4.89	473765	03
17	0.014	5.05	888	01
18	0.014	5.44	913	01
19	0.117	5.66	7503	01
20	0.03	9.18	1899	01
21	0.021	9.54	1318	01
22	0.026	10.23	1689	01
23	0.058	10.85	3745	01
24	0.014	12.84	21152	01

084



CHROM 5 • HUILE D'ORANGE

déterpénée 150

T° colonne: 60 / 3°C/mr
 T° injecteur: 200 °C
 T° détecteur: 300 °C
 Vitese du papier: 0,5 mm
 Volume injecté: 0,06 µl
 Atténuation: 88

31/05/90 12:55:55

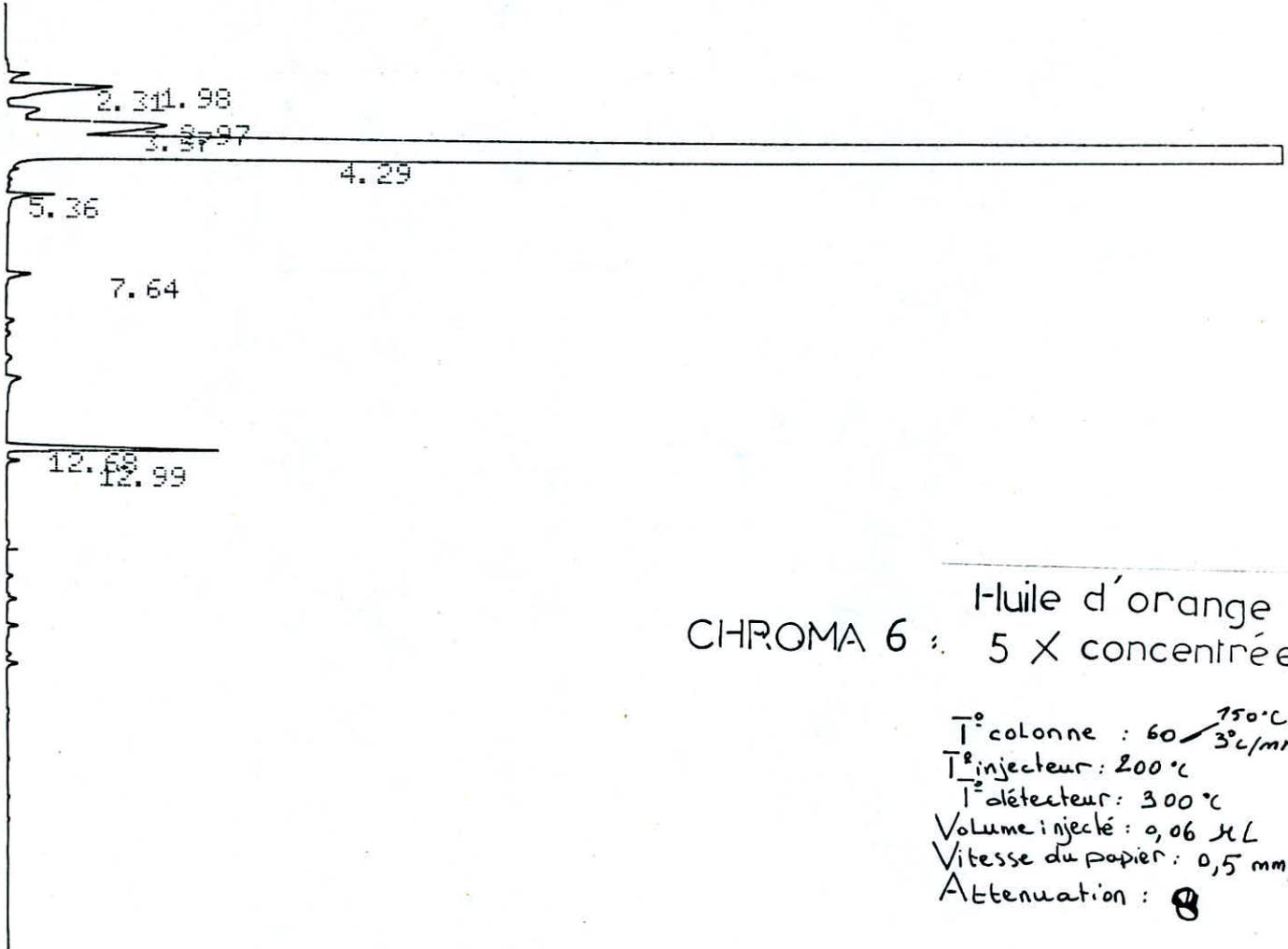
CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.105	1.8	4307	02
2	0.898	2.16	36841	02
3	0.546	2.53	22415	02
4	0.252	3.37	10341	02
5	1.071	3.75	43949	02
6	94.61	4.77	3883563	02
7	0.026	5.05	1060	03
8	0.011	5.3	446	01
9	0.017	5.47	682	01
10	0.329	5.73	13494	01
11	0.021	6.7	846	01
12	0.045	7.98	1846	01
13	0.037	8.99	1513	01
14	0.041	9.32	1669	01
15	0.026	9.68	1086	01
16	0.101	10.41	4161	01
17	0.234	11.05	9599	01
18	0.781	13.09	32051	02
19	0.194	13.09	7969	03
20	0.04	13.36	1645	01
21	0.057	15.75	2350	01
22	0.067	15.96	2736	01
23	0.061	17.32	2509	02
24	0.083	17.48	3423	03
25	0.063	18.25	2572	01
26	0.064	19.1	2636	01

1001 1001 1001PT=100

CHANNEL A INJECT 31/05/90 10:09:24



083

CHROMA 6 : Huile d'orange
5 X concentrée

T° colonne : 60 ^{750°C} / 3°C/mn
 T° injecteur : 200 °C
 T° détecteur : 300 °C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
 Attenuation : 8

31/05/90 10:09:24

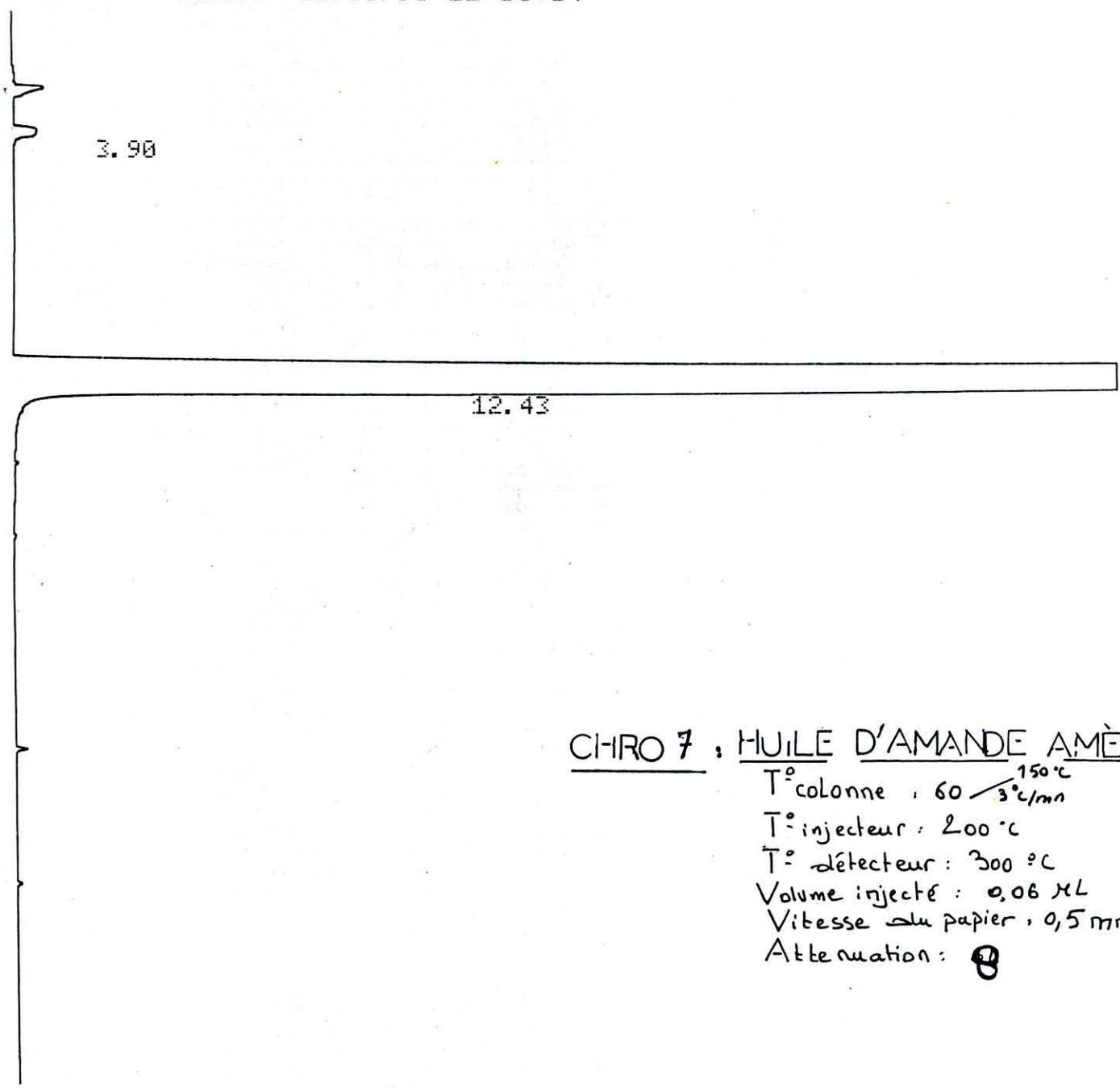
CH= "A" PS= 1.

FILE	METHOD	RUN	INDEX
1.	0.	2	2

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.097	1.98	1855	02
2	0.815	2.31	15530	03
3	0.26	2.97	4957	02
4	1.777	3.37	33872	02
5	96.202	4.29	1833777	03
6	0.091	5.36	1727	01
7	0.069	7.64	1323	01
8	0.653	12.68	12452	01
9	0.036	12.99	678	01
TOTAL	100.		1906171	

1000 1001PT=100

CHANNEL A INJECT 31/05/90 11:36:34



CHRO 7 : HUILE D'AMANDE AMERE

T° colonne : 60 ^{150°C} / 3°C/min
 T° injecteur : 200 °C
 T° détecteur : 300 °C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/min
 Atténuation : 8

31/05/90 11:36:34 CH= "A" PS= 1.

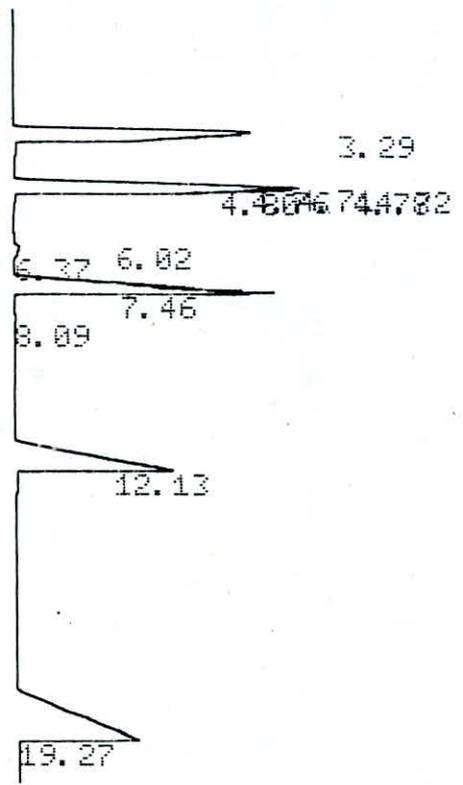
FILE	METHOD	RUN	INDEX
1.	0.	4	4
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.262	3.9	6604 01
2	99.738	12.43	2515072 01
TOTAL	100.		2521676

ANALYSE SUR COLONNE CAPILLAIRE OV 101
EN PROGRAMMATION LINEAIRE DE TEMPERATURE

1001 1001 1001PT EVAL:
 PT= 12.
 1000 1000PT=100

CHANNEL A INJECT 11/06/90 11:31:47

Mélange des n-paraffines
 (C₈, ... C₁₂)



11/06/90 11:31:47 CH= "A" PS= 1.

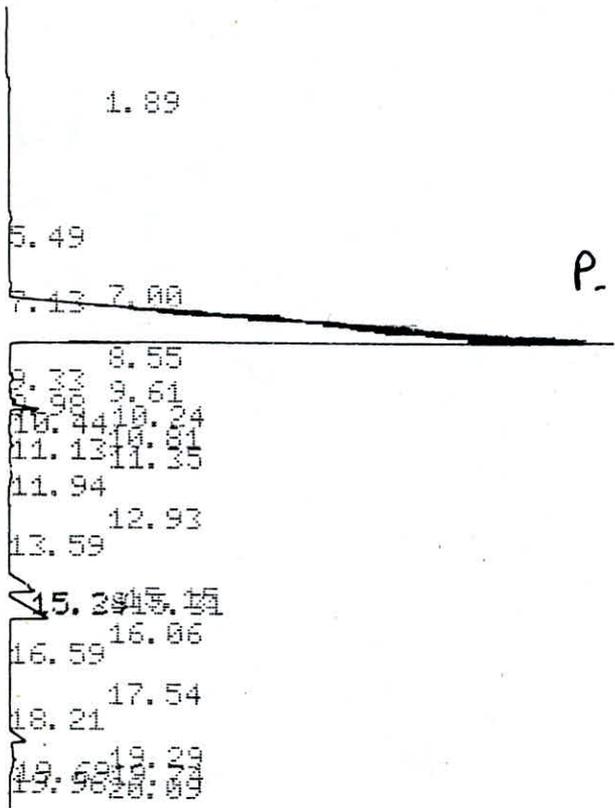
FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	17.403	3.29	314690 01
2	8.479	4.71	153319 02
3	2.695	4.72	48734 02
4	1.544	4.76	27922 02
5	1.616	4.78	29226 02
6	5.67	4.8	102523 03
7	0.171	6.02	3101 02
8	0.45	6.37	8137 03
9	17.499	7.46	316432 01
10	0.083	8.09	1492 01
11	19.447	12.13	351648 01
12	24.943	19.27	451030 01
TOTAL	100.		1808254

150°C
 T° colonne : 80 / 1°C/min
 T° injecteur : 300°C
 T° détecteur : 350°C
 Volume injecté : 0.06 µL
 Vitesse du papier : 0.5 mm/min
 Atténuation : 64.

1002 1002 1002PT EVAL:
PT= 27.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 16:16:25



P. cymène

11/06/90 16:16:25 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 23 INDEX 23

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.357	1.89	6853	01
2	0.233	5.49	4469	01
3	0.12	7.	2305	02
4	0.124	7.13	2391	02
5	89.98	8.55	1728999	03
6	0.018	9.33	352	01
7	0.186	9.61	3567	02
8	0.056	9.98	1088	03
9	0.242	10.24	4651	02
10	0.736	10.44	14134	03
11	0.065	10.81	1256	01
12	0.077	11.13	1489	02
13	0.067	11.35	1294	03
14	0.047	11.94	900	01
15	0.094	12.93	1799	01
16	0.035	13.59	674	01
17	0.793	15.15	15232	02
18	0.885	15.29	16999	02
19	0.233	15.31	4482	02
20	0.181	15.34	3470	03
21	3.671	16.06	70535	01
22	0.018	16.59	355	01
23	0.03	17.54	583	01
24	0.064	18.21	1222	01
25	0.987	19.29	18957	02
26	0.321	19.69	6166	02
27	0.267	19.74	5130	02
28	0.074	19.96	1429	02
29	0.04	20.09	771	03

T_{colonne}: 80 / 150°C
 T_{injecteur}: 300°C
 T_{détecteur}: 350°C
 Volume injecté: 0,06 µL
 Vitesse du papier: 0,5 mm/min
 Atténuation: 64.

TOTAL 100 1004544

T= 12.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 16:01:42

.19
 2.07
 3.14 2.74
 3.88 3.57
 5.88
 6.74

α - phellandrine

8.10 8.28⁸³
 8.97 9.24
 9.49

11/06/90 16:01:42 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 22 INDEX 22

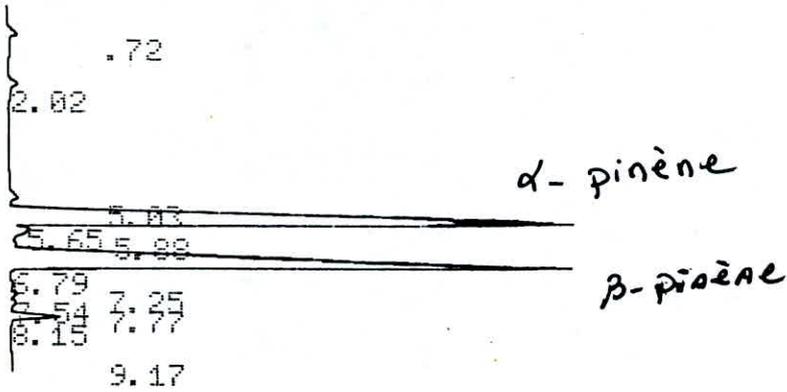
EAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.03	0.19	505	01
2	1.497	2.07	25437	02
3	0.742	2.74	12613	02
4	0.037	3.14	630	03
5	0.213	3.88	3617	03
6	0.579	5.88	9828	02
7	0.86	6.74	14615	02
8	93.015	7.83	1580140	02
9	2.239	8.1	38034	02
10	0.334	8.28	5671	02
11	0.093	8.97	1576	02
12	0.239	9.24	4062	02
13	0.122	9.49	2074	03
TOTAL	100.		1698802	

Tubonne : 80 / 1.4 / mn ^{150°C}
Tinjecteur : 300°C
Tdétecteur : 350°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm / mn
Attenuation : 64

189

RT= 64
 1000 1000 1000PT EVAL:
 *T= 12.
 1000 1000PT=100

CHANNEL A INJECT 11/06/90 15:01:03



11/06/90 15:01:03 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 19 INDEX 19

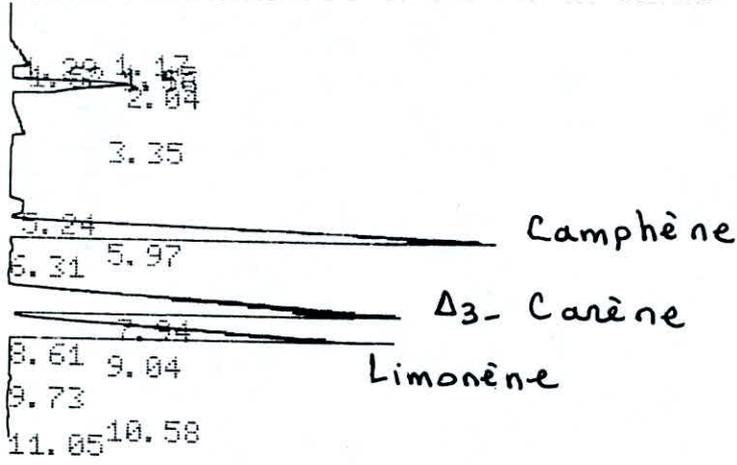
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.596	0.72	10103	01
2	0.672	2.02	11395	01
3	0.545	5.03	9233	02
4	48.271	5.65	818017	02
5	1.066	5.88	18069	02
6	46.037	6.79	780162	02
7	0.141	7.25	2386	02
8	0.317	7.54	5379	02
9	0.288	7.77	4880	02
10	1.964	8.15	33286	03
11	0.102	9.17	1737	01

TOTAL 100. 1694647

150°C
 Tcolonne: 80 / 1
 Tinjecteur: 300°C
 Tdétecteur: 350°C
 Volume injecté: 0.06 µL
 Atténuation: 64.

996 995 996 997 998 999 1000 1000 1000PT EVAL:
 *T= 14.
 1001 1002 1001 1001PT EVAL:
 *T= 41.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 15:19:08



11/06/90 15:19:08 CH= "A" PS= 1.

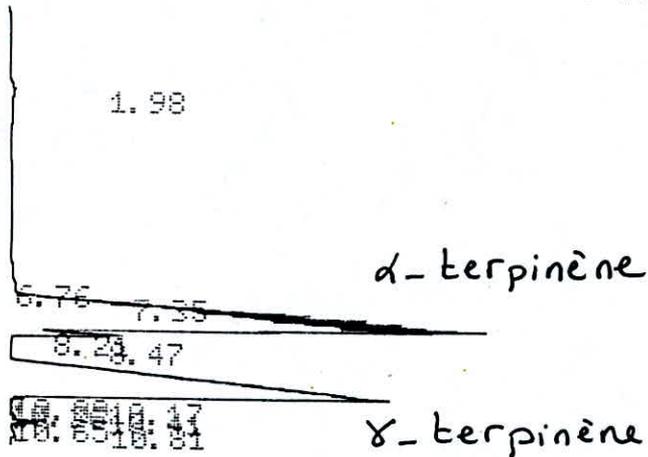
FILE 1.	METHOD 0.	RUN 20	INDEX 20
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.234	1.17	5341 02
2	0.221	1.29	5036 02
3	0.482	1.45	10979 02
4	0.226	1.52	5151 02
5	0.317	1.56	7237 03
6	6.417	2.04	146306 01
7	1.674	3.35	38167 01
8	1.268	5.24	28913 02
9	32.118	5.97	732232 02
10	0.223	6.31	5089 03
11	33.627	7.94	766633 02
12	22.918	8.61	522483 03
13	0.014	9.04	318 01
14	0.193	9.73	4394 01
15	0.039	10.58	883 01
16	0.028	11.05	636 01

150°C
 T colonne : 80 / 1/4 mn
 T injecteur : 300°C
 T détecteur : 350°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Attenuation : 64

107

1000 999 999 1000 1000 1000 1000 1000 PT EVAL:
PT= 66.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 15:33:59



11/06/90 15:33:59 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 21 INDEX 21

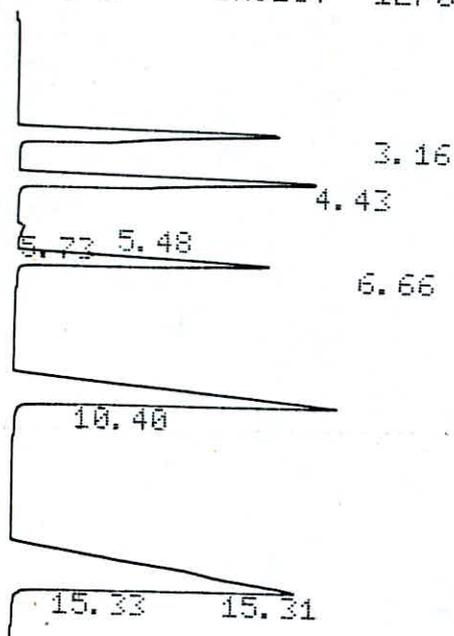
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.19	1.98	4137	01
2	0.224	6.76	4885	02
3	0.296	7.35	6459	02
4	51.912	8.21	1132671	02
5	1.578	8.47	34435	03
6	45.29	10.09	988174	02
7	0.107	10.17	2340	02
8	0.036	10.26	781	03
9	0.025	10.41	541	01
10	0.084	10.65	1827	02
11	0.259	10.81	5648	03

TOTAL 100. 2181898

150°C
Tubonne : 80 / 12 / mn
Tinjecteur : 300°C
Tdetecteur : 350°C
Volume injecté : 0,06 µl
Attenuation : 64

998 998PT EVAL:
PT= 148.

CHANNEL A INJECT 12/04/90 15:27:25



Melange des n-paraffines
(C₈...C₁₂)

155

12/04/90 15:27:25 CH= "A" PS= 1.

FILE	METHOD	RUN	INDEX
1.	0.	2	2

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	12.677	3.16	358770	01
2	14.406	4.43	407706	01
3	0.078	5.48	2194	02
4	0.338	5.73	9563	03
5	11.499	6.66	325423	01
6	26.133	10.4	739572	01
7	33.23	15.31	940431	02
8	1.64	15.33	46422	03

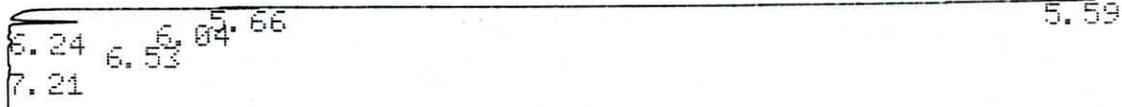
TOTAL 100. 2830081

150°C
T_{colonne} : 80 / 2°C/mn
T_{injecteur} : 300°C
T_{détecteur} : 350°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Attenuation : 64

998 998 998 998 998 999 999 1002 1009 1010 1006 1010
 1017 1027 1022 1012 999 999PT EVAL:
 PT= 107.

CHANNEL A INJECT 12/04/90 15:13:59

α-pinène



12/04/90 15:13:59 CH= "A" PS= 1.

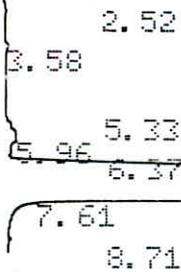
FILE 1. METHOD 0. RUN 1 INDEX 1

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	96.777	5.59	2611018 02
2	2.227	5.66	60082 03
3	0.753	6.04	20323 01
4	0.026	6.24	699 01
5	0.109	6.53	2943 01
6	0.108	7.21	2902 01

TOTAL 100. 2697967

1000 999 1000PT EVAL:
 PT= 25.

CHANNEL A INJECT 12/04/90 16:49:14



Δ³-Carène

12/04/90 16:49:14 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

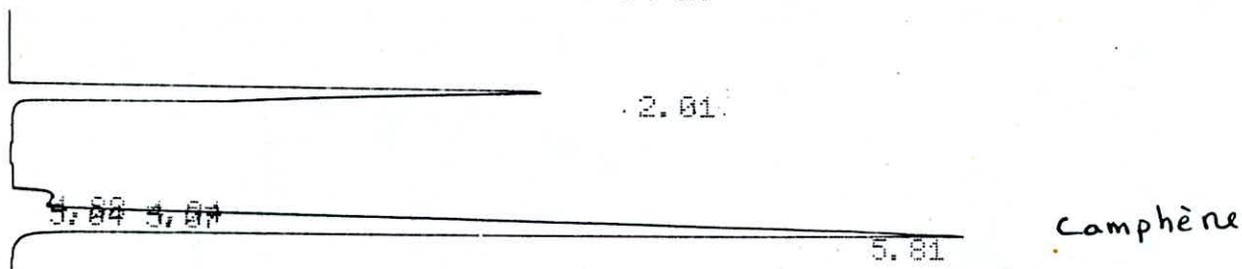
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.106	2.52	3506 01
2	0.117	3.58	3884 01
3	0.055	5.33	1829 02
4	0.909	5.96	30072 02
5	0.16	6.37	5275 02
6	98.615	7.61	3261198 08
7	0.037	8.71	1231 05

TOTAL 100. 3306995

T-colonne : 80 / 22 / mn ^{150°C}
T-injecteur : 300°C
T-détecteur : 350°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm / mn
Atténuation : 64

999PT EVAL:
PT= 16.

CHANNEL A INJECT 12/04/90 16:24:26



12/04/90 16:24:26 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	27.743	2.01	794248	01
2	0.968	4.88	27716	02
3	0.892	4.94	25533	02
4	0.177	5.04	5067	02
5	0.604	5.07	17301	02
6	69.616	5.81	1993038	03

TOTAL 100. 2862903

1000 1000PT EVAL:
PT= 43.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 14:48:55



11/06/90 14:48:55 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 18 INDEX 18

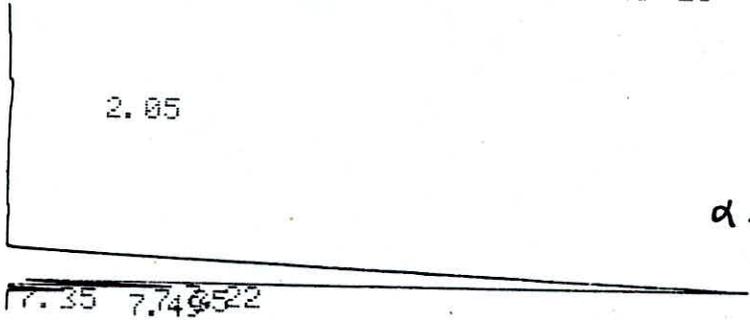
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	5.769	5.11	144806	02
2	89.787	6.52	2253811	02
3	0.063	6.76	1589	02
4	0.517	6.97	12969	02
5	0.29	7.13	7268	02
6	2.136	7.45	53622	02
7	1.412	7.48	35433	03
8	0.027	8.17	680	01

TOTAL 100. 2510178

150°C
 $T^{\circ}\text{colonne: } 80 / 2^{\circ}\text{C/mn}$
 $T^{\circ}\text{injecteur: } 300^{\circ}\text{C}$
 $T^{\circ}\text{détecteur: } 350^{\circ}\text{C}$
 $\text{Volume injecté: } 0,06\text{ mL}$
 $\text{Vitesse du papier: } 0,5\text{ mm/mn}$
 $\text{Atténuation: } 64$

JT= 64
 1010 1013 1013 1010 1006 1004 1002 1001 1000 999 998 999
 998 999 999 999 999 999 PT EVAL:
 T= 12.
 999 999PT=100

HANNEL A INJECT 11/06/90 13:49:16



α -Phellandrène

133

11/06/90 13:49:16 CH= "A" PS= 1.

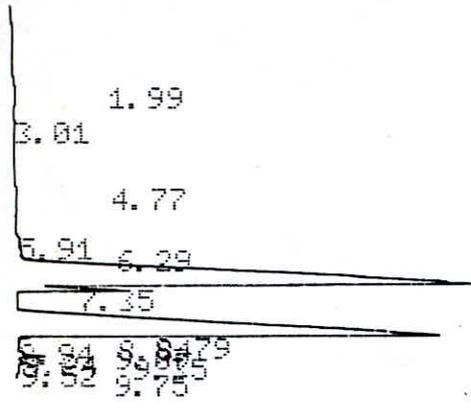
FILE 1.	METHOD 0.	RUN 14	INDEX 14
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.316	2.05	5255 01
2	95.649	7.22	1591973 02
3	2.576	7.35	42881 02
4	0.593	7.35	9862 02
5	0.866	7.49	14415 03
TOTAL	100.		1664386

T° colonne : 80 / 150
 T° injecteur : 300°C
 T° détecteur : 350°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/min

999 999PT EVAL:

PT= 37.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 14:16:28



α -terpinène

γ -terpinène

11/06/90 14:16:28 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 16 INDEX 16

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.193	1.99	3522	01
2	0.044	3.01	803	01
3	0.029	4.77	524	01
4	0.057	5.91	1033	02
5	0.429	6.29	7818	02
6	53.447	7.35	973042	03
7	30.992	8.68	564226	02
8	13.715	8.79	249693	02
9	0.114	8.84	2083	03
10	0.029	8.94	520	01
11	0.05	9.07	917	02
12	0.141	9.24	2573	02
13	0.505	9.35	9185	02
14	0.239	9.52	4346	03
15	0.015	9.75	279	01

TOTAL 100. 1820564

T° colonne : 80 / 150 $^{\circ}$ C / mn
 T° injecteur : 300 $^{\circ}$ C
 T° détecteur : 350 $^{\circ}$ C
 Volume injecté : 0,06 μ L
 Vitesse du papier : 0,05 mm / mn
 Attenuation : 64.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 14:02:17

2.24 2.02
3.46 2.93
5.33
5.98 6.58

Limonène

0.000 0.000
0.000 0.000
0.000 0.000

11/06/90 14:02:17

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 15 INDEX 15

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.051	2.02	954	02
2	0.117	2.24	2180	03
3	0.014	2.93	268	01
4	0.021	3.46	387	01
5	0.25	5.33	4656	01
6	0.068	5.98	1266	01
7	0.07	6.58	1298	02
8	99.173	8.01	1850081	02
9	0.096	8.2	1790	02
10	0.071	8.41	1328	02
11	0.035	8.43	652	03
12	0.008	8.79	145	01
13	0.01	9.04	194	01
14	0.005	9.21	87	01
15	0.012	9.45	229	01

TOTAL 100. 1865515

T° colonne : 80 ¹⁵⁰ 2°/mn
T° injecteur : 300°C
T° détecteur : 350°C
Volume injecté : 0,06µl
Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
Atténuation : 64

999 999PT EVAL:
 PT= 16.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 14:30:16

0.70 .21
 1.25
 2.03 2.30
 5.14
 6.60 6.10
 7.70
 8.41
 8.09 8.79
 9.78 9.38
 10.69 10.37
 10.69 10.93
 11.57
 12.58 12.02
 13.25 13.03
 14.07 13.78

P. cymène

11/06/90 14:30:16 CH= "A" PS= 1.

105

FILE 1. METHOD 0. RUN 17 INDEX 17

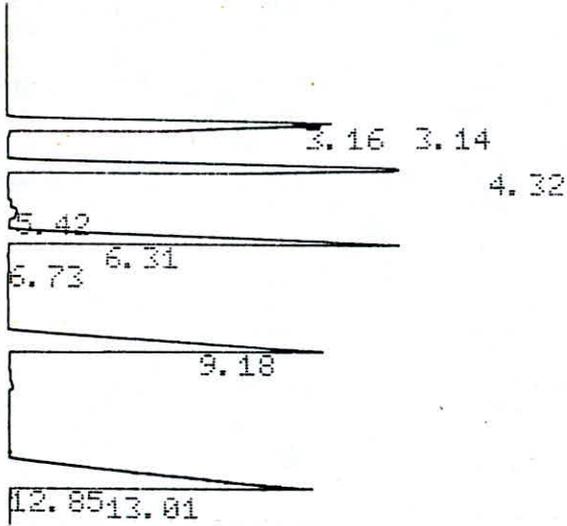
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.015	0.21	313	01
2	0.018	0.7	368	01
3	0.032	1.25	666	01
4	0.3	2.03	6224	02
5	0.002	2.3	47	03
6	0.078	5.14	1622	01
7	0.057	6.1	1192	02
8	0.072	6.6	1505	02
9	89.463	7.7	1858664	02
10	0.22	8.41	4568	02
11	0.054	8.79	1122	02
12	1.046	9.09	21728	02
13	0.218	9.38	4536	02
14	0.977	9.78	20306	02
15	0.074	10.37	1528	02
16	0.033	10.69	693	02
17	0.128	10.93	2657	02
18	0.6	11.57	12461	02
19	0.096	12.02	2001	02
20	2.465	12.58	51218	02
21	3.638	13.03	75576	02
22	0.076	13.25	1575	02
23	0.325	13.78	6754	02
24	0.012	14.07	246	03

150°C
 T° colonne : 80 / 2°C/mn
 T° injecteur : 300°C
 T° détecteur : 350°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/m.
 Atténuation : 64

TOTAL 100. 2077570

1000 1000PT EVAL:
RT= 12.
1000 1000PT=100

CHANNEL A INJECT 11/06/90 11:12:56



: Mélange des n-paraffines
(C₈, ..., C₁₂)

11/06/90 11:12:56 CH= "A" PS= 1.

127

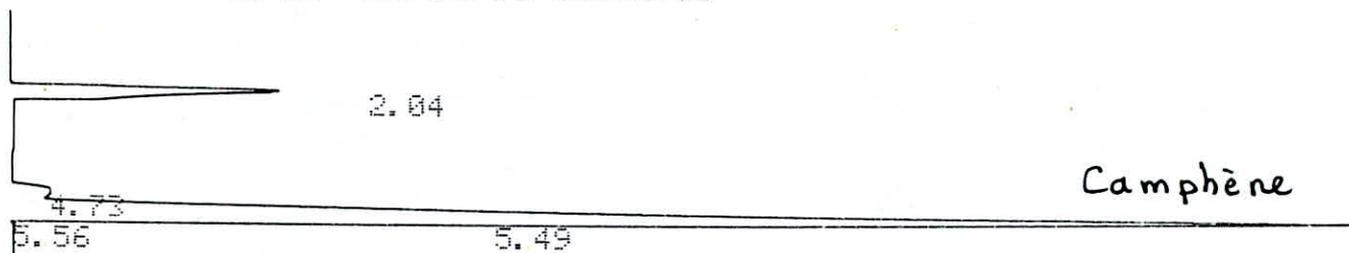
FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3

EAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	5.512	3.14	131169	02
2	11.012	3.16	262020	03
3	19.628	4.32	467043	01
4	0.607	5.42	14444	02
5	17.544	6.31	417454	03
6	0.058	6.73	1376	01
7	19.935	9.18	474366	01
8	25.69	12.85	611285	01
9	0.015	13.01	347	01
TOTAL	100.		2379504	

T° colonne : 80 / 150°C
3°C/min
T° injecteur : 300°C
T° détecteur : 350°C
Volume injecté : 0,06 µL
Vitesse du papier : 0,5 mm/min
Atténuation : 64

RT= 64
 1000 1000 1000PT EVAL:
 PT= 12.
 1000 1000PT=100

CHANNEL A INJECT 11/06/90 11:56:05



11/06/90 11:56:05 CH= "A" PS= 1.

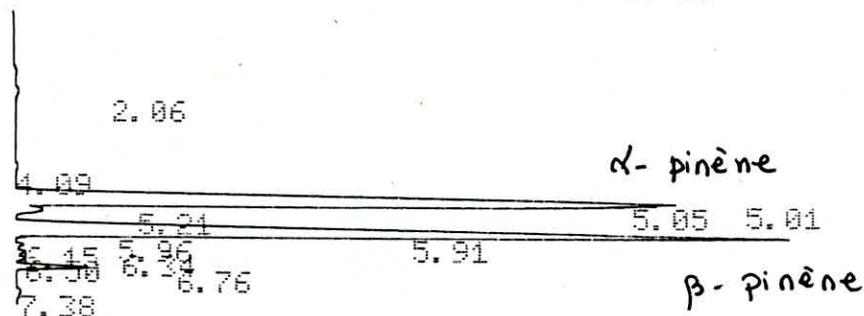
FILE 1. METHOD 0. RUN 5 INDEX 5

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	14.032	2.04	345665	01
2	2.654	4.73	65369	02
3	83.281	5.49	2051497	02
4	0.033	5.56	825	03

TOTAL 100. 2463356

1001 1001 1001 PT=100

CHANNEL A INJECT 11/06/90 12:06:13



11/06/90 12:06:13 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

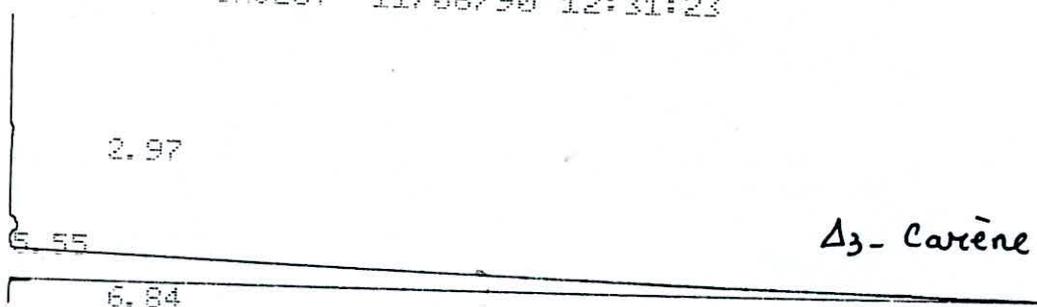
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.281	2.06	5229	01
2	0.155	4.09	2887	01
3	34.728	5.01	647264	02
4	14.033	5.05	261555	02
5	1.382	5.21	25753	03
6	46.384	5.91	864506	02
7	0.075	5.96	1399	03
8	0.19	6.15	3545	01
9	0.266	6.34	4957	02
10	0.287	6.5	5352	02
11	2.016	6.76	37574	03
12	0.203	7.38	3792	01

TOTAL 100. 1863813

150°C
 T colonne: 80 / 3µm
 T injecteur: 300°C
 T détecteur: 350°C
 Volume injecté: 0,06µL
 Atténuation: 64

1001 1001 1001 PT=100

CHANNEL A INJECT 11/06/90 12:31:23



11/06/90 12:31:23 CH="A" PS= 1.

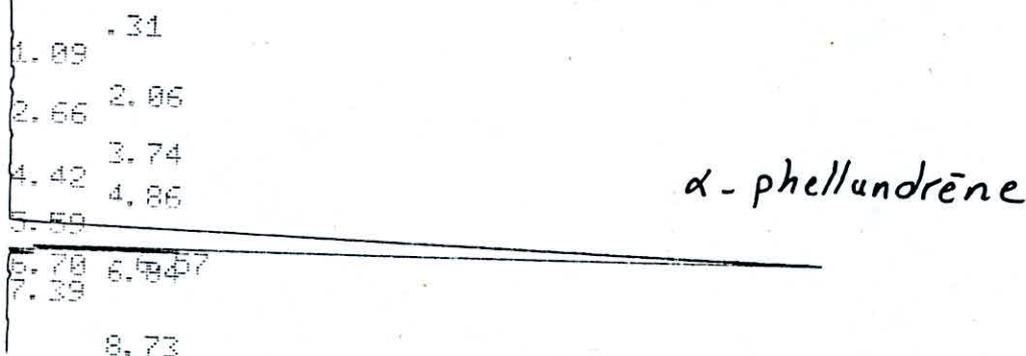
FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.145	2.97	3172	01
2	0.596	5.55	13067	01
3	99.259	6.84	2176510	01

TOTAL 100. 2192749

999 999PT EVAL:
PT= 49.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 12:43:06



11/06/90 12:43:06 CH="A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 9 INDEX 9

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.091	0.31	1358	01
2	0.139	1.09	2073	01
3	0.322	2.06	4785	01
4	0.106	2.66	1582	01
5	0.129	3.74	1916	01
6	0.106	4.42	1572	01
7	0.101	4.86	1501	01
8	0.207	5.59	3073	02
9	95.309	6.57	1416312	02
10	2.778	6.7	41278	02
11	0.355	6.84	5282	03
12	0.142	7.39	2116	01
13	0.214	8.73	3180	01

TOTAL 100. 1486028

150°C
 Tcolonne : 80 / 3°C/min
 Tinjecteur : 300°C
 Tdétecteur : 350°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Attenuation : 64.

1012 1012 1012 1009 1007 1005 1002 998 997 996 997 998
 999 1000 1000 1001 1001 1001PT EVAL:
 RT= 56.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 12:18:01

0.09 0.09
 1.03
 2.36
 3.33 3.52
 4.41 4.55
 5.65

Limonène

7.37
 8.18
 9.06 8.85

11/06/90 12:18:01 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 7 INDEX 7

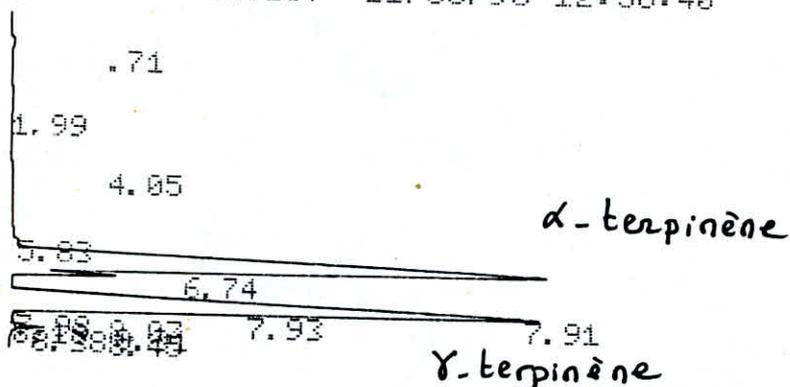
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.02	0.06	502	02
2	0.032	0.09	793	02
3	0.296	0.19	7425	03
4	1.532	1.03	38431	01
5	0.076	2.36	1905	01
6	0.432	3.33	10844	02
7	1.077	3.52	27011	03
8	1.292	4.41	32421	02
9	0.491	4.55	12332	03
10	0.181	5.65	4538	01
11	94.291	7.37	2365854	01
12	0.191	8.18	4799	01
13	0.035	8.85	880	02
14	0.054	9.06	1352	03

TOTAL 100. 2509087

150°C
 T colonne : 80 / 3/4 mn
 T injecteur : 300°C
 T détecteur : 350°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Atténuation : 64.

1000 1000PT EVAL:
PT= 59.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 12:56:40



11/06/90 12:56:40 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

EAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.235	0.71	4397	01
2	0.21	1.99	3935	01
3	0.088	4.05	1640	01
4	0.213	5.83	3993	02
5	53.196	6.74	994946	03
6	40.179	7.91	751485	02
7	4.998	7.93	93481	02
8	0.111	7.98	2068	03
9	0.028	8.07	529	01
10	0.023	8.18	426	01
11	0.13	8.31	2425	02
12	0.517	8.38	9676	02
13	0.071	8.45	1331	03

TOTAL 100. 1870332

150°C
Tcdonne : 80 / 30/min
Tinjecteur : 300°C
Tdetecteur : 350°C
Volume injecté : 0,06 μL
Attenuation : 64

999 999PT EVAL:
PT= 24.

CHANNEL A INJECT 11/06/90 13:09:34

0.21
1.92
3.85
4.82
5.67

P. cymène

7.54
7.91
8.13
8.17
8.37
8.58
8.76
8.98
9.01
9.62

11/06/90 13:09:34 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 11 INDEX 11

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.072	0.21	1272	01
2	0.361	1.92	6407	01
3	0.032	3.85	562	01
4	0.07	4.82	1241	02
5	0.163	5.67	2884	02
6	97.132	7.	1723714	02
7	0.477	7.54	8460	02
8	0.047	7.91	840	02
9	0.58	8.13	10284	02
10	0.439	8.17	7784	02
11	0.064	8.37	1142	02
12	0.151	8.58	2680	02
13	0.034	8.76	602	02
14	0.144	8.98	2563	02
15	0.086	9.01	1530	02
16	0.149	9.62	2636	03

TOTAL 100. 1774601

150°C
T colonne : 80/3°C/min
T injecteur : 300°C
T détecteur : 350°C
Volume injecté : 0,06 µL
Attenuation : 64

AT= 32

999

999

999PT EVAL:

PT= 16.

CHANNEL A

INJECT 11/06/90 17:14:01

3.01

4.04 5.04

5.04 5.04

6.51

7.21 7.42

8.53 8.74

9.09 9.30

9.09 9.30

10.08 10.69

11.01 11.72

12.70 13.22

13.61 14.13

14.05 14.43

14.90 15.59

19.05

19.08 19.52

20.71 20.11

20.71 21.08

22.28

23.56 23.06

24.63 24.13

25.57

27.09

Chroma 8 : huile d'orange brut.

T° colonne : 80 / 170 °C
3°C/mn

T° injecteur : 300°C

T° détecteur : 350°C

Volume injecté : 0,06 µL

Vitesse du papier : 0,5 mm/mn

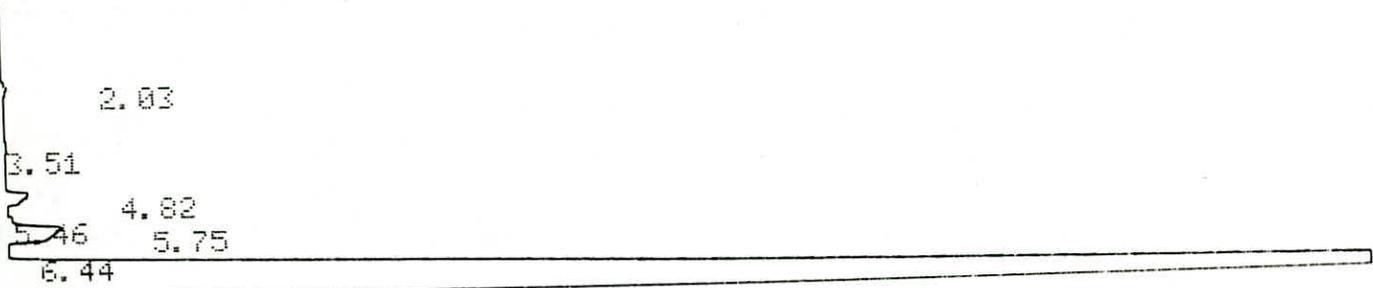
Atténuation : 64.

PERK# HREN# RT HREN BC

PERK#	HREN#	RT	HREN BC
1	0.032	3.01	797 01
2	0.24	4.84	6035 02
3	0.09	4.9	2269 02
4	0.138	4.96	3476 02
5	0.083	5.04	2082 03
6	0.139	5.6	3483 02
7	0.894	5.76	22468 02
8	0.504	5.85	12676 02
9	0.264	5.95	6628 02
10	0.264	5.98	6639 02
11	0.193	6.05	4849 03
12	0.226	6.51	5684 02
13	95.004	7.47	2388763 03
14	0.13	7.71	3273 02
15	0.005	7.79	130 03
16	0.007	8.2	185 01
17	0.042	8.34	1059 02
18	0.527	8.53	13252 03
19	0.018	9.09	445 01
20	0.046	9.48	1154 02
21	0.027	9.6	672 03
22	0.03	9.89	761 01
23	0.011	10.69	286 01
24	0.017	10.98	426 01
25	0.152	11.38	3819 02
26	0.016	11.54	409 02
27	0.188	11.73	4718 03
28	0.007	12.01	166 01
29	0.032	12.28	800 01
30	0.036	12.7	894 01
31	0.061	12.92	1526 01
32	0.009	13.61	235 01
33	0.051	13.93	1280 02
34	0.013	14.05	339 03
35	0.025	14.43	619 01
36	0.029	14.9	738 01
37	0.005	15.59	129 01
38	0.093	19.05	2338 01
39	0.021	19.52	537 02
40	0.017	19.68	428 03
41	0.018	20.11	441 01
42	0.01	20.71	239 01
43	0.014	21.08	348 01
44	0.033	22.28	840 02
45	0.107	23.06	2699 02
46	0.046	23.56	1167 03
47	0.01	24.13	257 01
48	0.014	24.63	361 01
49	0.052	25.57	1388 01
50	0.01	27.09	250 01

100. 2514377

078L



RT	Area
2.03	1889
3.51	1330
4.82	15625
5.46	2585
5.75	52884
6.44	1799
7.53	2896822
7.75	2305
7.9	470
8.13	89
8.24	377
8.24	303
8.38	1066
8.46	3332

Chroma g : huile d'orange
 déterpénée
 T° colonne : 80 ¹⁷⁰/₃₀ °C/mn
 T° injecteur : 300°C
 T° détecteur : 350°C
 Volume injecté : 0,06 µL
 Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
 Atténuation : 32

11/06/90 17:48:51 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 26 INDEX 26

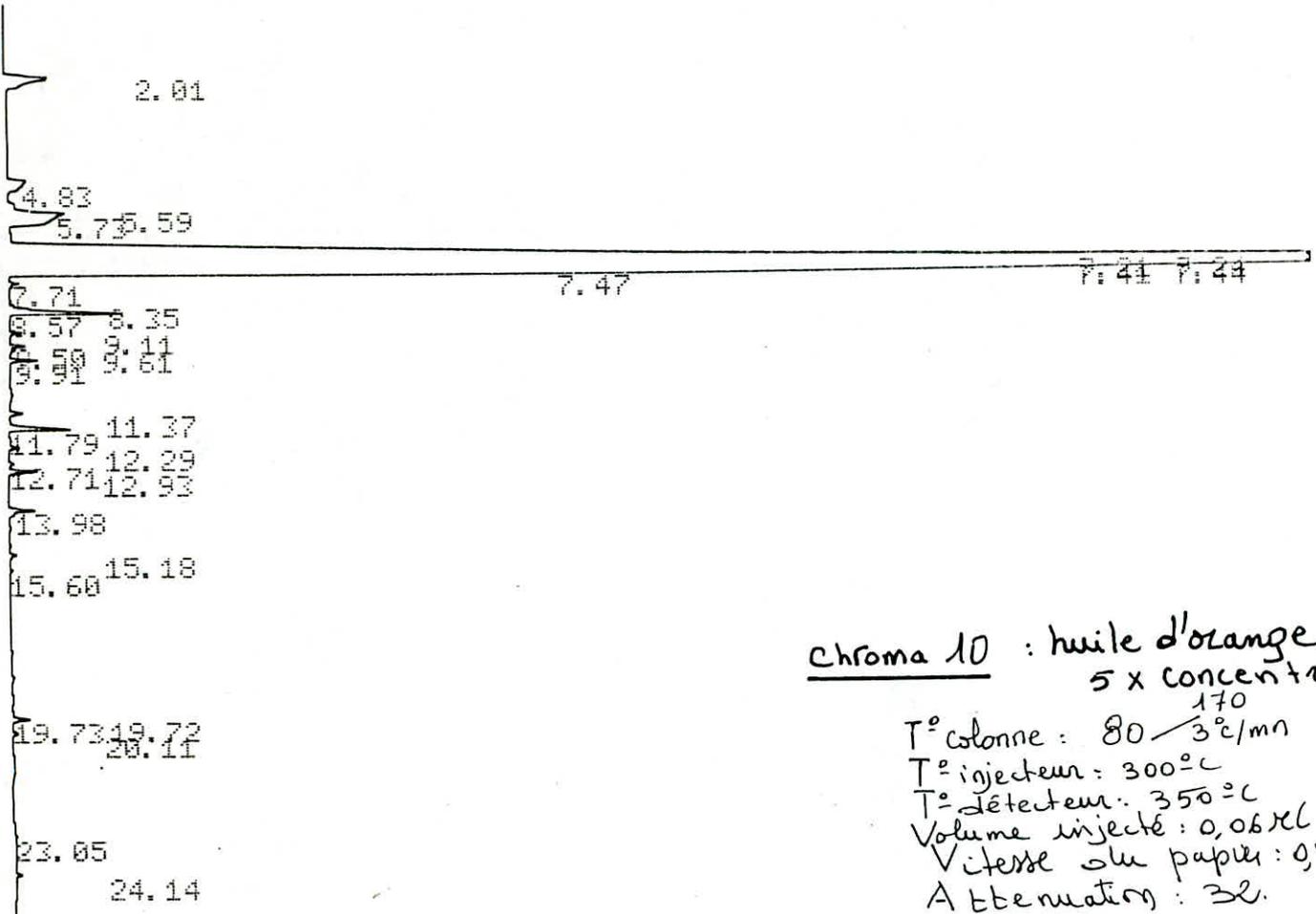
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.061	2.03	1889	01
2	0.043	3.51	1330	01
3	0.503	4.82	15625	02
4	0.083	5.46	2585	02
5	2.026	5.75	52884	02
6	0.058	6.44	1799	02
7	93.325	7.53	2896822	02
8	0.074	7.75	2305	02
9	0.015	7.9	470	03
10	0.003	8.13	89	02
11	0.012	8.24	377	02
12	0.01	8.24	303	02
13	0.034	8.38	1066	02
14	0.107	8.46	3332	02

TOTAL

100.

3104013

15	0.97	8.62	30113 03
16	0.004	8.79	119 02
17	0.004	8.86	138 02
18	0.007	8.94	206 02
19	0.052	9.13	1611 03
20	0.093	9.51	2895 02
21	0.033	9.63	1015 03
22	0.007	9.83	217 02
23	0.053	9.91	1630 03
24	0.011	10.22	327 01
25	0.004	10.45	112 01
26	0.012	10.69	381 01
27	0.007	10.86	223 01
28	0.002	10.98	55 01
29	0.008	11.22	255 02
30	0.105	11.39	3245 02
31	0.015	11.56	468 02
32	0.569	11.82	17668 03
33	0.021	12.03	655 02
34	0.009	12.12	275 02
35	0.068	12.3	2126 03
36	0.002	12.52	76 01
37	0.057	12.73	1767 02
38	0.194	12.94	6013 03
39	0.026	13.63	792 01
40	0.006	13.84	176 02
41	0.181	13.99	5633 02
42	0.022	14.07	669 03
43	0.02	14.42	606 01
44	0.013	14.91	390 01
45	0.003	15.25	82 01
46	0.015	15.59	456 01
47	0.006	15.79	175 01
48	0.004	16.54	115 01
49	0.003	17.07	79 01
50	0.174	17.51	5403 02
51	0.005	17.81	157 03
52	0.022	18.54	672 01
53	0.019	19.06	592 02
54	0.034	19.21	1048 03
55	0.27	19.72	8367 02
56	0.025	20.1	761 03
57	0.011	20.72	352 01
58	0.02	21.1	624 01
59	0.029	21.9	903 01
60	0.013	22.82	414 02
61	0.006	23.05	181 03
62	0.02	23.56	618 01
63	0.004	23.94	112 02
64	0.004	23.98	126 03
65	0.025	24.14	774 01
66	0.017	24.63	522 01
67	0.062	25.17	1912 02
68	0.039	25.21	1208 02
69	0.072	25.45	2240 03
70	0.094	26.19	2926 01
71	0.051	27.87	1575 02
72	0.029	28.41	887 03



145

Chroma 10 : huile d'orange
5 x concentrée

T° colonne : 80 ¹⁷⁰ / 3°C/min
 T° injecteur : 300°C
 T° détecteur : 350°C
 Volume injecté : 0,06 µl
 Vitesse sur papier : 0,5 mm/min
 Atténuation : 32.

11/06/90 18:26:34

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 27 INDEX 27

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.56	2.01	14128	01
2	0.467	4.83	11791	01
3	0.118	5.59	2981	02
4	2.041	5.73	51526	03
5	47.796	7.21	1206518	02
6	3.866	7.24	97586	02
7	29.308	7.41	739829	02
8	5.701	7.44	143908	02
9	6.918	7.47	174641	03
10	0.05	7.71	1261	01
11	0.024	8.35	606	02
12	1.194	8.57	30148	03
13	0.066	9.11	1671	01
14	0.11	9.5	2789	02
15	0.033	9.61	833	03
16	0.183	9.91	4609	01
17	0.097	11.37	2437	01
18	0.604	11.79	15259	01
19	0.064	12.29	1616	01
20	0.051	12.71	1290	02
21	0.255	12.93	6429	03
22	0.172	13.98	4349	01
23	0.049	15.18	1234	01
24	0.023	15.6	573	01
25	0.092	19.72	2319	02
26	0.045	19.73	1139	03
27	0.041	20.11	1033	01
28	0.026	23.05	663	01

