

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

7/89

وزارة التعليم العالي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

## ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Genie Chimique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

## PROJET DE FIN D'ETUDES

### SUJET

CONTRIBUTION A L'ETUDE  
ANALYTIQUE PAR MESURE DE  
GRANDEURS DE RETENTION DE  
CERTAINS AROMES ALIMENTAIRES  
MENTHE ET MANDARINE

Proposé par :

Pr. R. BELABBES

Etudiée par :

Melle F. BOUCHAL

Dirigé par :

Pr. R. BELABBES

PROMOTION : JUIN 1989

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

## ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Genie Chimique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
المكتبة — BIBLIOTHEQUE  
Ecole Nationale Polytechnique

## PROJET DE FIN D'ETUDES

### SUJET

CONTRIBUTION A L'ETUDE  
ANALYTIQUE PAR MESURE DE  
GRANDEURS DE RETENTION DE  
CERTAINS AROMES ALIMENTAIRES  
MENTHE ET MANDARINE

Proposé par :

Pr. R. BELABBES

Etudiée par :

Melle F. BOUCHAL

Dirigé par :

Pr. R. BELABBES

PROMOTION : JUIN 1989

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR  
ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
Département : GENIE CHIMIQUE

Promoteurs : M. BELABBES  
Élève Ingénieur : BOUCHAL Fatiha

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

وزارة التعليم العالي  
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
دائرة الهندسة الكيميائية  
الموجه : السيد بلعباس ر.  
تلميذة مهندسة : بوشال فتيحة

الموضوع : مساهمة للدراسة التحليلية بقياس سلا لم الإمساك  
لبعض العطور الغذائية : النعناع والماندارين .

الملخص : إن عملنا تعلق في المراقبة التحليلية للنوعية وللمطابقة  
الإقليمية لعطر النعناع المهدرج وعطر المندارين بواسطة  
الكروماتوغرافية باستخدام سلا لم الإمساك (مؤشرات  
كوفاتس) وبالإضافة إلى هذا قمنا بقياس كمية المعادن الثقيلة (Pb, Cd).

Sujet : Contribution à l'étude analytique par mesure de grandeurs de  
retention de certains arômes alimentaires : Menthe et Mandarine

Résumé : Notre travail a consisté en un contrôle analytique de la qualité  
et de l'authenticité des arômes de menthe déterpenée rectifiée, de  
mandarine et de mandarine déterpenée, par chromatographie en utilisant  
les grandeurs de retention (Indices de "KOVATS").  
En outre, un dosage des métaux lourds (Pb et Cd) a été entrepris.

Subject : A contribution to analytical study by measuring the retention  
scales of some alimentary aroma : Mint and mandarine.

Summary : Our project work consists of an analytical quality control and  
genuiness of deterpened and rectified mint aroma and of mandarin  
and deterperned mandarin aroma using chromatography process with  
the retention scales (KOVATS index). In addition a dosage of heavy  
metals is undertaken.

—o— D E D I C A C E S —o—  
—o—o—o—o—o—o—o—o—

A MES PARENTS

A MES FRERES ET NEVEUX

A MA SOEUR ET MES NIECES

A MES BELLES SOEURS

A TOUS LES MIENS

—o—o—o—o—o—

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

-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

Le présent travail a été réalisé au Département de Génie Chimique, sous la direction de Monsieur BETABBES, 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 Madame DJELIAS, Chargée de cours à l'E.N.P. et de lui exprimer ma reconnaissance, d'avoir bien voulu accepter de présider le jury de cette thèse.

J'exprime mes profonds remerciements à Madame CHARHARI, Maître Assistante titulaire à l'E.N.P. ; pour l'honneur qu'elle me fait en acceptant de participer au jury ainsi que pour l'intérêt et la sollicitude qu'elle m'a toujours manifesté tout au long de ce travail.

Je tiens à manifester ma sincère reconnaissance à Monsieur BOUMGHAR, Maître Assistant stagiaire à l'E.N.P. d'avoir bien voulu accepter de juger ce travail.

Je remercie vivement tout le personnel du laboratoire technique d'analyse de la bibliothéque du département de technologie ainsi que le personnel du département de pédologie, I.N.A.

Mes remerciements vont également au personnel des services des fraudes, particulièrement Monsieur BOUSNADJI.

Je remercie infiniment Mademoiselle Zahia Secrétaire du département Génie Chimique pour ses encouragements et sa sympathie.

Que tous mes amis trouvent ici l'expression de ma profonde affection pour leur soutien moral et leur compagnie.

-o- MEMBRES DU JURY -o-  
-o-o-o-

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

PRESIDENT :

Madame DJELLAS

Chargé de cours à l'E.N.P.

EXAMINATEURS :

Monsieur BELABBES

Professeur à l'E.N.P.

Madame CHARCHARI

Maitre Assistante Titulaire à l'E.N.P.

Monsieur BOUMGHAR

Maitre Assistant Stagiaire à l'E.N.P.

INVITE :

Monsieur GUERMOUCHE

-o-o-o-o-o-o-

— O — O — O — O — O — O — O — O — O — O — O — O — O — O — O —  
 O M M A I R E

INTRODUCTION

A - ETUDE THEORIQUE	PAGES
I - GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES	01
I-1 Introduction	01
I-2 Composition chimiques	02
I-3 Différentes méthodes d'extraction	05
II - LES HUILES ESSENTIELLES DE MENTHES	08
II-1 Historique	08
II-2 Classification et caractères botaniques	11
II-3 Extraction des huiles essentielles de menthes	13
II-4 Redistillation et rectification des huiles essentielles de la menthe poivrée	14
II-5 Adulteration des huiles essentielles de menthe	15
II-6 Propriétés physicochimiques	16
II-7 Composition chimique	21
III - LES HUILES ESSENTIELLES DE MANDARINE	
III-1 Historique	23
III-2 Classification et caractères botaniques	24
III-3 Propriétés physicochimiques	25
III-4 Composition chimique	26
IV - DETERPENATION DES HUILES ESSENTIELLES	27
V - EPURATION ET CONSERVATION DES HUILES ESSENTIELLES	28
VI - GENERALITES SUR LES AROMES ALIMENTAIRES	
VI - 1 Qu'est-ce que l'arôme	30
VI - 2 Caractères organoleptiques	30
VI - 3 Caractéristiques physiques	31
VI - 4 Classification aromatique	32
VI - 5 Evaluation aromatique	32
VII - LES TECHNIQUES ANALYTIQUES APPLIQUEES A L'ETUDE DES AROMES	
VII - 1 Techniques d'espace de tête ou headspace	33
VII - 2 <b>P</b> raotiquement, contrôle et dosage	34
VII - 3 Identification	34

VIII - ANALYSE SENSORIELLE DES HUILES ESSENTIELLES

VIII - 1 Olfaction et perception	35
VIII - 2 Flaveur des matières	36
VIII - 3 Evaluation de la qualité	36
VIII - 4 Evaluation sensorielle couplée avec la C P G	37

B - ETUDE EXPERIMENTALE

I - OBJET DU TRAVAIL	38
II - APPAREILLAGE DE CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE	38
III - CONTROLE ANALYTIQUE DES HUILES ESSENTIELS	
III - 1 Evaluation des propriétés physicochimiques	44
III - 2 Analyse chromatographique en phase gazeuse des huiles essentielles	52
a - Choix des conditions opératoires	52
b - Appareillage et produits utilisés	55
c - Analyse qualitative	
III - 3 Dosage des métaux lourds	74
a - Minéralisation par calcination	74
b - Méthode de dosage	75
c - Mode opératoire et résultats	75
IV - CONCLUSION GENERALE	79

C - ANNEXE

D - BIBLIOGRAPHIE



-O-O- INTRODUCTION -O-O-

-O-O-C-O-O-O-O

Les arômes naturelles ou synthétiques résultent de la perception olfactive d'un très grand nombre de substances appartenant à des classes chimiques très différentes (amines, composés hétérocycliques azotés ou soufrés, composés soufrés aliphatiques, alcools, composés carbonylés, séries terpeniques, etc...) présentés le plus souvent à l'état de traces et qui n'ont en commun qu'une certaine volatilité.

Le problème des produits volatils émis par les fruits est très étudié actuellement et de nombreuses analyses ont été faites sur l'arôme pendant la maturation des fruits et leur conservation. Tous ces travaux ont utilisé la C P G. Le chromatogramme, appelé "arômagramme" ou "GLC Flavor profile" donne une image objective de l'arôme indiquant à la fois sa composition qualitative et quantitative. Sur cet enregistrement, les constituants sont identifiés par leur temps ou leur indice de rétention (indice de KOVATS par exemple) et par des analyses complémentaires (spectre infra-rouge ou spectre de masse).

L'objectif de cette étude est de contrôler analytiquement les huiles essentielles des arômes :

- Huile essentielle de menthe déterpénée rectifiée.
- Huile essentielle de mandarine
- Huile essentielle de mandarine déterpénée

Notre exposé, constitué de quatre parties, se subdivise de la manière suivante :

- La première partie concerne la détermination des caractéristiques organoleptiques et physicochimiques. Une comparaison aux normes AFNOR a été effectuée.

- La deuxième partie consiste en la détermination des conditions opératoires optimales chromatographiques.

- La troisième partie est consacrée à l'identification des divers constituants par grandeur de rétention et ceci après avoir établi une table de référence d'indices de KOVATS à l'aide des étalons témoins.

- La 4ème partie, enfin traite du dosage de deux métaux lourds (Pb, Cd) afin de vérifier la qualité des arômes étudiées.

L-O-O-O-O-O-O-

PARTIE THEORIQUE

## I - GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES

### I - 1. Introduction

Les essences ou huiles essentielles sont des substances odorantes huileuses, volatiles, peu solubles dans l'eau, plus ou moins solubles dans l'alcool et dans l'éther, incolores ou jaunâtres, inflammables, s'altérant facilement à l'air en se résinifiant. Elles sont ordinairement liquides à la température ordinaire, quelques-unes sont solides ou en partie cristallisées.

Aux basses températures, un grand nombre d'essences se séparent en deux parties distinctes, dont l'une solide, est nommée "stéaroptène" et l'autre qui reste liquide aux températures mêmes très basses, est appelée : "éléoptène". La température à laquelle s'opère cette séparation varie avec les essences et parfois pour une seule et même essence, suivant l'âge et le mode d'extraction. La raison en est que les essences ne sont pas des corps purs: presque toutes constituent des mélanges, on le reconnaît à l'inconstance de leur point d'ébullition.

Des recherches ont démontrées que l' "éléoptène" est le plus souvent un hydrocarbure, tandis que le "stéaroptène" est le plus souvent un camphre. (1)

Pour la plus grande partie, les essences se trouvent toutes formées dans les différents organe de la plante, les feuilles, les fleurs, les fruits, les tiges ou les racines, elles sont alors localisées soit dans les glandes de poils sécréteurs, soit dans les réservoirs intercellulaires.

Fréquemment, la composition de l'essence d'une même plante varie selon qu'elle est extraite de l'un ou de l'autre organe de cette plante, de sorte que les produits extraits possèdent des propriétés différentes. De même il arrive souvent que les essences provenant d'une même partie de plante accusent entre elles des différences notables dues à l'état de maturité, aux conditions climatiques ou encore à la nature du sol : mêmes si ces conditions sont identiques il est possible parfois d'obtenir des essences de caractère différent si l'on apporte quelques modifications au mode d'obtention. (2)

## I - 2. Composition chimique

Les huiles essentielles sont des mélanges plus ou moins complexes d'hydrocarbures terpéniques ( $C_5H_8$ ), d'alcools, d'éthers, de phénols, d'aldéhydes, de cétones. Ces constituants jouent du point de vue du parfum, des rôles d'inégale importance. Les uns contribuent puissamment à l'arôme de l'essence, d'autres participent simplement à l'harmonie du mélange ; il en est qui, complètement inodores ou peu odorants, ont un rôle tout à fait effacé ; enfin certains corps constituent des facteurs négatifs qu'il y a intérêt à éliminer. (3)

### 1 - Les terpènes

Ce sont des produits naturels se trouvant dans les plantes sous forme d'hydrocarbures cycliques et acycliques, pouvant se former à partir d'un précurseur biologique ayant le squelette carboné de l'isoprène ( $C_5H_8$ ). (4)

En 1956, des recherches ont démontré que le véritable précurseur universel de tous les terpènes est l'acide névalonique. (5)

La nomenclature des terpènes a pour base une unité "isoprénique" ; nous distinguons :

- Les monoterpènes ( $C_5H_8$ )<sub>2</sub> à 2 unités isopréniques
- Les sesquiterpènes ( $C_5H_8$ )<sub>3</sub> à 3 unités isopréniques
- Les diterpènes ( $C_5H_8$ )<sub>5</sub> à 4 unités isopréniques
- Les polyterpènes ( $C_5H_8$ )<sub>n</sub> à n unités isopréniques (4)

### 2 - Alcools et esters

Certains alcools et certains esters sont très répandus dans les huiles essentielles et jouent un rôle très important comme principes odorants

Les alcools de la série terpénique peuvent être considérés comme provenant des terpènes  $C_{10}H_{16}$ , des dihydroterpènes  $C_{10}H_{18}$  ou des sesquiterpènes  $C_{15}H_{24}$  et distribués entre les groupes suivants :

- Alcools terpéniques proprement dits : alcool  $C_{10}H_{16}O$  pouvant dériver des terpènes  $C_{10}H_{16}$  par substitution d'un groupement hydroxyle OH à un atome d'hydrogène.
- Alcool  $C_{10}H_{18}O$  correspondant à des produits d'addition d'une molécule d'eau à une molécule de terpène  $C_{10}H_{16}$ .
- Alcool  $C_{10}H_{20}O$  provenant de l'hydratation des dihydroterpènes  $C_{10}H_{18}$ .
- Des alcools sesquiterpéniques répondant soit à la formule  $C_{15}H_{21}O$ , soit à la formule  $C_{15}H_{26}O$ .

### 3 - Aldéhydes

Les aldéhydes contenus dans les huiles essentielles sont assez nombreux et jouent du point de vue du parfum, un rôle de première importance.

. Les aldéhydes de la série terpénique comprennent :

- Un homologue inférieur  $C_9H_{12}O$  des aldéhydes terpéniques de formule  $C_{10}H_{14}O$ .
- Des aldéhydes  $C_{10}H_{16}O$  qui correspondent aux alcools  $C_{10}H_{18}O$  et des aldéhydes  $C_{10}H_{18}O$  correspondant aux alcools de formule  $C_{10}H_{20}O$ .
- Un aldéhyde homoterpénique  $C_{11}H_{16}O$  et un aldéhyde sesquiterpénique  $C_{15}H_{22}O$  correspondant à un alcool sesquiterpénique  $C_{15}H_{27}O$ .

. Les aldéhydes non terpéniques contenus dans les huiles essentielles appartiennent les uns à la série grasse, les autres à la série aromatique. (6)

#### 4 - Phénols et dérivés phénoliques

Ces composés sont très répandus dans les huiles essentielles, on distingue :

- Des composés ne possédant qu'une seule fonction phénol.
- Des diphénols et des quinones
- Des composés phénoliques possédant en même temps la fonction ether - oxyde de phénol.
- Des éthers oxydes de phénols chez lesquels le groupement fonctionnel se trouve au non répété.

#### 5 - Cétones

On distingue deux groupes : les cétones terpéniques et les cétones non terpéniques.

Les cétones terpéniques se subdivisent comme suit :

- Des homologues inférieurs C<sub>9</sub> H<sub>14</sub> O des cétones terpéniques C<sub>10</sub> H<sub>16</sub> O.
- Des cétones terpéniques dérivant soit :
  - . d'alcools secondaires C<sub>10</sub> H<sub>16</sub> O de formule C<sub>10</sub> H<sub>14</sub> O
  - . d'alcools secondaires C<sub>10</sub> H<sub>18</sub> O de formule C<sub>10</sub> H<sub>16</sub> O.
  - . d'alcools secondaires C<sub>10</sub> H<sub>20</sub> O de formule C<sub>10</sub> H<sub>18</sub> O.

Les cétones non terpéniques ont des représentants dans la série grasse et des représentants dans la série aromatique. (6)

### I - 3. Différentes méthodes d'extraction

L'extraction des huiles essentielles se fait selon le cas, par l'une des méthodes suivantes :

- 1 - L'expression
- 2 - La Distillation par entraînement à la vapeur d'eau
- 3 - L'Extraction au moyen d'un solvant volatil.
- 4 - L'Extraction au moyen d'un solvant fixe (macération et enflourage).

#### 1 - Expression :

Ce procédé ne s'emploie que pour les écorces fraîches très riches en essence, comme les écorces d'oranger et de citron. La matière première est fortement pressée, à froid, dans des sacs solides, au moyen de presses hydrauliques, ou bien à nu dans des presses spécialement aménagées.

Les essences ainsi extraites renferment en même temps une certaine quantité d'eau dont il faut les débarasser ; cette séparation se fait d'elle-même jusqu'à un certain point par décantation ; on transvase ensuite et on filtre si nécessaire. Comme cette expression se fait à froid, les essences ainsi préparées ont généralement un parfum d'une grande finesse. (3)

#### 2 - Distillation par 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 comme les fleurs d'oranger, la citronnelle, la menthe et en général à toutes les essences qui ne sont pas sensiblement altérées par l'eau à 100° C.

La plante ou les fleurs sont introduites dans de grands appareils distillatoires, avec ou sans eau, suivant que l'on effectue l'entraînement au sein de l'eau bouillante ou à la vapeur sèche ; l'entraînement à la vapeur sèche est plus rapide et donne parfois des rendements plus élevés.



On opère soit à la pression ordinaire soit sous vide ; la distillation sous vide présente de grands avantages. En effet, le point d'ébullition se trouve abaissé, ce qui diminue les phénomènes de décomposition par la chaleur, de plus, l'action oxydante de l'air sur les produits chauds se trouve supprimée.

L'odeur spéciale, dite de "chaudière", d'une essence récemment distillée est toujours moins prononcée lorsqu'on opère sous vide ; cette odeur est due à divers produits de décomposition de la plante (hydrogène sulfuré, ammoniac, méthylamine, etc...) qui se sont formés au contact des parois chaudes de l'alambic. Cette odeur s'atténue souvent lorsqu'on abandonne l'essence un certain temps à l'air libre, et finit même parfois par disparaître.

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. (3)

### 3 - Extraction au moyen d'un solvant volatil :

L'extraction par les solvants volatils peut également s'appliquer à un grand nombre de cas : fleurs d'oranger, roses, violettes, etc...

L'épuisement se fait à froid ou à chaud, au moyen d'éther de pétrole, d'hexane, de benzine purs et désodorisés, dans des appareils clos.

Dans le cas le plus fréquent d'une extraction à froid, chaque charge de fleurs est successivement lovée à plusieurs reprises, le solvant étant laissé chaque fois 6 à 8 heures en contact.

Après distillation du solvant on obtient une masse cireuse appelée "essence concrète" mélange d'huile essentielle et de cires ; elle est traitée par l'alcool qui dissout l'huile essentielle et laisse les cires insolubles, puis on distille l'alcool. (3)

#### 4 - Extraction au moyen d'un solvant fixe

Les solvants fixes utilisés sont principalement les matières grasses l'extraction peut se faire, soit à chaud par macération soit à froid par enflourage.

Ce type d'extraction intéresse plus particulièrement les fleurs.

a) - Macération : Les fleurs à épuiser sont passées à la presse ou traitées par un dissolvant volatil .

b) - Enflourage : l'extraction à froid par enflourage utilisant une graisse consistante, conduit aux matières odorantes les plus fines. C'est en outre la méthode qui donne le meilleur rendement avec certaines fleurs comme le jasmin, la tubéreuse, la jonquille, dont le parfum continue de se produire, après la récolte, durant tout le temps de la floraison. Il est alors essentiel dans ce cas de ne pas détruire la vie de la fleur pour qu'il soit possible de recueillir le parfum au fur et à mesure de sa production, ce qui conduit à éviter l'emploi de la chaleur et de solvants comme le benzine qui tue la fleur. (3)

## II - HUILLES ESSENTIELLES DE LA MENTHE

### II - 1. HISTORIQUE

Le mot "menthe" est issu du grec "minthe", qui est une nymphe de la mythologie classique. (7)

Plusieurs espèces de menthe, dont l'origine botanique semble le plus pouvoir être établi, étaient déjà connues dans l'antiquité et employées comme condiment ou remède, par les égyptiens, les romains et les populations germaniques. Parmi les 73 végétaux utiles, dont la culture fut recommandée en 812 par les Capitulaires de Charlemagne, figuraient trois sortes de menthe, dont les *Mentha Menthastrum* et *Sisymbrium*, probablement des variétés de menthes vraies (*mentha Crispa*).

Les manuscrits de l'abbesse Hildegarde datés de 1160, mentionnent la *Bachmyntza*, la *Myntza major*, la *Ross-myntza* et la *Myntza romana*. Dans la pharmacopée de Gotha, datant du début du 15<sup>ème</sup> siècle, figure aussi la *Crusenymte* ou menthe crépue. (8)

Les différentes espèces et variétés de menthes appartiennent à la famille des labiées qui croissent dans toutes les situations, plaines, vallées, montagnes, lieux secs et lieux humides, climats chauds ou froids. Elles constituent un genre très polymorphe, où il est bien difficile de caractériser les espèces. Il s'agit d'un véritable chaos de formes.

Cette grande variabilité tient à la facile hybridation des plantes entre elles et à leur grande dispersion géographique.

Parmi les différents types de menthes, on distingue :

La menthe poivrée, menthe pouliot, menthe verte, menthe crépue, menthe des champs, menthe aquatique, menthe à feuilles rondes, menthe sauvage ... etc. (8)

\* Mentha piperita liné : Menthe poivrée

La menthe poivrée est considérée comme un hybride de menthe verte et de menthe aquatique. Elle est cultivée en Argentine, Australie, Brésil, Bulgarie, Angleterre, France et quelques autres pays. Les différences d'origine botanique jointes à celles résultant du mode de culture, du climat, du sol, des engrais, de l'éclaircissement et de la méthode d'extraction suffisent à expliquer la diversité constatée dans les essences commerciales suivant le pays producteur. (9)

On distingue deux variétés principales de menthe poivrée : la menthe noire et la menthe blanche.

- Menthe noire : *mentha piperita officinalis*, variété *Rubescens* Carus. C'est la plus cultivée, la plus rustique et la plus productive. Elle est cultivée en Angleterre (Black Mint), aux Etats Unis, en France où dans la région de Grasse on l'appelle menthe anglaise de Mitchan.

- Menthe blanche : *Mentha piperita officinalis*, variété *pallens* Carus. Son essence est plus fine, plus riche en éthers mais plus faible en menthol. Elle n'est cultivée en Angleterre (White Mint) qu'à Mitchan et Mitchin. (8)

\* Mentha Citrata Ehrh : Menthe de Bergamote

La menthe citrata Ehrh. est un hybride entre la Menthe aquatique et la menthe verte communément appelée menthe de bergamote. Elle est originaire de l'Europe, mais a aussi été cultivée aux Etats Unis (New Jersey, Floride et Ohio). (10)

\* Mentha pulégium : Menthe pouliot :

Elle se rencontre surtout dans le bassin méditerranéen. L'essence renferme surtout de la pulégone et peu de menthol. Elle est un peu cultivée aux Etats-Unis, en Angleterre, au Japon et en Algérie (Boufarik).

\* Mentha Crispa L. : Menthe crépue  
Cultivée en Hongrie et en Allemagne.

\* Mentha Rotundi folia : Menthe à feuilles rondes  
Appelée menthe blanche dans les cultures des environs de Paris.

\* Mentha Sativa L. : menthe sauvage  
Elle paraît être un hybride de la menthe des champs (menthe ~~arvensis~~)  
et de la menthe aquatique. (8)

## II - 2. Classification et caractères botaniques

Les menthes appartiennent à la famille des labiées. (9)

Ce genre comporte environ une vingtaine d'espèces et un grand nombre de sous-espèces et de variétés qui s'hybrident facilement entre elles, ce qui entraîne une grande complexité et des difficultés de détermination spécifique. (11)

Le tableau ci-dessous a pour objet d'indiquer la désignation botanique de quelques menthes, telle qu'elle a été adoptée par le comité ISO/TC 57 "Huiles essentielles" de l'organisation internationale de Nomenclature. (12)

DENOMINATION USUELLE	DESIGNATION BOTANIQUE	DESIGNATION USUELLE EN FRANCE	FAMILLE	PARTIE DE LA PIANTE UTILISEE
Menthe, type Japon	Mentha Arvensis L. VAR. Piperas- cens MAL.	-	L A B I E E S	S O M M I T E S
Menthe crêpue	Menthe Spicata L.	Mentha viridis L.		
Menthe poivrée	Mentha piperita L.			
Menthe pouliot	Mentha pulegrum L.			

### Caractères botaniques :

Les menthes sont des plantes herbacées ne dépassant pas 1 mètre, à tiges quadrangulaires, feuilles pétiolées ou sessiles, arrondies ou ovales, plus ou moins dentées et à fleurs presque régulières, mauves, roses ou blanches. (13)

Ces caractères varient d'une espèce à une autre ; quelques types de menthes sont décrits comme suit :

- Menthe Piperita L. : Menthe poivrée

C'est une plante herbacée vivace à tiges droites quadrangulaires. Rameuses, vertes ou rougeâtres, hautes de 0,60 à 1,20 m. Ses feuilles opposées, pétiolées, ovales - lanceolées, dentées de coloration verte, mesurent 5 à 8 cm de long et 3 cm de large. Ses fleurs rougeâtres se présentent en épis cylindriques. (14)

- Menthe Puléguin L. : Menthe pouliot

Elle a des tiges quadrangulaires, rameuses, pubescentes, rougeâtres, hautes de 15 cm environ. Elle présente des feuilles opposées, médiocrement pétiolées, ovalées, longues de 15 à 25 mm, crénelées sur les bords. Ses fleurs pédonculées, purpurines, roses, blanches ou bleues et réunies par verticilles denses axillaires, diminuent de grosseur à mesure qu'elles approchent du sommet et forment par leur ensemble des épis droits. (14)

- Menthe Viridis L. : menthe verte

Elle se caractérise par des tiges et des feuilles vertes, des rhizomes et stolons aériens d'un blanc laiteux. Elle se distingue de la menthe poivrée par des tiges noires hautes, des feuilles sessiles, sauf les feuilles inférieures qui sont brièvement pétiolées. Ses fleurs d'un rose pâle sont un peu plus petites, avec un calice velu. (8)

- Menthe Aquatica L. : Menthe aquatique

Elle présente des tiges florifères terminées par des fleurs, des inflorescences en tête arrondie et des feuilles pétiolées. (13)

- Menthe Rotundifolia Huds. : Menthe à feuilles rondes

Ses inflorescences sont en épis serrés et ses feuilles sessiles ou presque sont réticulées et arrondies. (13)

- Menthe Arvensis L. : Menthe des champs

Elle se caractérise par des tiges florifères terminées par des feuilles pétiolées et des inflorescences en nombreux verticilles. (13)

- Menthe spicata L. : Menthe crépue

La menthe crépue ressemble à la menthe poivrée mais ne pousse pas aussi haut. Ses tiges ne sont pas aussi longues que celles de la menthe poivrée, mais sont plus élancées. Ses feuilles lanceolées sont plus longues, plus étroites, de couleur vert clair. Les hampe florales sont plus pointues, longues et étroites, au lieu d'être épaisses et enroulées, d'où son nom de menthe crépue. (10)

## II - 3. Extraction des huiles essentielles de menthes :

L'extraction des huiles essentielles de menthes se fait par entraînement à la vapeur. Pour l'obtention d'une essence de qualité supérieure On ne prend comme charge végétale que les feuilles et les sommités fleuries.

L'appareillage comprend une chaudière ou génératrice de vapeur, un alambic ou distillateur recevant la charge végétale, un réfrigérant ou condenseur d'huile et enfin un récipient dans lequel est recueillie l'huile. (1)

Une distillerie type de la menthe consiste en un atelier utilisant 2 à 4 alambics et pouvant aller jusqu'à 6 et même plus dans une installation de plus grandes dimensions. La vapeur vive est produite dans un bouilleur séparateur de vapeur. Il existe deux types de bouilleurs : le bouilleur basse pression produisant une quantité de vapeur dont la pression n'est pas mesurable, et le bouilleur haute pression pouvant atteindre des pressions de vapeur de 45 bars et plus. (10)

Les condenseurs sont soit du type serpentins soit de forme tubulaire. Souvent deux alambics sont reliés à un seul condenseur. Certains auteurs parmi eux Ellis, cités par GUENTHER signalent que les condenseurs en tôle galvanisée se corrodent. En effet, l'huile de menthe poivrée est généralement un peu acide, de plus une substance résineuse se dépose en grande quantité durant le processus de distillation. Aussi, lorsque ces serpentins ne peuvent plus être nettoyés par la vapeur, l'huile de menthe poivrée qui y est condensée se décolore. Par ailleurs, ces mêmes auteurs préconisent l'utilisation de serpentins en aluminium. (10)

Ellis et Coll précisent que 40 à 45 % de l'huile de menthe poivrée est obtenue pendant les dix premières minutes de la distillation, la quantité d'huile diminuant au fur et à mesure que celle-ci progresse. moins de 10 % d'huile sont obtenus pendant les quinze dernières minutes d'une distillation de 45 minutes.

La teneur en menthol et ester augmente en même temps que la distillation avance, par contre la teneur en menthone diminue. Vers la fin de la distillation, les indices de réfraction de deux dernières fractions d'huile sont plus élevés que celles recueillies durant les vingt premières minutes de la distillation.

Cependant, pour obtenir une huile de menthe poivrée de qualité fine, un temps suffisant doit être accordé pour une distillation complète ; c'est à dire jusqu'à ce que la matière de la plante soit complètement épuisée. (10).



## II - 4. Rédistillation et rectification

La confusion persiste dans le commerce quant à l'application correcte de ces deux termes. La pharmacopée U.S. précise que "l'huile de menthe poivrée est distillée par entraînement à la vapeur à partir des parties fraîches lors de la floraison de la *Mentha piperita* L. (fam. Labiées), et rectifiée par distillation". Cela est très clair. Toutefois, beaucoup de marques d'huile de menthe poivrée mises sur le marché sont étiquetées "distillées une fois", "deux fois", "trois fois", ou "rectifiée", "rectifiée deux fois" ou encore désignées sous des noms commerciaux indiquant chacune une certaine qualité obtenus par procédé de rectification spéciale. En fait, aucune règle bien déterminée n'existe. Chaque maison de commerce spécialisée dans les huiles met sur le marché un certain nombre de marques préparées à partir d'un processus secret.

Le terme "rectifiée par distillation", comme utilisé par<sup>la</sup> pharmacopée US., implique que l'huile naturelle est redistillée en injectant de la vapeur vive, soit distillée à sec. (10)

Ellis et Coll. montrèrent que la redistillation est pratique surtout avec des huiles de menthe poivrée vieilles ou décolorées, et a donné que celle-ci élimine les substances résineuses et produit des huiles de couleur claire. Ils découvrirent que les pertes varient entre 4 et 22 % ; la plus grande perte se produisant dans les huiles de couleur foncée. Selon les mêmes auteurs, les indices de réfraction et les nombres d'ester sont moins élevés dans les huiles redistillées, la teneur en menthol pouvant être plus élevée dans certains cas et plus basse dans d'autres. (10)

De manière générale, la rectification par distillation comme prescrite par la pharmacopée U.S. tend à éliminer non seulement les substances résineuses mais aussi les autres substances indésirables à odeur désagréable contenues dans l'huile naturelle.

Parmi ces substances, la plus importante est le sulfure de diméthyle ; liquide incolore à odeur déplaisante et à point d'ébullition très bas (37,2 °C).

Le sulfure de diméthyle peut être éliminé de l'huile de menthe poivrée en retirant et en rejetant la première fraction. Quelques maisons de distribution rectifient leurs huiles naturelles avec la vapeur vive ; d'autres utilisent la distillation sous vide. Ces huiles rectifiées possèdent une meilleure odeur que les huiles naturelles et sont de 5 à 10 % plus élevées en menthol. Selon les équipements utilisés (alambics avec colonnes de fractionnement) et le soin appliqué lors de l'opération, le procédé de rectification entraîne malgré tout une perte de 5 à 15 %. (10)

## II - 5. Adulteration de l'huile essentielle de menthe :

Dans le contrôle de la qualité d'une essence de menthe, l'odorat et la flaveur fournissent le meilleur critère préliminaire d'évaluation. Il reste que la solubilité de l'essence de menthe dans l'alcool fournit également une première indication. Ainsi, l'on remarque que l'addition d'essences de térébenthine, d'eucalyptus, etc... diminuent fortement cette solubilité.

L'essence de térébenthine, peut être décelée, du reste, par un simple examen olfactif mais mieux encore par le test à l'iode.

On reconnaît la présence de copahu, en chauffant un peu d'essence avec l'acide azotique concentré ; car l'essence pure brunit, mais reste liquide après refroidissement. Lorsqu'elle renferme de l'essence de copahu, elle devient au contraire épaisse par suite de la résinefaction de cette dernière. La méthode de Hager (par l'acide sulfurique et l'alcool) permet de déceler également la présence de l'essence de menthe poivrée, par addition, soit d'huile de camphre, soit de menthol.

Pour découvrir la présence d'huile de camphre, Stevens ajoute une goutte d'essence à quatre grammes d'acide azotique (poids spécifique 1,42) et laisse réagir pendant quelques minutes. (1)

Toutes les menthes poivrées doivent être soumises à un test attentif afin de détecter la présence de petites quantités d'huile de menthe crêpe considérée comme contaminant plutôt qu'adultérant.

L'adultération par les terpènes est indiquée par les anomalies observées dans l'angle de rotation et l'abaissement de la densité et de la teneur en menthol.

L'adultération par addition d'eau et de glycols solubles a pour but d'augmenter la teneur totale apparente en menthol dans l'huile. Cette addition et celle de l'alcool peuvent être décelées par le lavage de l'huile avec une solution salée et l'observation de la diminution du volume d'huile.

Une forme d'adultération avec du menthol synthétique est fréquemment observée. Jusqu'à présent, aucune méthode satisfaisante n'a été trouvée pour prouver une telle fraude.

La menthe poivrée adultérée par l'alcool benzylique a une densité élevée et un faible pouvoir rotatoire. Selon Carles, l'alcool benzylique est facilement détecté en le convertissant en bromure de benzyle, lequel possède une odeur piquante et une action irritante sur les yeux.

## II - 6. Propriétés physicochimiques :

A la température de 15 °C toutes les essences de menthe sont liquides . L'odeur est particulièrement caractéristique ; les essences fraîchement extraites ont généralement une odeur moins forte que celles qui ont déjà subi pendant quelques temps l'action de l'oxygène de l'air.

La saveur est le plus souvent forte et aromatique laissant une sensation de fraîcheur. Par ailleurs, il est très difficile de formuler les limites de valeur pour les constantes physiques de l'essence de menthe vu l'existence de nombreuses variétés et l'influence de certains facteurs sur les caractères comme la saison de récolte, le degré de maturité et le mode d'extraction. (1)

### 1 - Caractères généraux de la menthe poivrée

La menthe poivrée possède une odeur forte et aromatique, une saveur chaude, piquante, acre, laissant dans la bouche une impression de fraîcheur agréable.

Selon TODD, l'essence de menthe desséchée possède un parfum plus suave que celle de la menthe fraîche. L'essence de menthe d'Amérique a le plus souvent une odeur désagréable, même dans le cas très rare où elle n'est pas falsifiée. Les essences de menthe du Japon et de Chine ont une saveur amère mais un parfum plein de finesse.

L'essence brute obtenue lors de la première distillation est verdâtre lorsqu'elle provient de la menthe fraîche, brunâtre lorsqu'elle provient de la menthe sèche. L'essence vendue dans le commerce est le plus souvent rectifiée ; dans ce cas, elle est incolore ou faiblement jaunâtre ou verdâtre, suffisamment liquide, d'odeur agréable de menthe et de saveur brûlante tout d'abord, puis très rafraichissante.

La densité varie selon la provenance de l'essence et elle augmente avec l'âge. D'après William (1), la densité à 15,55 °C de l'essence de Mitcham varie entre 0,903 et 0,908, celle de l'essence américaine entre 0,904 - 0,911 et celle de l'essence de Japon entre 0,896 - 0,900. Schimmel et Coll. (1) indiquent des valeurs comprises entre 0,900 et 0,903 à 15 °C d'une manière générale.

- Le point d'ébullition est compris entre 188 °C et 193 PC d'après Kan. Williams (1) indique 206,7 °C à 208,3 °C pour l'essence de Mitcham 204,4 °C à 205,6 °C pour l'essence américaine et 203 °C à 204,4° C pour l'essence japonaise.

- Mélangée avec son volume d'alcool, l'essence de menthe donne un mélange clair, si on augmente la proportion d'alcool, le mélange se légèrement. L'essence de menthe est soluble également dans l'acide acétique cristallisée dans le rapport 5 sur 20 ; la solution exposée à l'air, prend insensiblement une coloration brune, cuivrée, fluorescente.

- Exposée à une basse température, l'essence sépare un stéaroptène : le menthol. A 0 °C, l'essence se solidifie presque complètement, on obtient des cristaux blancs dit peppermint camphor ou camphre de menthe poivrée, presque identiques à ceux du menthol. (1)

Selon GILDMEISTER et HOFFMANN, les propriétés physicochimiques sont résumées dans le tableau suivant : (10)

Propriétés Physico-chimiques	L'huile de menthe poivrée			
	Americaine (non rectifiée)	Anglaise (de Mitcham)	Française	Italienne (de l'italo- Mitcham)
Densité : $d_{15}^{15}$	0,900 à 0,920	0,901 à 0,912	0,910 à 0,927	0,902 à 0,926
Pouvoir rotatoire	-18°0' à -34°0'	-21°0' à -33°0'	-5°0' à -35°0'	-2°30' à -27°0'
Indice de réfraction à 20°	1,4600 à 1,4610	1,460 à 1,463	1,462 à 1,471	1,462 à 1,470
Teneur totale de menthol	48,0 à 65,0 %	48,5 à 68,0 %	45,0 à 70,0 %	43,0 à 67,0 %
Teneur de menthol estérifié	3,7 à 11,0 %	3,0 à 21,0 %*	4,0 à 21,0 %	2,9 à 10,4 %
Teneur de menthone	9,0 à 25,0 %	9,0 à 12,0 %	17,4 %	8,0 à 29,4 %
Solubilité	Soluble dans 2,5 à 5 volumes d'alcool à 70%.	Soluble dans 2,0 à 3,5 vol- umes et plus d'alcool à 70%.	Soluble dans 3,5 vol. d'alco- ol à 70 %, , dans 1,0 à 1,5 vol. d'alcool à 80%.	Soluble dans 3 à 7 volumes d'alcool à 70%.
Indice d'acide	—	> 1,6	—	> 0,6

\* 3,0 à 8,0 % dans les huiles distillées de la menthe blanche et 13,0 à 21,0 % dans les huiles distillées de la menthe noire.

2 - Caractères de l'huile de menthe japonaise :

\* Selon GILDMEISTER et HOFFMANN d'une part et SHINOZAK d'autre part, les propriétés des huiles naturelles et démentholées varient dans les limites suivantes (10).

### 3. caractères de l'huile de menthe crêpue

Propriétés	Huile de menthe crêpue (analysée dans les laboratoires de Fritzsche Brothers) (10)
Densité : $d_{25}^{25}$	0,919 - 0,933
Indice de réfraction	1,4851 - 1,4899
Pouvoir rotatoire à 20°C	-50° 15' à 60° 10'
Teneur en carvone	57,0 à 71,5 %
Solubilité	Soluble dans 1 volume d'alcool à 80 %

### 4. Caractères de l'huile de menthe de bergamote

Propriétés	L'huile de menthe de bergamote (selon Gildmeister et Hoffmann) (10)
Densité à 15°C	0,916 à 0,927
Indice de réfraction à 20°C	-7° 0' à -8° 0'
Pouvoir rotatoire	1,4582 à 1,4598
Indice d'acide	> 0,8
Indice d'ester	94,0 à 211,0
Teneur d'ester calculée comme acétate de linalyle	33,0 à 74,0 %
Nombre d'ester après acétylation	224,0
Solubilité	Soluble dans 1,5 à 2 volumes d'alcool à 70 % et dans 5 volumes d'alcool à 60 %

Propriétés	Huile Naturelle		Huile Démentholée	
	G et H	Shinozaki	G et H	Shinozaki
Densité à 24° - 25°	0,895 - 0,902	0,8997-0,9011	0,895 - 0,907	0,8991 - 0,8998
Pouvoir rotatoire	-29°0' à -42°0' <sup>b</sup>	-37°11' à -37°29' <sup>c</sup>	-20°20' à -35°0' <sup>b</sup>	-27°56' à -29°7' <sup>c</sup>
Indice de réfraction	1.460 - 1.463 <sup>b</sup>	1.4590-1.4595 <sup>c</sup>	1.459 - 1.463 <sup>b</sup>	1.4533 - 1.4614 <sup>c</sup>
Point de congélation	-5° à -23°	-15.75° à -18	—	—
Teneur du menthol estérifié	3 - 6 %	4.74 - 5.01%	4 - 15 %	8.64 - 9.47%
Teneur totale du menthol	69 - 91 %	78.24 - 82.78%	46 - 68 % Généralement: 48 - 55%	60.59 - 62.10%
Teneur de menthol acétylaté	—	6.01 - 6.36 %	—	10.96 - 12.02%
Teneur de menthone	—	11.85 - 13.75%	21 - 34 %	27.09 - 33.29%
Teneur de terpène	—	4.10 - 6.61%	—	3.57 - 8.49%
Indice d'acide	2.0	1.1 - 2.1	2.0	—
Indice d'ester	—	17 - 18	—	31 - 34
Rendement en menthol par cristallisation	—	56.48 - 65.56%	—	—
Solubilité	soluble dans 2 à 3 volumes et plus d'alcool à 70%		soluble dans 2,5 à 4 volumes et plus d'alcool à 70%	
a à 15° b à 20° c à 25°				

## II - 7. Composition chimique

L'essence de menthe poivrée se compose en majeure partie du menthol  $C_{10}H_{20}O$  et d'une faible partie de terpènes. La teneur en menthol d'après STOHMANN (1) de 50 à 55 % pour l'essence de menthe du Japon ; de 40 à 45 % pour l'essence de Mitcham et seulement de 20 à 25 % pour l'essence américaine. (1).

### - Menthe poivrée américaine

Cette huile contient du L.Menthol comme constituant principal, de la d.Menthol, de l'acétone de menthyle, du terpinène, du l.limonène, du cinéol, du phellandrène, de l' $\alpha$ -pinène, de la menthenone, de la pipéritone, de l'isovalérate de menthyle, du cadinène, de la lactone, du menthofuranne, de l'acétaldehyde, du sulfure de dimethyle, et de l'aldéhyde isovalérique. (10)

### - Menthe poivrée anglaise :

Cette huile contient un mélange de pinène - phéllandrène, limonène et du menthol à l'état libre et sous forme d'acétate et d'isovalérate et probablement du cadinène. (10)

### - Menthe poivrée française

La présence des ~~su~~ posés suivants a été établie : menthol, d-menthone cinéol, l- $\alpha$ -pinène, aldéhyde isovalérique, alcool d'isomyle, esters d'acide acétique et d'acide valérique. (10)

### - Menthe crépue

Gladstone isola, le premier, la carvone, constituant principal de l'huile de menthe crépue. Au cours des nombreuses recherches qui suivirent, les composants ci-après furent isolés à partir d'huile de menthe crépue d'origine diverses : l'huile américaine contient environ 56 % de l-carvone, du l-limonène, du l-phellandrène, de l'acide acétique, de l'acide valérique esterifié avec l'alcool dihydrocumine et du dipentène et du cinéol.

Belon SCHIMMEL (1), l'huile russe contient environ 50 à 60 % de l-linalol, 20 % de cinéol, 20 % de limonène et 5 à 10 % de l-carvone (10).



\* Menthe de bergamote :

L'huile de menthe de bergamote contient principalement du lindol et de l'acétate de lindyle (10).

\* Menthe pouliot :

L'huile de menthe pouliot renferme surtout de la pulgone, cétone terpénique non saturée qui en représente 70 à 80 %, on y trouve aussi de petites quantités de menthol, mentone, isomenthone et pipéritone. (11).

\* Menthe japonaise :

L'huile de menthe japonaise contient les composés suivants dont la plupart ont été identifiés par SHIMOZAKI et COLL : L-menthol (constituant principal) ; d-menthol, l-menthone, d et dl isomenthone piperitone, l- $\alpha$ -pinène, furfural, l-limonène, camphène, d-3-octanol et caryophyllène. (10).

### III - HUILES ESSENTIELLE DE MANDARINE

#### III - 1 - Historique

L'oranger, mandarinier (*Citrus reticula* blanco, var. "Mandarine" syn. *Citrus Nobilis* var. *Deliciosa* Swingle "Mandarine"), Originaire de Chine et de Cochinchine, était connu et extensivement planté en Chine et au Japon depuis très longtemps, mais son introduction en Europe et en Amérique est relativement récente : Ce n'est qu'en 1805 qu'il parvint de Canton à Londres. Sa culture ne se répandit en Espagne, en France et en Italie qu'après l'année 1928.

HARDY, Directeur du Jardin d'Essais du Hamma, l'implanta en Algérie vers 1850. (15).

Les principales régions d'Europe productrices d'oranger - mandarinier se trouvent en Sicile et en Calabre (Sud de l'Italie) ; alors que l'orange douce est cultivée en Espagne (Andalousie) et sur les rives méditerranéennes de l'Afrique du Nord. Tanaka (1) croit que la Mandarine méditerranéenne, qu'il classe comme *Citrus deliciosa* est apparue à l'origine dans la région méditerranéenne en tant que sauvageon. Son étude en Chine pour localiser la vraie mandarine s'est soldée par un échec et ce bien qu'elle y soit originaire.

La mandarine de Chine fut introduite pour la première fois à New Orléans (Etats Unis) à partir de l'Italie entre 1840 et 1850 ; plus tard à partir de là elle parvint jusqu'en Floride et en Californie.

En Sicile, les champs de mandarine sont éparpillés d'un bout à l'autre des provinces de Messine, Catane et Palerme.

A Messine, la mandarine est destinée en premier lieu et en grande partie à la consommation locale en tant que fruit, puis dans de moindres proportions à l'exportation et enfin à l'extraction de son huile essentielle. Alors qu'à Catane la quasi totalité de la production est exportée A Palerme, elle est consommée localement et le reste utilisé pour l'extraction de son huile. (10).

### III - 2 - CLASSIFICATION ET CARACTÈRES BOTANIQUES

L'oranger - mandarinier appartient au genre Citrus et à l'espèce des Citrus Mobilis.

A cette espèce, WINGLE (15) attache deux groupes de Citrus qui, selon HUME pourraient constituer 2 espèces particulières :

\* le groupe des Citrus deliciosa, auquel appartiennent les mandariniers proprement dit (et les tangeriniers d'Amérique).

\* Le groupe des Satsumas (variété Unstrim de WINGLE).

La qualité commune de ces citrus est celle de produire des fruits à peau taché se détachant très facilement de la pulpe et à graines à albumen vert. (15).

Famille : RUTACIÆ  
Sous famille : AURANTIOIDEÆ  
Tribu : CITREÆ  
Sous Tribu : CITRINÆ

#### Caractères botaniques du citrus Réticulata Blanco-Mandarinier :

Fort, très compact et régulier. Feuilles étroites. Fleurs petites. Fruits globuleux aplati, à peau peu adhérente. Pulpe douce et parfumée cotylédons et embryons verts. (16).

### III - 3. Propriétés physicochimiques

Le zeste de fruit à saveur très agréable, renferme une essence d'odeur fort suave, qu'on retire par expression à froid.

L'essence de mandarine est un liquide jaune d'or à fluorescence légèrement bleuâtre, s'accroissant par dilution dans l'alcool.

Nous avons représenté dans le tableau ci-dessous les principales propriétés physicochimiques :

Propriétés	Huile de mandarine italienne		Huile de mandarine Brésilienne
	[1]	[2]	[3]
Densité : $d_{15}^{15}$	0,854 à 0,859	0,855 à 0,857	0,854 à 0,858
Pouvoir rotatoire	+65°0' à +75°0'	+69°36' à +73°15'	+63°55' à +74°42'
Indice de réfraction à 20°C	1,475 à 1,478	1,4750 à 1,4759	1,4745 à 1,4763
Indice d'acide	> 2,7		
Indice d'ester	5,0 à 11,0 (dans plusieurs cas > 2,7)		
Indice de saponification		7,5 à 8,8	
Teneur en esters calculée comme acetate de linalyle			1,5 à 3,5 %
Teneur en aldéhydes calculée comme aldéhyde de décyle			0,4 à 1,5 %
Résidu d'évaporation	2,4 à 3,5 %	2,4 à 3,2 %	3,4 à 4,7 %
Solubilité	Soluble dans 7 à 10 volumes d'alcool à 90% et dans 1,5 vol. d'alcool à 95%.	Incomplètement soluble dans l'alcool à 90 %	Incomplètement soluble dans l'alcool à 90 %
Couleur		jaune clair	vert foncé

(1) Selon GILDMESTER et HOPPMANN

(2) Analysée dans les laboratoires de New York de FRITZSCHE BROTHERS INC.

Le résidu d'évaporation des huiles brésiliennes est ordinairement plus élevé que celui des huiles italiennes, car ces dernières sont obtenues par expression manuelle tandis que les premières par expression mécanique. La différence se reflète également dans le contenu et la qualité des deux types d'huile, l'huile italienne étant plus légère et d'une meilleure odeur et ilaveur.

#### III - 4. Composition chimique

La majeure partie de l'essence de mandarine est formée de limonène droit. Quant au constituant qui communique son parfum caractéristique ainsi que sa fluorescence, à l'huile, il s'agit du méthylanthranilate méthylo à des teneurs de l'ordre de 1 % (17).

L'huile renferme par ailleurs d'autres constituants en faibles quantités tels que pinène, camphène, dipentène, cymène, linalol, terpinéol, nérol, géraniol, acétate de linalyle, aldéhydes en  $C_8$ ,  $C_9$ ,  $C_{10}$ , et  $C_{12}$ , citral et citronellal. (7).

#### IV - Déterpénation des huiles essentielles

Une essence déterpénée est une essence concentrée obtenue après élimination de la totalité ou du moins de la plus grande partie des constituants inutiles. Cette concentration a reçu le nom de déterpénation puisque les produits à éliminer appartiennent à la famille des terpènes.

La déterpénation est effectuée pour toutes les essences contenant une proportion importante d'hydrocarbures terpéniques inutiles (entre autres limonène, pinène) et même pour les essences pauvres en terpènes comme celles de menthe, de géranium et de neroli.

Elle a en effet un double avantage : non seulement elle élimine les hydrocarbures dont l'odeur, généralement faible, est souvent désagréable, mais encore elle augmente considérablement la solubilité dans l'alcool dilué. (9).

Les essences déterpénées s'obtiennent par des méthodes diverses appropriées à la composition de l'essence traitée. Il s'agit de la distillation fractionnée sous le vide, de la cristallisation fractionnée par refroidissement à basse température, au partage dans certains solvants, etc... (3).

## V - Epuration et conservation des huiles essentielles

### V - 1. Epuration

Quelque soit le procédé, employé pour l'extraction des essences, elles renferment toujours une certaine quantité d'impuretés, telles que des matières pectiques, colorantes, des résines, des matières grasses, de l'eau, etc... Ces impuretés s'y trouvent soit à l'état de simple mélange soit en solution. Elles se séparent par décantation, mais, il est impossible de les éliminer complètement par filtration. On les soumet alors à une nouvelle distillation avec la vapeur d'eau ou sous le vide. Ce dernier procédé est préférable, car par distillation avec la vapeur d'eau, on n'obtient jamais les essences à l'état anhydre, ce qui fait qu'elles se troublent dès qu'on les mélange avec deux fois leur volume d'éther de pétrole.

La rectification par la vapeur d'eau est cependant, employée. Les essences rectifiées sont plus suaves et se conservent mieux que les essences brutes. (1).

### V - 2. Conservation

Les essences sont généralement très fragiles et demandent des soins particuliers. En règle générale, il faut les conserver en vases pleins, bien bouchés, à l'abri de l'air, de la lumière et de la chaleur, car ces trois éléments leur sont nuisibles. Les essences conservées en dehors de ces conditions perdent la finesse de leur parfum, prennent une odeur de terebenthine et parfois se résinifient.

Pour obtenir une fermeture hermétique, on recouvre le col des vases bouchés d'une capsule de caoutchouc ou de baudruche. En outre, pour prélever de l'essence dans les flacons, il faut se garder de verser;

on se sert alors d'une pipette, afin de ne pas laisser l'essence sur les parois du vase où elle ne tarderait pas à se résinifier. Enfin, tenir les vases pleins, autant que faire se peut.

D'après Van Dragendoff (1), les essences conservées longtemps perdent la propriété d'être miscibles en toutes proportions dans l'alcool, elles ne fournissent alors des dissolutions claires qu'avec très peu d'alcool, ce qui est un inconvénient. Ce changement doit être évidemment attribué à une résinification partielle.

D'après C.A. MC DONALD (1), on assure le mieux la conservation des essences facilement oxydables en versant dans les vases qui doivent les contenir une couche de 2 - 3 cm<sup>3</sup>. de glycérine, après quoi on remplit les vases d'essence et on les place sur le goulot. Ce moyen permettrait de conserver les essences perdant plusieurs mois sans aucune altération. Mais il ne faut pas perdre de vue que la glycérine absorbe le parfum. (1)



## VI - GENERALITES SUR LES AROMES ALIMENTAIRES

### 1 - Qu'est ce que l'arôme

Les arômes alimentaires sont des mélanges complexes comportant des substances aromatisantes appartenant à une ou plusieurs des trois catégories suivantes :

a - Les substances aromatisantes naturelles extraites de denrées alimentaires brutes ou préparées, de fruits, telles que les huiles essentielles et les extraits de toutes sortes.

b - les substances aromatisantes de synthèse, identiques à celles qui existent dans la nature. Ce sont donc des substances synthétisées chimiquement et dont la constitution reproduit exactement celle de la substance trouvée dans un arôme naturel.

c - Les substances aromatisantes artificielles sont des corps chimiques définis obtenus par synthèse et dont la constitution ne correspond à aucun produit trouvé dans la nature. A cette catégorie appartiennent certains homologues ou analogues des substances naturelles tels que l'ethylmethylamine, de même que des corps qui n'ont strictement rien à voir avec des produits naturels, tels que le musc ambrette, le propenylguathol. (18)

### 2 - Caractères organoleptiques

- Odeur : c'est une propriété caractéristique d'un corps au même titre que sa couleur, sa densité et son point d'ébullition. Elle est due à une émission de particules matérielles qui viennent frapper nos muqueuses olfactives.

- Texture : désigne la consistance d'un produit

- Flaveur : désigne l'ensemble des sensations gustatives et olfactives perçues lors de la consommation d'un aliment et résultant de la stimulation des récepteurs chimiques de la région buccal-nasopharyngée.

Ce terme flaveur couvre deux éléments distincts : goût et arôme.

- Goût : il est réservé à la perception par les pupilles de la langue des quatre saveurs fondamentales : salés, sucrés, amère et acide.

- Arôme : élément olfactif de la flaveur, ce terme s'emploie pour caractériser :

. L'odeur des corps volatils issus des aliments ou boissons et perçue au cours de leurs dégustation.

. La propriété odorante des aliments et boissons responsables de la flaveur. (18).

### 3 - Caractères physiques :

- Volatilité : les points d'ébullition des composants des arômes couvrent une vaste gamme, au dessous et au dessus de 100° C. Cependant, tous ces corps ont un point commun : ils sont entraînés par la vapeur d'eau. Il s'agit ici d'une caractéristique intrinsèque des corps odorants. En effet, les odeurs ne se dégagent pas en atmosphère complètement sèche, en d'autres termes elles nécessitent l'humidité comme véhicule.

Les arômes sont donc entraînés par la vapeur d'eau, même ceux dont les points d'ébullition sont largement supérieurs à 100° C. Cet entraînement a lieu en présence ou en absence d'air quelle que soit la pression ; cependant la composition de la phase entraînée varie en fonction de la pression.

L'entraînement est moins bon sous pression réduite. C'est à dire qu'il faut un plus grand poids de vapeur pour entraîner un même poids d'arômes.

- Solubilité dans l'eau : celle-ci est très variable. Dans le cas où elle est pratiquement nulle à température ordinaire, il est possible de séparer la phase non aqueuse par décantation ; le produit ainsi obtenu est dénommé "huile essentielle". Par contre, beaucoup d'arômes ou tout au moins une fraction importante de leurs composants demeurent en solution dans les eaux d'entraînement condensés.

De toute manière le critère de solubilité peut conduire à un fractionnement arbitraire de l'ensemble des corps odorants, car il n'est pas significatif sous l'angle aromatique : on en voit l'exemple dans de nombreuses distillations de plantes à parfum où une importante et intéressante fraction soluble est souvent perdue ou tout au moins mal valorisée. (18).

#### 4 - Classification aromatique

D'après "Luthi", il existe trois sortes de substances aromatiques qui donnent au produit l'arôme caractéristique :

a - Des substances caractéristiques spécifiques ou essentiels sans lesquelles l'arôme d'un jus de fruit n'est pas typique.

b - Des substances aromatiques non spécifiques ou de soutien en général peu volatils et insolubles dans l'eau. C'est le cas du géraniol dans le jus d'agrumes.

c - Des substances aromatiques neutre qui n'apportent rien à un arôme caractéristique. C'est le cas de l'éthanol en quantité très variable dans presque tous les jus de fruits (18).

#### 5 - Évaluation 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 non son pouvoir odorant. (18)

L'une des méthodes d'analyse préconisée pour les huiles et les arômes est la chromatologie en phase gazeuse qui représente un progrès considérable dans le contrôle analytique des essences. Avec l'avènement des colonnes capillaires en verre pris en silice fondue, son pouvoir de résolution inégalé permet de procéder aux analyses les plus délicates. Dans le domaine des produits naturels en particulier, elle facilite l'identification des constituants, même à l'état de traces, fournissant ainsi des informations précieuses pour la comparaison des huiles, des arômes et de la classification des espèces végétales (19) Ainsi donc, les techniques analytiques chromatographiques peuvent être classées en 3 grandes catégories :

Celle adaptée aux composés volatils des huiles et arômes et dite "espace de tête ou Headspace, celle dite de fractionnement, contrôle et dosage et enfin celle d'identification (20)

1 - Technique d'espace de tête ou Headspace :

Les méthodes d'extraction d'huiles ou d'arômes alimentaires sont très variées car elles sont fonction, non seulement des caractéristiques physico-chimiques des composés volatils (tension de vapeur, solubilité, polarité, taille, etc) mais aussi de la nature de l'aliment, de sa composition et de sa consistance. C'est, en général, par un ensemble de méthodes que l'on obtient un extrait aromatisant. La qualité, la composition et le rendement de cet extrait dépendent des méthodes utilisées, du matériel et dans le cas de l'extraction par les solvants, du solvant lui-même et de la durée d'extraction (19)

Une des méthodes les plus employée est celle de l'"espace de tête" ou Headspace. Elle peut s'effectuer de différentes manières :

a) - Les constituants volatils de l'arôme sont piégés sous forme liquide ou solide dans une boucle d'échantillonnage refroidie à basse température. Après volatilisation par brusque chauffage, ils sont injectés dans la colonne chromatographique

b) - Les constituants volatils sont piégés sur un adsorbant solide constitué par un polymère organique hydrophobe à très grande surface spécifique. Les plus utilisés dans l'isolement des composés volatils sont la chromosorb, le tenax GC et plus rarement le charbon activé. Cet adsorbant (100 à 500 mg) est placé dans un tube de verre et conditionné entre 180 °C et 225°C. Avant usage, par passage d'un courant d'azote très pur et ne contenant pas d'oxygène. Ce piège alors relié à l'appareil contenant l'échantillon et les composés volatils sont entraînés dans ce dernier à l'aide d'un courant d'azote, d'hélium ou d'air reconstitué. Le piège une fois saturé est débranché et purgé avec de l'azote purifié pour éliminer l'eau. Puis, les produits volatils sont désorbés selon 2 procédés :

- soit par une voie thermique suivie d'une recondensation en tête de colonne ou dans un capillaire en verre

- soit par un lavage de piège avec une petite quantité de solvant.

c) - Les composés volatils entraînés par un courant gazeux, sont piégés dans une colonne de grande longueur dont la paroi interne est enduite d'une phase organique telle que graisse silicone. Ceux-ci sont ensuite désorbés par chauffage et recondensés dans un piège à tenax GC.

: / :

d) - Une dernière technique consiste à entraîner les composés volatils par un courant de gaz inerte (azote, helium, argon, gaz carbonique) et à les piéger dans une boucle refroidie dans l'azote liquide. Cette technique a été appliquée récemment lors d'analyse de fraises, de jus d'orange et d'huile d'olive (19)

## 2- Fractionnement, contrôle et dosage

Les mélanges aussi complexes que les arômes alimentaires nécessitent des méthodes de fractionnement très sensibles et sélectives avant leurs analyses. Cette séparation peut se faire par :

- fractionnement chimique ; ce qui permet de séparer le mélange initial en fractions neutres, acide et basique, ou en catégorie fonctionnelle
- fractionnement par chromatographie d'adsorption sur gel de silice à basse température ou sur mélange terre d'infusoire - bentonite ou encore sur un polymère organique.

L'ensemble de ces techniques n'est pas seulement utilisé pour la séparation mais aussi pour le contrôle des différents stades de la séparation et le dosage des fractions (19)

## 3 - Identification

Elle peut se faire de diverses manières soit par :

### \* 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 (18).

### \* Technique d'enrichissement :

Cette technique consiste à effectuer une série de chromatogrammes sur deux colonnes de polarité différente : D'abord avec l'huile essentielle, ensuite avec des 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 a la même largeur, donc la même efficacité et une hauteur multipliée, l'identification est confirmée (21).

### \* Méthode des indices de KOVATS :

Parmi les grandeurs qui caractérisent la rétention d'un composé en CPG, les indices de KOVATS sont les plus utilisés car sur une colonne donnée, ils varient très peu avec la température.

De tels indices se calculent en CPG isotherme, à l'aide de la relation générale suivante :

$$I_i = 100 n + 100 \frac{\ln (t_{r,i} / t_{r,n})}{\ln (t_{r,n+1} / t_{r,n})}$$

où I : désigne l'indice de rétention du soluté i,  $t_{rn}$  le temps de rétention de la n-paraffine dont le pic sort immédiatement avant celui du soluté i et dont le nombre d'atomes de carbone est n, et  $t_{r,n+1}$  le temps de rétention de la n-paraffine a (n+1) atomes de carbone, sortant immédiatement après le soluté.

Pour éviter les valeurs décimales, KOVATS a multiplié par 100 toutes les valeurs de n, c'est-à-dire que par définition quelle que soit la colonne et la température utilisées, l'indice de rétention d'une paraffine normale est égal à 100 fois son nombre d'atomes de carbone (22).

Dans le cas de la CPG à température programmée, la relation précédente peut s'utiliser sous la forme linéaire simplifiée proposée par VAN DEN DOOL et KRATZ :

$$I_{i \text{ prog}} = 100 n + 100 \frac{T_{r,i} - T_{r,n}}{T_{r,n+1} - T_{r,n}} \quad \text{avec } T_r = T_0 + r T_r$$

où  $T_0$  désigne la température initiale ( $^{\circ}\text{C}$ ), r le gradient de température ( $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), et  $T_r$  le temps de rétention.

Ces 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 :

$$I_i (\text{PR}) = I_i (\text{PH}) + \text{DI} (n) \quad (20)$$

## VIII - Analyse sensorielle des huiles essentielles :

### 1 - 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 par CPG muni d'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 individuel.

Les molécules odorantes dont seulement un petit nombre est perçu (2-3%) peuvent suivre, outre la voie nasale normale, une diffusion rétro-nasale. Mais, avant d'atteindre les récepteurs, elles doivent traverser la muqueuse olfactive, couche de 10 à 100  $\mu$  d'épaisseur entourant l'épithélium olfactif. Le mucus aqueux est constitué de muco-polysaccharides, de muco-protéines et très riche en ions sodium (20)

Dans les années 75, l'olfaction était un sujet très controversé. Quelques progrès ont été réalisés depuis, mais bien que le sujet ne soit pas de première importance, il n'en demeure pas moins que la relation entre l'odeur et la structure chimique est très peu comprise de nos jours.

Un nouveau type d'installation, le " litman Aronatek Apparatus " a été conçu et mis au point pour augmenter la créativité productive des parfumeurs en rendant possible l'étude de mélanges de vapeurs d'huiles essentielles ou de substances aromatiques ou flaveurs jusqu'à l'obtention de la fragrance désirée. La relation odeur-constitution chimique a été établie à partir de l'étude portant sur 1396 substances odorantes (23).

## 2 - Flaveur des matières :

Parmi toutes les matières de flaveur naturelle, les huiles essentielles et les oléorésines sont les plus importantes. Isolées directement des plantes par divers moyens d'extraction (entraînement à la vapeur, extraction par solvant, distillation ou expression mécanique), les huiles essentielles ont été utilisées comme extraits ménagers depuis 150 ans environ. L'amande, l'anis, la cannelle, le citron et la vanille ont été les plus utilisées (24).

Depuis, on assiste à un développement et un accroissement rapide de l'industrie de la flaveur s'expliquant par le passage de la transformation artisanale et domestique à la production industrielle d'aliments et de boissons. Ainsi, les huiles de citrus incluant l'orange, le citron ou la limette, la pamplemousse et la mandarine, les huiles d'épices, particulièrement de gingembre, les huiles de menthe, en particulier de menthe poivrée, de menthe arvensis démentholée et de menthe crêpue, trouvent un emploi sans cesse croissant dans les boissons, dans les confiseries, les aliments préconditionnés et pharmaceutiques (24).

La tendance vers les flaveurs chimiques obtenus naturellement et provenant très souvent des huiles essentielles, a été encouragée par les fabricants de produits alimentaires qui ont perçu un avantage commercial à tirer en désignant leurs produits sous le vocable " naturels ".

Cette tendance vers le naturel a commencé en Europe de l'Ouest et au Japon pour réagir aux régulations gouvernementales et à l'impact de la consommation. Le Dr Jan STOFFBERG, dans un article publié récemment sous le titre " la flaveur de la nourriture - comment le Naturel est Naturel " (25), a conclu que la distinction simple, subjective et émotionnelle entre l'assainissement naturel et artificiel n'est pas justifiée. Il recommande l'éducation du consommateur concernant la vraie valeur et le profit de l'aliment et de ses ingrédients (24).

## 3 - Evolution de la qualité

La qualité et l'authenticité sont devenues des facteurs de grande importance. Aussi les techniques spectroscopiques ; Ultra-violet - visible, infra-rouge, la chromatographie en phase gazeuse et celle couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS) sont d'un usage courant pour évaluer la quantité des huiles essentielles. Récemment, des analyses isotopiques ont été employées pour déterminer l'authenticité des huiles essentielles et d'autres éléments de flaveur. Parmi elles, l'analyse au carbone C14 permet de détecter facilement l'addition de produits synthétiques dans les huiles essentielles. La plupart des parfumeurs préfèrent utiliser des huiles essentielles pures ; l'adultération ou falsification de ces matières viole non

seulement les lois, mais jette également le discrédit sur l'industrie. La disponibilité des huiles essentielles mélangés et reconstituées est importante pour les parfumeurs, et les flavoristes, cependant ces matières doivent être identifiées et enregistrées (24).

#### 4 - Evaluation sensorielle couplée avec la CPG :

La technique la plus répandue est l'évaluation par un jury d'experts " Panel " de l'odeur de chaque pic qui émerge d'une colonne chromatographique en phase gazeuse. On peut analyser les impressions olfactives de plusieurs portions du chromatogramme. Mais 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 autre constituant. Il sera alors possible à un nez exercé d'en déterminer l'odeur ou l'impression olfactive en utilisant des descripteurs tels que odeur, moisie, fumée, fruitée, boisée, épicée, terreux, phénolique etc... dont l'intensité pourra être chiffrée à l'aide d'une échelle arbitraire (de 0 à 5 par exemple, dans laquelle 0 correspondra à une intensité nulle, et 5 à une intensité très forte. 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 est plus vaste. (20).



## PARTIE EXPERIMENTALE

## I - OBJECTIF DU TRAVAIL

L'objectif de notre travail est de pouvoir préciser dans un premier temps, les conditions les plus favorables de détermination des composants les plus importants des huiles essentielles dans les arômes alimentaires par chromatographie en phase gazeuse.

Dans un deuxième temps, nous nous préoccupons de l'identification des constituants majeurs de ces huiles et ce par la méthode qualitative des grandeurs de rétention ou indice de Kovats afin de nous assurer de la qualité de ces huiles.

Par ailleurs, afin de compléter notre analyse, nous avons déterminé par spectrométrie d'absorption atomique, la teneur de deux métaux indésirables Pb et Cd.

## II - APPAREILLAGE DE CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Tout chromatographe en phase gazeuse est composé, comme le montre la figure 1, représentant le schéma d'une chambre d'introduction ou injecteur, d'une colonne permettant la séparation, et d'un détecteur. La colonne constitue la partie essentielle, car c'est d'elle que dépend le succès de la séparation.

On distingue deux types de colonnes :

- Les colonnes à remplissage
- Les colonnes capillaires ou à tube ouvert.

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

La première citée est constituée par un tube vide et le liquide stationnaire est fixé sur les parois internes de la colonne. Le diamètre intérieur de la colonne est très petit (0,2 à 0,5 mm) par rapport à la longueur (20 à 50 mètres). Cette colonne porte le nom en abrégé de WCOT (Wall Coated Open Tubular).

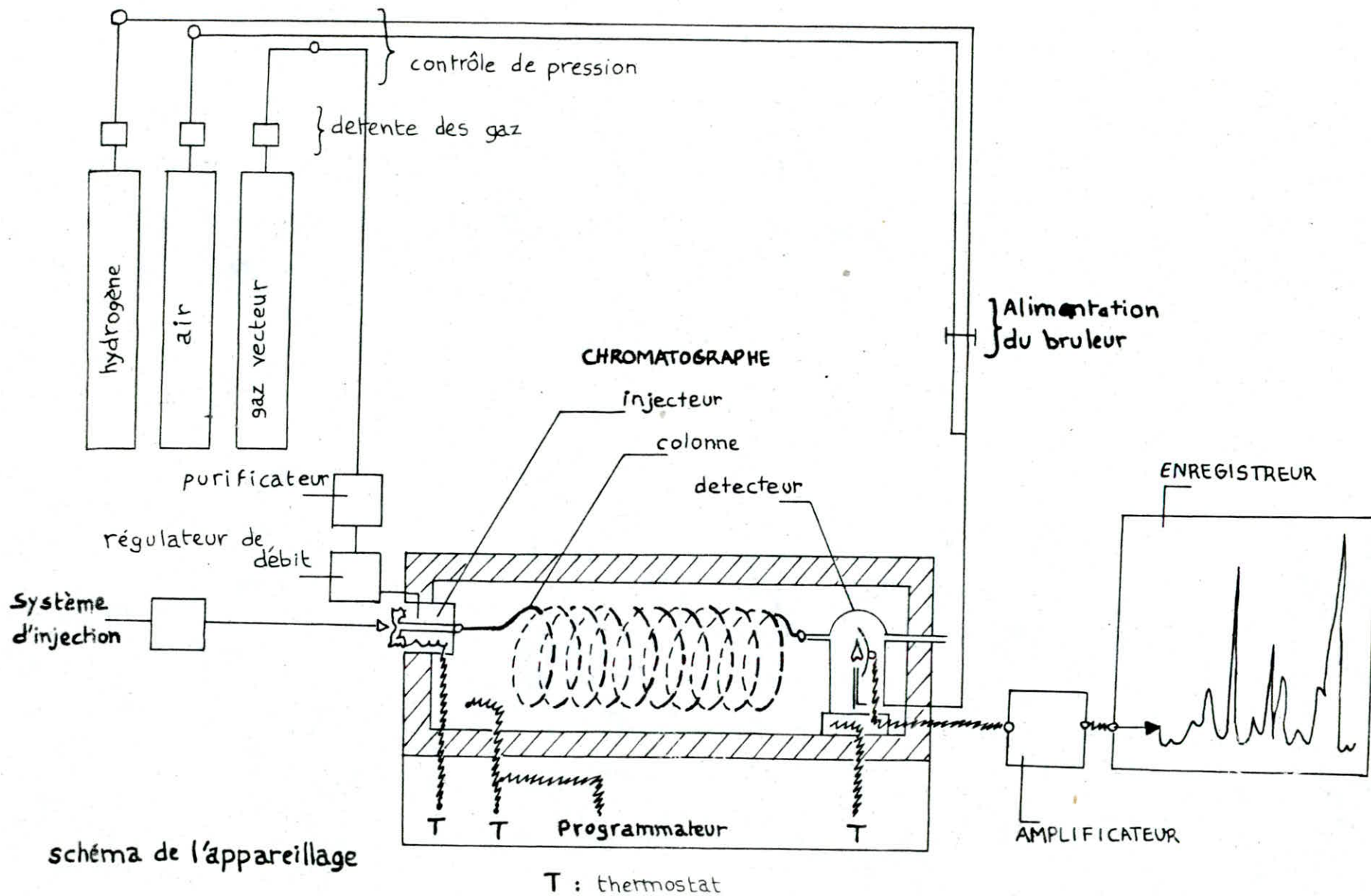


Figure n°1 - CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE

Quant aux colonnes capillaires à remplissage ou SCOT (support coated open tubular), un support très fin (diamètre de 5 à 10 microns), préalablement imprégné d'un liquide stationnaire convenable, est déposé sur la paroi interne du tube remplaçant par là le film mince qui se trouve dans les colonnes classiques.

### III - Contrôle analytique des huiles essentielles

Les échantillons d'huiles essentielles utilisés dans notre étude ont été importés par l'Entreprise Nationale de Distribution Chimique (DIPROCHIM).

#### III - 1. Evaluation des propriétés physicochimiques

Les propriétés physicochimiques ont été déterminées suivant les normes AFNOR.

##### 1 - Densité : $d_{20}^{20}$

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. (26).

Les mesures ont été faites à l'aide d'un pycnomètre de 1 ml et d'une balance analytique digitale.

La densité est donnée par la formule :  $d = \frac{m1 - m}{m2 - m}$ , où

m1 : poids du pycnomètre avec l'huile essentielle.

m2 : poids du pycnomètre avec l'eau distillée

m : poids du pycnomètre à vide

##### 2 - Indice de réfraction : $n_d^{20}$

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

La longueur d'onde spécifiée est (589,3 + 0.3) nm, correspondant aux radiations D1 et D2 du spectre du sodium. (27).

Le réfractomètre utilisé est un ATAGO 53020.

### 3 - Pouvoir rotatoire : $\alpha_D^{20}$

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 100 mm de l'huile essentielle dans des conditions déterminées de température. (28).

L'appareil utilisé est un : PERKIN ELMER 141

Le pouvoir rotatoire est donné par la formule : 
$$D = \frac{A}{l} \times 100$$

A est la valeur de l'angle de rotation en degrés.

l est la longueur du tube utilisé en millimètres.

### 4 - Miscibilité dans l'éthanol

Une huile essentielle est dite miscible à V volumes et plus d'éthanol de titre alcoométrique déterminé, à la température de 20°C, lorsque le mélange de 1 volume de l'huile essentielle considérée avec V volumes de cet éthanol est limpide et le reste après addition graduelle d'éthanol de même titre, jusqu'à un total de 20 volumes. (29)

### 5 - Indice d'acide : I A

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres contenues dans 1 gramme d'huile essentielle. (30).

Mode opératoire: Peser 2 grammes d'huile essentielle à 1 mg près ; introduire la prise d'essais dans un ballon de 100 ml ; ajouter 5 ml d'éthanol à 95 % (V/V), 5 gouttes de phénolphthaléine et neutraliser la solution par KOH alcoolique 0.1 N.

$$I.A = \frac{5.61 \times V}{n}$$

V : volume en ml de KOH utilisé

n : masse en gramme de la prise d'essai.

## 6 - Indice d'ester : I.E.

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. (31).

Mode opératoire : Dans un ballon de 100 ml, nous introduisons 2 grammes d'huile essentielle (à 1 mg près) puis 25 ml de la solution d'hydroxyde de potassium 0,5 N dans l'éthanol et des fragments de pierre ponce.

Nous adaptons le réfrigérant et nous plaçons le ballon sur le bain d'eau bouillante pendant 1 heure. Nous laissons refroidir ; nous ajoutons 20 ml d'eau distillée puis 5 gouttes de phénolphthaleine et nous neutralisons avec HCl 0,5 N.

Parallèlement à la détermination, nous effectuons un essai à blanc, dans les mêmes conditions et en utilisant les mêmes réactifs.

$$I.E. = \frac{28.05}{m} (V_0 - V_1) - I.A.$$

m : masse en grammes de la prise d'essais.

V<sub>0</sub> : Volume en millilitres de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

V<sub>1</sub> : Volume en millilitres de HCl utilisé pour la détermination.

I.A. : Indice d'acide.

Le pourcentage en masse d'ester est égal à :  $E\% = \frac{M \times I.E.}{561}$ .

M : masse moléculaire de l'ester utilisé pour exprimer conventionnellement le résultat.

## 7 - Indice de carbonyle : Méthode à l'hydroxylamine libre

L'indice de carbonyle d'une huile essentielle est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme d'huile essentielle, nécessaire à la neutralisation de l'acide chlorhydrique libéré dans la réaction d'oximation avec le chlorure d'hydroxylammonium. (32).

Mode opératoire : Nous pesons dans une fiole conique (à 1 mg près) la quantité d'huile essentielle nécessaire (mandarine 10 g, menthe 2 g). Nous introduisons 20 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium et nous ajoutons 10 ml de la solution d'hydroxyde de potassium 0.5N et mélange. Nous laissons reposer le contenu de la fiole après bouchage durant 15 minutes pour la mandarine et pendant 1 heure de reflux pour la menthe.

Nous titrons par la solution d'acide chlorhydrique 0.5 N jusqu'au virage au jaune verdâtre.

L'indice de carbonyle est donné par la formule suivante :

$$56,1 \frac{(V_0 - V_1)}{n} \times C$$

C : concentration exacte, en notes par litre, de la solution d'acide chlorhydrique.

n : masse en gramme de la prise d'essai

V<sub>0</sub> : Volume en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour l'essai à blanc.

V<sub>1</sub> : Volume en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour la détermination.

La teneur en constituants carbonylés, exprimée en pourcentage en masse, de l'aldéhyde ou de la cétone spécifiée, est donnée par la formule :

$$M \frac{(V_0 - V_1)}{10n} \times C$$

M : la masse moléculaire relative à l'aldéhyde (decanal) pour la mandarine et à la cétone (menthone) pour la menthe.

8 - Résidu d'évaporation d'une huile essentielle est le pourcentage, en masse, de substances peu volatiles restant après chauffage, dans des conditions déterminées. (33).

Mode opératoire : Nous pesons la prise d'essai (5 g) dans une capsule à fond rond ; nous évaporons au bain-marie pendant 6 heures pour la mandarine. Laissons refroidir la capsule et son contenu dans le dessicater et pesons à 0.001 g près.

Le résidu d'évaporation, exprimé en pourcentage en masse est égal à  $\frac{100 n_1}{n_0}$

n<sub>0</sub> : Masse en gramme de la prise d'essai.

n<sub>1</sub> : Masse en gramme du résidu d'évaporation.



RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-dessous :

TABLEAU N°1 : Caractéristiques organoleptiques et physicochimiques obtenues selon les normes AFNOR et relatives aux huiles essentielles de menthe déterpénée, rectifiée, de mandarine et de mandarine déterpénée.

Propriétés Analytiques		Huile essentielle de menthe déterpénée rectifiée	Huile essentielle de mandarine	Huile essentielle de mandarine déterpénée
Propriétés organoleptiques	Aspect	liquide mobile limpide	liquide mobile	liquide mobile
	Couleur	Incolore	jaune or	orange
	Odeur	forte et aromatique	agréable et rafraichissante	très agréable
Propriétés Physiques	Densité $d_{20}^{20}$	0,9072	0,8798	0,9218
	Indice de réfraction $n_D^{20}$	1,4610	1,4736	1,4932
	Pouvoir rotatoire $\alpha_D^{20}$	-22°	+86°	+44
	Miscibilité dans l'éthanol	1 volume d'huile essentielle dans 3,5 volumes d'éthanol à 70% (V/V)	1 volume d'huile essentielle dans 9 volumes d'éthanol à 90% (V/V)	1 volume d'huile essentielle dans 5 volumes d'éthanol à 90% (V/V)
Propriétés Chimiques	Indice d'acide	2,13	1,34	1,34
	Indice d'ester correspondant à une teneur en ester de :	21,66 7,64% Exprimée en acétate de menthyle	7,07 2,47% exprimée en acétate de linalyle	29,39 10,19% exprimée en acétate de linalyle
	Indice de carbonyl correspondant à une teneur en aldéhyde ou en cétone de :	105,74 29,06% étalonne d'hydrogène - lamina libre exprimée en menthone	5,28 1,47% exprimée en décanol	21,18 5,89% exprimée en décanol
	Résidu d'évaporation	-	3,2%	14%

Quant aux tableaux suivants (2,3,4,5,6) indiquent les caractéristiques analytiques établies par les normes AFNOR pour les huiles essentielles de menthes et de mandarine. La comparaison des valeurs de la littérature avec nos résultats expérimentaux permet d'avoir une meilleure idée de sa qualité.

TABLÉAU N°2 : Caractéristiques analytiques tirées des normes AFNOR (34) pour les huiles essentielles de menthe poivrée.

Caractéristiques		Huiles essentielle de menthe poivrée			
		Origine			
		France	Italie	Royaume-Uni	Etats-Unis
Caractéristiques organoleptiques	Aspect	Liquide mobile, limpide			
	Couleur	presque incolore à jaune verdâtre pâle			
	Odeur	Caractéristique de l'origine considérée			
Caractéristiques physiques	Densité $d_{20}^{20}$	0,901 - 0,916	0,900 - 0,910	0,900 - 0,913	0,903 - 0,912
	Indice de réfraction $n_D^{20}$	1,4600 - 1,4640	1,4620 - 1,4640	1,4600 - 1,4650	1,4600 - 1,4640
	Pouvoir rotatoire $\alpha_D^{20}$	Compris entre -29° et -10°	Compris entre -23° et -16°		
Caractéristiques	Miscibilité à l'éthanol	Il ne doit pas être nécessaire d'utiliser plus de 5 volumes   3,5 volumes   4 volumes   5 volumes d'éthanol à 70% (V/V) à 20°C, pour obtenir une solution limpide avec 1 volume d'huile essentielle. Une opalescence peut parfois être observée			
Caractéristiques chimiques	Indice d'ester	14 - 19	14 - 34	11 - 26	14 - 19
	Indice d'ester après acétylation	135 - 200	135 - 174	165 - 226	157 - 123
	Indice de carbonyl	54 - 108	68 - 108	54 - 115	68 - 115

Caractéristiques analytiques tirées des normes AFNOR (35) pour les huiles essentielles de Menthe arvensis partiellement démentholée.

CARACTERISTIQUES		Huile essentielle de mentha arvensis partiellement démentholée (35)	
		Bresilienne	Chinoise
Caractéristiques organoleptiques	Aspect	Liquide mobile limpide	
	Couleur	inodore à jaune pâle	
	Odeur	caractéristiques	
Caractéristiques Physiques	Densité $d_{20}^{20}$	ou 889 - 0.900	0.888 - 0.808
	Indice de réfraction à 20°C	1.4560	- 4.4660
	Pouvoir rotatoire à 20°C	compris entre 29° et -22°	compris entre 24° et -15°
		Il ne doit pas être nécessaire d'utiliser plus de 4 volumes d'éthanol à 70 % (V/V) à 20°C pour obtenir une solution limpide avec 1 Volume essentielle. Une opalescence peut parfois être observée en continuant l'addition du solvant f	
Caractéristiques chimiques	Indice d'acide	1.0	
	Indice d'ester correspondant à une teneur en esters de : exprimée en acétate de menthyle	8 - 30 3 % - 11 %	5 - 18 2 % - 7 %
	Indice d'ester après acétylation : correspondant à de menthol libre :	144 - 180 55 % - 50 %	150 - 208 37 % - 66 %
	Indice de carbonyle	25 -- 45	

TABLEAU "4"

Caractéristiques tirées d'AFNOR (36) pour l'huile de menthe pouliot

CARACTERISTIQUES	L'huile de menthe pouliot
Aspect	Liquide limpide
Couleur	Presque incolore à jaune ambré
Odeur	Caractéristique, herbacée, menthée
Densité $d_{20}^{20}$	0.930 - 0.944
Indice de réfraction à 20°C	1.4800 - 1.4900
Pouvoir rotatoire à 20°C	+ 15° à + 24°
Miscibilité à l'éthanol à 70 % (V/V) à 20°C	Il ne doit pas être nécessaire d'utiliser plus de 3 volumes d'éthanol à 70 % (V/V) à 20°C, pour obtenir une solution limpide avec 1 V d'huile essentielle.
Indice de carbonyle	minimum : 295 correspondant à 80 % de constituants carbonylés de masse moléculaire relative $M_r = 152.2$

TABLEAU "5"

Caractéristiques tirées d'AFNOR (37) pour l'huile de menthe crépue

CARACTERISTIQUES	L'huile de menthe crépue
Aspect	Liquide mobile, limpide
Couleur	Presqu'incolore à jaune verdâtre
Odeur et saveur	Donnant une impression de fraîcheur et rappelant l'odeur de la feuille
Densité $d_{20}^{20}$	0,920 - 0,937
Indice de réfraction	1,4850 - 1,4910
Pouvoir rotatoire à 20°C	- 45° à - 60°
Solubilité	Il ne doit pas être nécessaire d'utiliser plus d'1 volume d'éthanol à 80 % (V/V) (à 20°C) pour obtenir une solution limpide avec 1 volume d'huile essentielle
Indice de carbonyle	Minimum : 200, correspondant à une teneur de carvone de 55 %

TABLEAU "6"

## Caractéristiques des huiles essentielles de mandarine

CARACTERISTIQUES		huile essentielle de mandarine italienne (39) (AFNOR)	Huile essentielle de mandarine (17) Selon HOFFMANN
Caractéristiques Organoleptiques	Aspect	Liquide mobile	liquide
	Couleur	du jaune verdâtre jusqu'à l'orange rougeâtre, selon le degré de maturité du fruit avec une légère fluorescence bleue	Jaune d'or à fluorescence légèrement bleuâtre
	Odeur	Caractéristique, rappelant celle du zeste du fruit	Agreable et rafraichissante
Caractéristiques physiques	Densité	$d_{20}^{20} : 0,850 - 0,855$	$d_{15}^{15} 0,854 - 0,859$
	Indice de réfraction $D_{20}^D$	1,4730 -- 1,4770	1,475 -- 1,478
	Pouvoir rotatoire $D_{20}^D$	entre $+64^\circ$ et $+75^\circ$	
	Miscibilité dans l'alcool à 90 %		Soluble avec un trouble plus ou moins marqué, dans 7 à 10 Volumes d'alcool à $90^\circ$
Caractéristiques chimiques	Indice d'acide		jusqu'à 1,7
	Indice d'ester		5 à 11
	Indice d'ester de l'essence acétylée		12,5 (une détermination)
	Teneur en constituants carbonylés, exprimée en décanol (C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O)	0,4 à 1,2 %	
	Résidu d'évaporation	2,0 à 4,0 %	

## INTERPRETATION

### 1 - Huile essentielle de menthe déterpénée rectifiée

En comparant les valeurs expérimentales de l'huile essentielle de menthe du tableau n°1 aux valeurs des tableaux n°2, 3, 4 et 5, établies par l'association française de normalisation (AFNOR) pour les différents types d'huile essentielle de menthe (poivrée, pouliot, crêpue, arvensis), nous remarquons que nos résultats se rapprochent surtout des données du tableau n°2 caractérisant les propriétés organoleptiques et physicochimiques de la menthe poivrée. Aussi, avec ces caractéristiques, nous pensons que l'huile de menthe analysée pourrait être de la menthe poivrée.

En effet, les valeurs trouvées pour les propriétés physiques sont toutes bien comprises dans les intervalles des normes ; de même, les deux indices d'ester et de carbonyle nous indiquent des teneurs d'acétate de menthyle et de menthone correspondantes à celles des menthes poivrées.

### 2 - Huiles essentielles de mandarine

Les résultats du tableau n°1 indiqués pour l'huile essentielle de mandarine montrent que les valeurs expérimentales se rapprochent dans l'ensemble de celles des données du tableau n°6 où sont portées les valeurs de la norme AFNOR et celles de HOFFMANN (17). En effet, la valeur de la densité est légèrement inférieure, ce très faible écart peut s'expliquer par plusieurs facteurs tel que : le mode d'extraction, le degré de maturité, la saison de récolte, etc... La valeur du pouvoir rotatoire est sensiblement proche de celle donnée par la littérature.

En comparant les caractéristiques de l'huile de mandarine avec celles de l'huile déterpénée, nous constatons qu'elles ont le même indice d'acide tandis que les autres caractéristiques, mis à part le pouvoir rotatoire et la miscibilité dans l'éthanol, sont plus élevées dans l'huile de mandarine déterpénée.

## C O N C L U S I O N

L'évaluation expérimentale des caractéristiques physiques et chimiques des huiles essentielles de menthe déterpenée rectifiée, de mandarine et de mandarine déterpenée, nous a permis de les caractériser, d'avoir une information sur leur qualité et de constater des variations plus ou moins importantes, notamment d'un point de vue pouvoir rotatoire de l'huile de mandarine par rapport aux valeurs citées dans la littérature.

Les valeurs relativement basses des indices d'ester et de carbonyle de l'huile essentielle de mandarine indiquent sa faible teneur en ester et en carbonyle par rapport aux huiles essentielles déterpenées de menthe et de mandarine.

Nous devons considérer avec prudence la comparaison aux valeurs étrangères car les normes d'obtention peuvent différer d'un pays à un autre (pharmacopées, organisation internationale de standardisation, etc...) et ces mêmes valeurs peuvent changer d'une région à une autre du pays considéré.

Pour cela, nous ne pouvons pas valoriser notre huile, en nous basant uniquement sur les propriétés physicochimiques, aussi est-il nécessaire de lui faire subir d'autres tests, entre autres des analyses par chromatographie en phase gazeuse.

### III - 2. Analyse chromatographique en phase gazeuse des huiles Essentielles

#### a - Choix des conditions opératoires :

D'après TEISSEIRE ( ), "Les huiles essentielles sont parmi les mélanges les plus compliqués auxquels la chromatographie gazeuse ait été appliquée". En effet, les huiles essentielles renferment de très nombreux constituants qui diffèrent par leur volatilité, leur polarité et leur concentration ; il est alors difficile d'analyser à une seule température ou sur n'importe quelle colonne de tels mélanges. Aussi, sur la base des travaux réalisés antérieurement au laboratoire (choix de la phase stationnaire) un protocole de travail a été adopté dans le but de nous permettre une analyse et une identification d'un certain nombre de composés présents à des concentrations intermédiaires et surtout de repérer la plupart de ces composés d'un chromatogramme à l'autre.

#### b - Appareillage et produits utilisés

Nous avons décrit dans le tableau suivant la nature de l'appareillage les produits utilisés et les conditions opératoires générales :

---

#### CONDITIONS OPERATOIRES

- \* Chromatographe : type : PYE UNICAM Série 304
  - \* Enregistreur et intégrateur électronique : type : PYE UNICAM PU 4840 computing intégrateur Phillips.
  - \* Détecteur ; ionisation de flamme
  - \* Colonne : Capillaire PEG 20 M, en silice fondu longueur 25 M. Diamètre intérieur : 0,32 mm
  - \* Débit du gaz vecteur (azote) : 2 ml/min
  - \* Débit d'hydrogène : 30 ml/min
  - \* Débit d'air : 300 ml/min
  - \* Température : Injecteur : 200°C  
: Détecteur : 300°C  
: Colonne : selon diverses programmations.
-



- L'huile essentielle de mandarine

Les premières analyses ont été effectuées en programmation de la température avec des vitesses de montée différentes et une température initiale assez basse afin de vérifier l'existence des composés volatils et de choisir la programmation appropriée. Pour les différentes analyses qui ont été effectuées, nous présentons sous forme de tableau quelques conclusions :

TEMPÉRATURE DE COLONNE	CONCLUSIONS
50°C / 200°C 2°C/Min	Mauvaise séparation des constituants légers apparaissant à température relativement basse (CHROMA1).
50°C / 200°C 90°C / 6°C/min 1°C/Min	Pas de séparation des constituants légers et dérive de la ligne de base entre 60°C et 15°C.
50°C / 180°C 3mm 3°C/min 25 mm	Impossible de séparer les constituants légers et nécessité de diminuer l'isotherme au début de l'analyse
50°C / 180°C 3°C/Min 8 mm	Pas de séparation des constituants légers
55°C / 180°C 2°C/Min 5 mm	Il faut augmenter la température initiale
60° / 180° C 4° C/min	Bonne séparation

- L'huile essentielle de menthe

De la même façon, quelques essais sont décrits dans le tableau ci-dessous :

TEMPERATURE DE LA COLONNE	CONCLUSIONS
$  \begin{array}{l}  180^{\circ}\text{C} \\  / \\  60^{\circ}\text{C} \quad 2^{\circ}\text{C}/\text{mm}  \end{array}  $	Mauvaise séparation de quelques constituants
$  \begin{array}{l}  180^{\circ}\text{C} \\  / \quad 2^{\circ}\text{C}/\text{mm} \\  70^{\circ}\text{C} \\  / \quad 30 \text{ mm} \\  60^{\circ}\text{C} \quad 1^{\circ}\text{C}/\text{mm}  \end{array}  $	Mauvaise séparation des constituants légers Phénomène de trainé. nécessité d'augmenter la température progressivement.
$  \begin{array}{l}  180^{\circ}\text{C} \\  / \quad 2^{\circ}\text{C}/\text{mm} \\  110^{\circ}\text{C} \\  / \quad 30 \text{ mm} \\  70^{\circ}\text{C} \\  / \quad 1^{\circ}\text{C}/\text{mm} \\  60^{\circ}\text{C} \quad 1^{\circ}\text{C}/\text{mm}  \end{array}  $	Eviter la programmation multilinéaire
$  \begin{array}{l}  140^{\circ}\text{C} \\  / \quad 4^{\circ}\text{C}/\text{mm} \\  60^{\circ}\text{C}  \end{array}  $	Bonne séparation

De ces tableaux il s'avère que le choix de la meilleure programmation de température pour les huiles essentielles de menthe et de mandarine est la suivante :

$$\begin{array}{l}
 140^{\circ}\text{C} \\
 / \quad 4^{\circ}\text{C}/\text{mm} \\
 60^{\circ}\text{C}
 \end{array}$$

Atténuation : 64

Vitesse du papier : 0,5 mm/mm

\* Solutés injectés : - Huiles essentielles de menthe déterminée rectifiée de mandarine et de mandarine déterminée

- Etalons :  $\alpha$ -pinène, camphène,  $\beta$ -pinène,  $\beta$ -carène,  $\alpha$ -phellandrene,  $\alpha$ -terpinène, limonène, cinéol,  $\beta$ -terpinène, p-cymène, menthone, isomenthone, linalol, acétate de menthyle, menthol,  $\alpha$ -terpinéol, nérol, géraniol.

\* Quantité injectée : 0,05 ml

## C - ANALYSE QUALITATIVE ET EVALUATION APPROCHEE QUANTITATIVE

L'identification des constituants majeurs des huiles a été menée par la technique de comparaison à l'aide d'étalons témoins et par la méthode des grandeurs de rétention ou indices de KOUATS.

L'utilisation d'un intégrateur a permis par la même d'évaluer approximativement la composition.

### C - 1. Identification par comparaison à l'aide d'étalons témoins

Les composés ont été identifiés d'après leurs temps de rétention représentant l'empreinte digitale de chaque constituant dans des conditions opératoires bien déterminées.

Le tableau<sup>f</sup> suivant récapitule les différents constituants identifiés dans les arômes de menthe et de mandarine, leurs teneurs respectives (pourcentages relatifs, données par les aires des pics). Dans les différentes huiles et leurs temps de rétention.

Par ailleurs, nous avons obtenu les chromatogrammes (2,3,4) avec les conditions opératoires suivantes :

- Colonne capillaire en silice fondue de carbowax 20 %.
- Programmation linéaire de température de la colonne de 60 à 180° à raison de 4° C/Mn

### Interprétation du Tableau n° f

L'utilisation de la colonne carbowax 20 M nous a permis de mettre en évidence les principaux constituants des arômes de menthe et de mandarines de sorte que, d'après les résultats, nous constatons pour l'arôme de mandarine sa richesse en limonène (92 %) et pour la menthe les teneurs élevées en menthol (54 %) en menthone (16 %) et en isomenthone (8 %).

Tableau "7" : (chroma : 2,3,4)

Constituants	t <sub>R</sub> (mn)	Menthe déterpénée rectifiée	Mandarine	Mandarine déterpénée
α - pinène	2,85	0,807	0,548	2,264
β - pinène	3,46	0,351	0,309	0,437
Δ <sub>3</sub> - carene	4,15	—	1,43	1,029
α - phellandrène	4,23	—	—	0,592
α - terpinène	4,36	1,276	—	—
Limonène	4,97	0,082	91,992	73,909
Cinéol	5,11	0,218	2,599	9,37
γ - terpinène	5,62	0,21	1,521	3,798
p - cymène	6,07	0,081	0,181	0,540
Menthone	10,39	15,988	—	—
Isomenthone	10,66	8,087	—	—
Linéol	12,61	0,188	0,003	0,800
Acétate de menthyle	12,97	2,67	—	—
Menthol	15,56	54,035	—	—
α - terpinéol	17,01	—	0,023	0,002
Carvone	17,69	4,194	—	—
Nérol	19,33	—	0,003	0,028
Géranol	21,48	—	0,001	0,708

\* Analyse de l'arôme de menthe déterpénée, rectifiée

Nous distinguons sur le chromatogramme "2" obtenu pour l'arôme de menthe environ dix pics bien résolus. D'après les résultats, nous remarquons que cet arôme a des faibles teneurs d'hydrocarbures terpéniques, ceci confirme donc déterpénation.

Les tableaux ci-dessous (8 et 9) indiquent la composition chimique en constituants majeurs de certains types de menthe, comparée à notre arôme de menthe déterpénée et rectifiée.

TABLEAU N°8

Constituants Majeurs	*	MENTHE POIVRÉE					Menthe japonaise	
		(10)				(39)	C et H	Shino- zaki
		Fran- çaise	Itali- ne	AMéri- caine	Anglai- se			
Teneur to- tale en menthol	54,035 %	45,0 à 70,0%	43,0 à 67,0%	48,0 à 65,0%	48,0 à 68,0%	29 %	69 à 91 %	78,24 à 82,78%
Teneur en menthol estérifiée	2,67 %	4,0 à 21,0%	2,9 à 10,4%	3,7 à 11,0%	3,0 à 21,0%	7,0%	-	3,00 à 6,00%
Teneur en Menthone	15,988 %	17,4%	8,0 à 29,4%	9,0 à 25,0%	9,0 à 12,0%	20,1%		11,85 à 13,75%

\* Notre arôme de menthe

TABLEAU N°9

Constituants majeurs	*	Menthe de Bergamote		Menthe Pouliot		Menthe crêpue	
		(40)	(10)	(36)	(11)	(37)	(10)
Linalol	0,188%	53,9 %					
Acétate de linalyle	-	28,9 %	33,0 à 74,0 %				
Pulégone	-			80 %	70 à 80 %		
Carvone	4,194%					55 %	56 %

L'examen de ces tableaux confirme la conclusion à laquelle nous avons déjà abouti grâce aux caractéristiques physicochimiques.

En effet, l'arôme de menthe étudié se rapproche sensiblement de celui d'une menthe poivrée.

\* Analyse des arômes de mandarine

Si nous comparons, le pourcentage relatif en limonène dans l'arôme de mandarine à celui dans l'arôme de mandarine déterpenée, nous pouvons dire que l'huile de cette dernière n'a subi qu'une légère déterpenation car si une huile est bien déterpenée, elle ne contient pas de limonène et ne retient que peu de stearoptène.

A R O M E S	% en limonène	% pinène	% B- pinène
Mandarine	91,992	0,548	0,309
Mandarine déterpenée	73,909	2,264	0,437

Ce résultat pourrait être interprété également de la manière suivante :  
forme d'adultération possible, cet arôme n'a pas été déterpenée.  
Cependant, une certaine quantité de pinène ou peut être même d'autres  
hydrocarbures terpéniques ( Carène, phellandrene, terpenène,  
p-cymène) a été ajoutée, car nous ne constatons qu'une faible diminution  
de la teneur en limonène.

## C-2. Méthode des indices de KOVATS

Pour caractériser la rétention d'un composé en C.P.G. KOVATS a choisi  
de comparer le temps de rétention d'un composé non pas à celui d'une  
seule paraffine normale mais plutôt à ceux de deux hydrocarbures paraf-  
finiques normaux l'encadrant.

Son étalonnage à l'aide des paraffines normales est donc une véritable  
échelle car en principe, il trouvera toujours des pics voisins du soluté,  
aussi lourd que soit ce dernier.

Ainsi, au cours de notre étude nous avons établi trois courbes d'étalon-  
nages température de rétention - indices de KOVATS et ce pour trois  
programmations linéaires différentes : 2°C/mm, 4°C/mm et 6°C/mm, en  
utilisant les hydrocarbures de référence allant du n-décane au n-octa-  
décane injectés en mélange dans les conditions opératoires suivantes :

\* Colonne capillaire en silice fondue :

- Phase stationnaire carbowax 20 M
- Longueur : 21 m
- Diamètre intérieur : 0,32 mm

\* Température d'injection : 200°C

\* Température de détection : 300°C

\* Température de colonne :

140°C	160°C	160°C
60 / 2°C/mm	60°C / 4°C/min	60°C / 6°C/min

- \* Attenuation : 64
- \* Volume injecté : 0,04 ml
- \* Vitesse du papier : 0,5 mm/mn
- \* Solubilité :  $10^3$

Les résultats sont portés par les tableaux suivants :

TABLEAU "10"

COMPOSES	2°C/min		4°C/min		6°C/min	
	TR (mm)	TR(°C)	TR(Mn)	TR(°C)	TR (Mn)	TR (°C)
C <sub>10</sub>	2,74	65,48	2,56	70,24	2,6	75,6
C <sub>11</sub>	3,70	67,4	3,32	73,28	3,26	79,56
C <sub>12</sub>	5,35	70,7	4,57	78,28	4,28	85,68
C <sub>14</sub>	11,77	83,54	8,77	95,08	7,44	104,64
C <sub>15</sub>	16,56	93,12	11,49	105,96	9,35	116,1
C <sub>16</sub>	21,87	103,74	14,35	117,4	11,30	127,8
C <sub>17</sub>	28,53	117,06	17,49	129,96	13,36	140,16
C <sub>18</sub>	34,01	128,02	20,26	141,04	15,21	151,26

Sur la figure n°2 et à l'aide des valeurs de ce tableau, nous avons représenté les courbes d'étalonnage  $Tr = (I)$  pour la série n alcanes de référence.

Aussi, nous avons pu, par interpolation, déterminer à partir de la valeur d'indice de n - tridécane C 13 sa température de rétention.

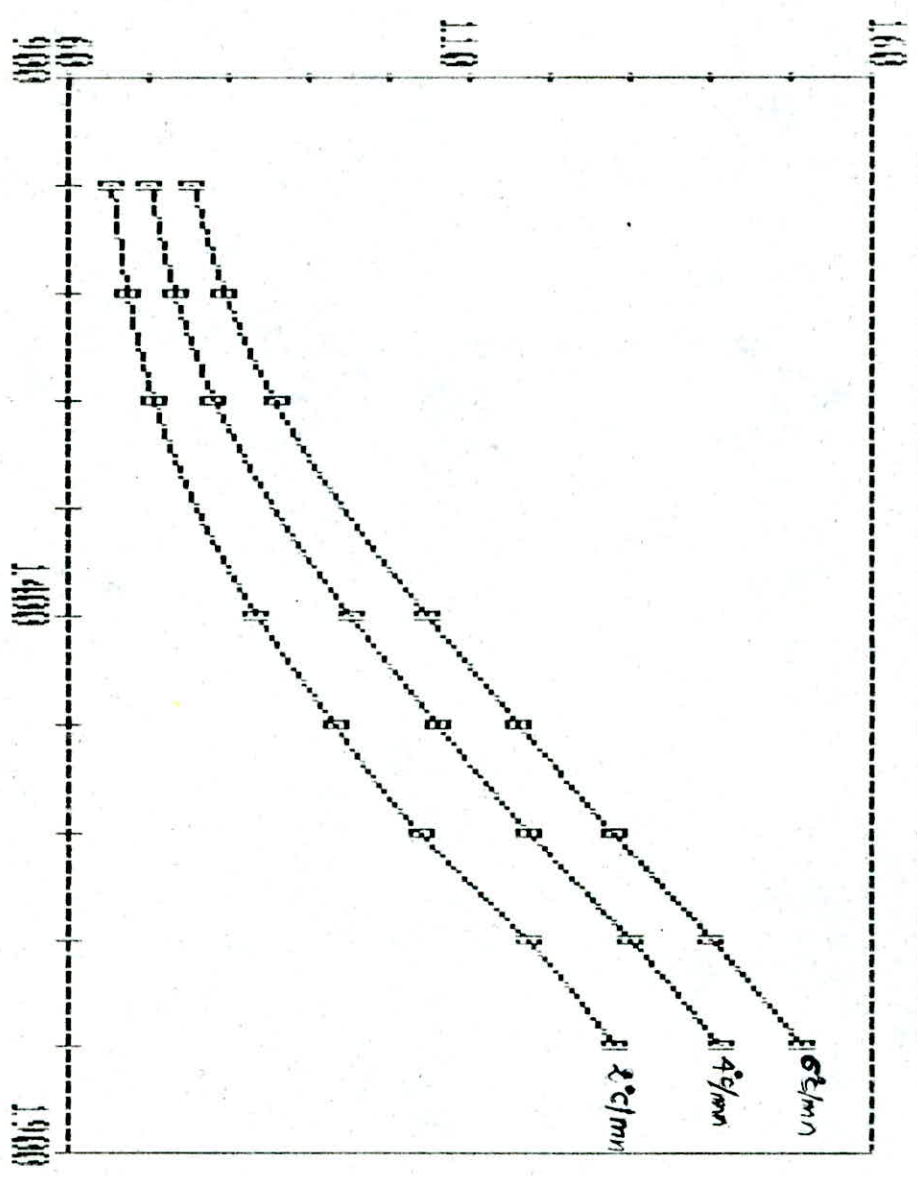
Les résultats obtenus pour les trois programmations sont les suivants :

- 2°C/min : Tr = 75,98°C ; tr = 7,99 mm
- 4°C/min : Tr = 85,67°C ; tr = 6,41 mm
- 6°C/min : tr = 94,25 ; tr = 5,70 mm



Figure n° 2:

INDICES DE ROUILLIS - TRACÉ (1) POUR 2, 4, 6 (°C/Min)



## 1 - ETABLISSEMENT D'UNE TABLE DE REFERENCE

Des échantillons d'étalons témoins ont été injectés dans les ~~mêmes~~ conditions opératoires que les hydrocarbures de référence pour les 2 programmations suivantes : 2°C/mn et 4°C/min.

A l'aide des températures de rétention, nous avons calculé les indices de rétention des étalons témoins. Un exemple de calcul est donné ci-dessous pour la programmation de 2°C/Min.

D'après la valeur du temps de rétention de pinène  $t_r = 2,83$  mn, ce dernier est encadré par les hydrocarbures  $C_{10} - C_{11}$  d'où :

$$I = 100 \times 10 + 100 \frac{65,66 - 65,48}{67,4 - 65,48}$$

$$I_{\text{pinène}} = 1009$$

Les résultats obtenus pour les indices de rétention, par calcul et ceux observés graphiquement sont rassemblés dans le tableau suivant :

Tableau "11" : Valeurs des temps, températures et indices de rétention calculées et observées graphiquement de divers étalons élués dans les conditions suivantes :

170°C  
60 / 2°C/min

160°C  
60 / 4°C/min

ETALONS	2°C/min				4°C/min			
	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)	I <sub>cal</sub>	I <sub>g</sub>	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)	I <sub>cal</sub>	I <sub>g</sub>
α-pinène	2,85	65,7	1011	1010	2,83	71,32	1035	1035
Camphène	3,31	66,62	1059	1060	2,91	71,64	1046	1050
β-pinène	3,62	67,24	1092	1095	3,46	73,84	1111	1110
Δ <sup>3</sup> -Carène	4,66	69,32	1158	1160	4,15	76,6	1166	1165
Myrcène	4,8	69,6	1167	1170	-	-	-	-
α-phéllandrène	-	-	-	-	4,23	76,92	1173	1175
α-terpinène	5,07	70,14	1183	1185	4,36	77,44	1180	1183
Limonène	5,56	71,12	1208	1208	4,97	79,88	1222	1225
Cinéol	5,61	71,22	1210	1210	5,11	80,44	1229	1230
γ-terpinène	6,46	72,92	1242	1250	5,62	82,48	1257	1260
p. cymène	7,25	74,5	1272	1275	6,07	84,28	1281	1285
Menthone	13,52	87,04	1436	1435	10,39	101,56	1459	1458
Isomenthone	14,53	89,06	1458	1460	10,66	102,64	1469	1465
Linalol	18,63	97,26	1539	1590	12,61	110,44	1539	1540
Acétate de menthyle	19,17	98,34	1549	1552	12,97	111,88	1552	1550
Acétate de Linalyle	19,64	99,28	1558	1560	13,08	112,32	1555	1560
Ortanol-1	20,29	100,58	1570	1570	12,68	110,72	1541	1542
Menthol	23,01	106,02	1617	1615	15,56	122,27	1638	1670
α-terpinéol	26,37	112,74	1667	1667	17,01	128,04	1685	1685
Carvone	26,47	112,94	1669	1670	17,69	130,76	1707	1705
Citral	27,57	115,14	1685	1685	17,38	129,52	1696	1695
Nérol	32,19	124,38	1767	1765	19,33	137,32	1766	1765

D'après les résultats trouvés, nous remarquons que les indices calculés sont proches de ceux observés graphiquement, de même les variations des indices en fonction de température ne sont pas trop élevées.

2 - Des échantillons de menthe déterpenée rectifiée, de mandarine et de mandarine déterpenée ont été injectés dans les mêmes conditions opératoires précédemment citées.

Les résultats obtenus pour chacun des échantillons sont représentés sur les tableaux suivants :

(12, 13, 14)

Tableau "12" Valeurs des temps et températures de rétention de certains constituants de menthe déterpénée

Constituants	2°C/mn		4°C/mn		6°C/mn	
	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)
α-pinène	2,85	65,7	2,79	71,16	2,64	75,84
β-pinène	3,77	67,54	3,49	73,96	3,33	79,98
Δ <sub>3</sub> carène	4,38	68,76	4,04	76,16	3,7	82,2
α-phellandrène	—	—	—	—	4,15	84,9
α-terpinène	5,13	70,26	4,64	78,56	4,25	85,5
limonène	5,76	71,52	5,07	80,28	4,73	88,38
cinéol	6,18	72,36	5,39	81,56	—	—
δ-terpinène	6,57	73,14	5,73	82,92	—	—
p-cymène	—	—	5,09	83,6	—	—
Menthone	13,49	86,98	10,24	100,96	8,62	111,72
Iso menthone	14,55	89,1	10,89	103,56	9,09	114,54
linalol	18,73	97,46	12,45	109,8	9,97	119,82
Acétate de menthyle	—	—	12,9	111,6	10,44	122,64
menthol	23,02	106,04	15,45	121,8	12,27	133,62
carvone	26,46	112,92	17,53	130,12	13,75	142,5

Tableau "13"

Valeurs des temps et températures de rétention de certains constituants de mandarine.

Constituants	2°C / mn		4°C / mn		6°C / mn	
	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)
α - pinène	2,79	65,58	2,71	70,84	2,71	76,26
β - pinène	3,74	67,78	3,52	74,08	3,41	80,46
Δ <sub>3</sub> - carène	4,36	68,72	3,97	75,88	3,78	82,68
Limonène	5,51	71,02	4,98	79,92	4,51	87,06
Cinéol	6,11	72,22	5,39	81,56	4,88	89,28
γ - terpinène	6,64	73,28	5,75	83,00	5,19	91,14
p - cymène	—	—	5,97	83,88	5,35	92,1
α - terpinéol	—	—	17,07	128,28	—	—
Nérol	—	—	19,39	137,56	—	—

Tableau "14"

Valeurs des temps et températures de rétention de certains constituants de mandarine d'été.

Constituants	2°C / mn		4°C / mn		6°C / mn	
	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)	t <sub>R</sub> (mn)	T <sub>R</sub> (°C)
α - pinène	2,91	65,82	2,79	71,16	2,74	76,44
β - pinène	3,79	67,72	3,49	73,96	3,41	80,46
Δ <sub>3</sub> - carène	4,49	68,98	4,05	76,20	3,82	82,92
α - phellandène	—	—	4,25	77,00	4,01	84,06
Limonène	5,58	71,16	4,81	79,27	4,47	86,82
Linéol	6,36	72,72	5,39	81,56	4,91	89,46
γ - Terpinène	6,84	73,68	5,76	83,04	5,21	91,26
p - cymène	7,13	74,26	5,99	83,96	5,37	92,22
Linalol	18,01	96,02	12,45	109,8	10,01	120,06
α - Terpinéol	—	—	17,47	129,88	—	—
Nérol	—	—	19,42	137,68	—	—

A l'aide des températures de rétention, nous avons calculé les indices de rétention de certains constituants

Tableau "15" : Indices de rétention obtenus par calcul des constituants identifiés dans les trois arômes pour les 3 programmations.

Constituants	2°C / mn		
	I <sub>1</sub> <sup>*</sup>	I <sub>2</sub> <sup>*</sup>	I <sub>3</sub> <sup>*</sup>
α - pinène	1011	1005	1017
β - pinène	1104	1102	1101
Δ <sup>3</sup> - carene	1141	1140	1148
α-phellandrene	-	-	-
α-terpinène	1186	-	-
Limonène	1215	1206	1209
Cinéol	1231	1229	1238
δ-terpinène	1246	1249	1256
p-cymène	-	-	1267
Menthone	1436	-	-
Iso menthone	1458	-	-
Linalol	1541	-	1527
Acétate de menthyle	-	-	-
Menthol	1617		
α-terpineol	-	-	-
Carvone	1669	-	-
Nerol			

4°C / mn		
I <sub>1</sub> <sup>*</sup>	I <sub>2</sub> <sup>*</sup>	I <sub>3</sub> <sup>*</sup>
1030	1020	1030
1113	1116	1113
1157	1152	1158
		1174
1183		
1227	1222	1213
1244	1244	1244
1263	1264	1264
1272	1276	1277
1454		
1478		
1533		1533
1549		
1635		
	1686	1699
1701		
	1768	1769

6°C / mn		
I <sub>1</sub> <sup>*</sup>	I <sub>2</sub> <sup>*</sup>	I <sub>3</sub> <sup>*</sup>
1006	1016	1021
1107	1115	1115
1143	1151	1155
1187		1173
1197		
1231	1216	1213
	1242	1244
	1264	1265
	1275	1276
1461		
1486		
1532		1534
1556		
1648		
1721		

I<sub>1</sub><sup>\*</sup> : Indices de rétention des constituants de menthe déterpénée rectifiée.  
 I<sub>2</sub><sup>\*</sup> : Indices de rétention des constituants de mandarine.  
 I<sub>3</sub><sup>\*</sup> : Indices de rétention des constituants de mandarine déterpénée.

Le tableau suivant indique les indices de rétention observés graphiquement :

Tableau "16" : Indices de rétention observés graphiquement -  
 -ment pour les 3 programmations et pour  
 Chaque type d'arômes.

Constituants	2°C/mn		
	I <sub>1g</sub> <sup>*</sup>	I <sub>2g</sub> <sup>*</sup>	I <sub>3g</sub> <sup>*</sup>
α-pinène	1020	1020	1025
β-pinène	1105	1105	1105
Δ <sub>3</sub> -Carène	1150	1150	1150
α-phellandrène	-	-	-
α-terpinène	1185	-	-
Limonène	1215	1210	1210
Cinéol	1235	1235	1245
γ-terpinène	1250	1252	1260
p-cymène	-	-	1273
Menthone	1435	-	-
Isomenthone	1460	-	-
Linalol	1543	-	1530
Acétate de menthyle	-	-	-
Menthol	1615	-	-
α-terpineol	-	-	-
Carvone	1670	-	-
Nerol	-	-	-

4°C/mn		
I <sub>1g</sub> <sup>*</sup>	I <sub>2g</sub> <sup>*</sup>	I <sub>3g</sub> <sup>*</sup>
1025	1025	1025
1115	1115	1115
1160	1160	1160
-	-	1175
1205	-	-
1225	1225	1217
1245	1245	1245
1267	1267	1267
1275	1280	1280
1455	-	-
1480	-	-
1535	-	1535
1550	-	-
1640	-	-
1685	-	1697
1701	-	-
-	1765	1765

6°C/mn		
I <sub>1g</sub> <sup>*</sup>	I <sub>2g</sub> <sup>*</sup>	I <sub>3g</sub> <sup>*</sup>
1020	1020	1025
1105	1115	1115
1150	1150	1155
1187	-	1175
1197	-	-
1230	1215	1215
-	1245	1247
-	1265	1265
-	1280	1280
1465	-	-
1490	-	-
1535	-	1535
1555	-	-
1650	-	-
-	-	-
1720	-	-
-	-	-

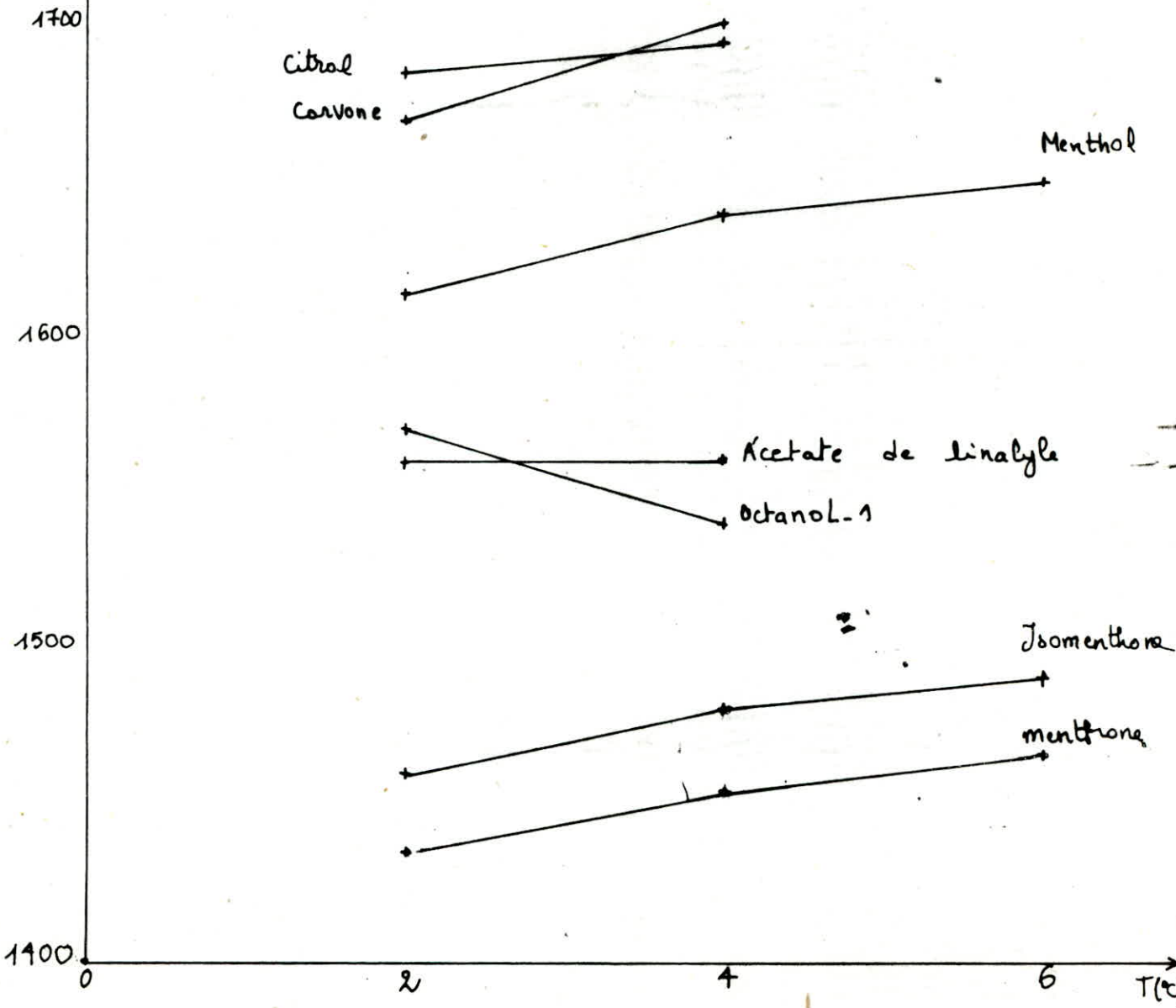


La figure n°3 représente les variations de températures en fonction des indices de rétention de certains constituants :

$I_B$

Fig 3

Variation des indices de retention en fonction de la température



Le tableau suivant indique les indices de rétention de certains constituants contribués sur des colonnes capillaires PEG 20 M.

Tableau : "17" Indices de rétention

Constituants	I <sub>1</sub>	I <sub>2</sub>	I <sub>3</sub>
α - pinène	1039	1042	1016
β - pinène	1124	1127	1117
Δ <sub>3</sub> - carène	—	—	1156
α - phellandrène	1117	—	1172
α - terpinène	—	—	1195
Limonène	1206	1204	1213
Cinéol	1228	—	—
δ - terpinène	1251	—	1256
p - cymène	1272	1257	1282
Iso-menthone	1478		
Linalol	1506	1524	1541
α - terpinéol	1661	1681	1689
Carvone	1715	1717	—
Nerol	1757	1790	1788

## Interprétation des tableaux x "15" , "16" , et "17"

Nous pouvons constater à travers les tableaux (15, 16) que la variation des indices de rétention en fonction du gradient de température est relativement faible, de plus en se référant à d'autres tables établies (tableau 17) constituées sur des colonnes capillaires de même phase stationnaire (PEG 20M), nous pouvons dire que nos indices trouvés sont plus ou moins proches les uns des autres et les écarts existant entre les différentes tables établies (tableaux 15, 16, 17) sont dus aux facteurs influant sur les indices de rétention en programmation de température dont les plus importants sont :

- La température initiale
- Le gradient de température
- Le débit du gaz vecteur

En effet "BARTU" et "WICAR" (18) ont montré que la température de colonne en programmation est plus basse que celle du four, ainsi la différence entre ces deux températures est toujours variable.

La table d'indices de rétention ainsi établie est donc une contribution pour l'analyse des arômes alimentaires servant de référence pour les travaux ultérieurs.

## CONCLUSION

La méthode des indices de "KOVATS" est certe la méthode de choix d'analyse qualitative. En effet, elle permet d'éliminer l'utilisation d'étalon couteux, en même d'optimiser les conditions opératoires et notamment le choix approprié de la température de colonne pour l'analyse de plusieurs solutés. Ainsi, théoriquement si l'on répète l'opération à l'aide de plusieurs colonnes de phase stationnaires de natures différentes, la comparaison des groupes représ sur les tables doit amener à l'identification du soluté étudié.

Donc le problème de l'analyse qualitative d'un mélange séparable par chromatographie en phase gazeuse serait ramené à un simple travail de recherche dans ces tables. Cependant, il convient d'être prudent lors de l'utilisation de ces dernières en prenant une certaine fourchette de valeurs, autour du chiffre trouvé. En outre, ces tables ne peuvent pas être complètes, il est alors recommandé de vérifier l'identification faite en recalquant l'indice de retention du produit identifié sur l'une ou l'autre des phases stationnaires choisies.

### III - 3 Dosage des métaux lourds :

Le dosage des minéraux dans les aliments (huiles essentielles, arômes), répond à une double préoccupation, d'une part la connaissance de la valeur nutritionnelle de l'aliment, d'autre part, le souci de vérifier si l'aliment peut contenir certains minéraux en quantité dangereuse pour la santé du consommateur, que leur présence soit naturelle ou due à une pollution. C'est ce dernier souci qui est en général le but de la recherche des "métaux lourds" qui désignent un ensemble de corps de masses atomiques relativement élevées pouvant se révéler toxiques mêmes à très faibles teneurs (plomb, cadmium, mercure...) (12)

La méthode préconisée utilise une minéralisation par calcination suivie d'un dosage par spectrométrie d'absorption atomique.

#### a - Minéralisation par calcination :

C'est la méthode la plus simple à pratiquer lorsqu'on se contente d'un passage au four à une température de 400 à 600 °C suivant les dosages jusqu'à destruction totale de toute particule charbonneuse.

Cependant cette minéralisation s'accompagne de certains inconvénients, aussi est-il nécessaire de prendre les précautions suivantes :

\* Choisir une montée progressive en température du four pour éviter les dépôts mécaniques de particules par projections.

\* Assurer une bonne circulation d'air afin d'éviter la formation de particules de charbon très difficile ensuite à faire disparaître.

\* Eviter les températures trop élevées. Dans un four bien conçu la minéralisation peut très bien être effectuée entre 400 et 450°C, tout du moins pour les produits végétaux.

\* Utiliser des récipients en parfait état et qui ne soient pas "culottés" par des dizaines de passages au four, notamment pour les dosages d'éléments en traces. (12)

b - Méthode de dosage

Au cours de notre étude, nous avons accordé une attention particulière au dosage de deux métaux lourds (pb et cd) car ils ont une incidence directe sur la qualité des huiles essentielles.

Ces deux éléments peuvent être aisément dosés par spectrométrie d'absorption atomique. Le principe de la méthode est le suivant :

Des atomes neutres excités dans une flamme, par exemple, absorbent l'énergie extérieure apportée par des photons à la fréquence de certaines raies propres à l'élément considéré (raie de résonance). La mesure de la diminution de cette énergie à une fréquence de résonance choisie et spécifique de l'élément à doser, permettra de mesurer la quantité d'éléments rencontrés par le faisceau de photons. (42)

c - Mode opératoire et résultats

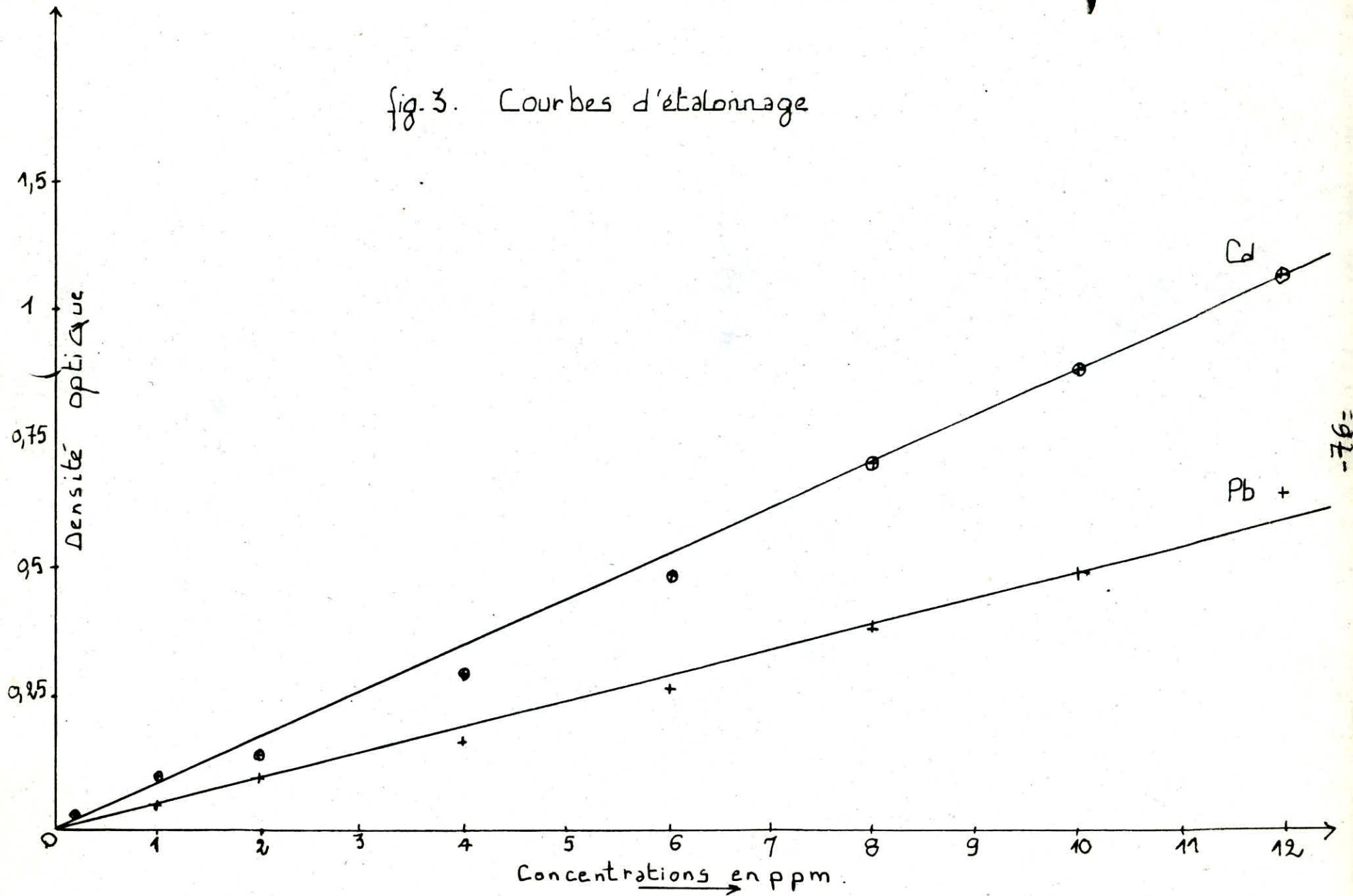
Afin de doser le plomb et le cadmium dans les arômes de menthe et de mandarine nous avons suivi le protocole opératoire suivant :

Dans un premier temps nous avons préparé des solutions standards de différentes concentrations à l'aide de titrisols de Pb et de Cd, nous avons établi les deux courbes d'étalonnage en portant la densité optique en fonction de la concentration à l'aide d'un spectromètre d'absorption atomique PYE UNICAM.

les résultats observés sont portés sur le tableau suivant et la figure n°3 :

Concentration (P P M)	0,2	1	2	4	6	8	10	12
Densité optique du Cd	0,03	0,11	0,14	0,30	0,49	0,71	0,89	1,07
Densité optique du Pb	-	0,05	0,10	0,17	0,27	0,39	0,50	0,65

fig. 3. Courbes d'étalonnage



-76-



Pour l'analyse de ces métaux dans nos arômes, nous avons procédé tout d'abord à une minéralisation par calcination puis d'un dosage par spectrométrie d'absorption atomique.

La minéralisation a été effectuée de la manière suivante :

On pèse environ 2 g d'arôme dans une capsule en porcelaine, on soumet ces derniers durant quatre heures dans un four à une élévation de température selon une programmation lente. Après refroidissement on ajoute aux cendres obtenues 10 ml d'acide nitrique à 20 % (d = 1,33) puis l'on porte à ébullition pendant 20 mn sur bain de sable branché une demi-heure auparavant.

Après filtration de l'échantillon dans une fiole jaugée et rinçage du tout à l'eau distillée, on ajuste le volume de la fiole après refroidissement, puis on passe l'échantillon à l'analyse.

Les résultats obtenus après report sur les courbes d'étalonnage sont résumés dans le tableau suivant :

	C D		P B	
Solutions d'arômes alimentaires	densité optique	Concentrat. en cd (PPM)	Densité optique	concentrat. en Pb (PPM)
Mandarine	0,060	0,60	0,090	1,75
Mandarine déterpenée.	0,036	0,35	0,090	1,75
Menthe déterpenée rectifiée	0,070	0,70	0,090	1,75

Nous remarquons que la gamme de concentrations a été mal choisie. Il aurait fallu tracer les courbes d'étalonnage dans un domaine plus restreint afin d'accroître dans la précision de nos mesures. Toutefois l'ordre de grandeur est le suivant :

Nous avons rapporté les concentrations trouvées à un litre de solution et à un gramme de substance selon le calcul suivant :

$$C \text{ (mg/g)} = C \text{ (PPM)} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{P}$$

P étant la prise d'essais

Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

AROMES	Mg de cd/g d' arôme	(PPM)	Mg de Pb/g d' arôme	(PPM)
Mandarine	0,029	29	0,086	86
Mandarine déterpenée	0,016	16	0,086	86
Menthe déterpe- née rectifiée	0,035	35	0,086	86

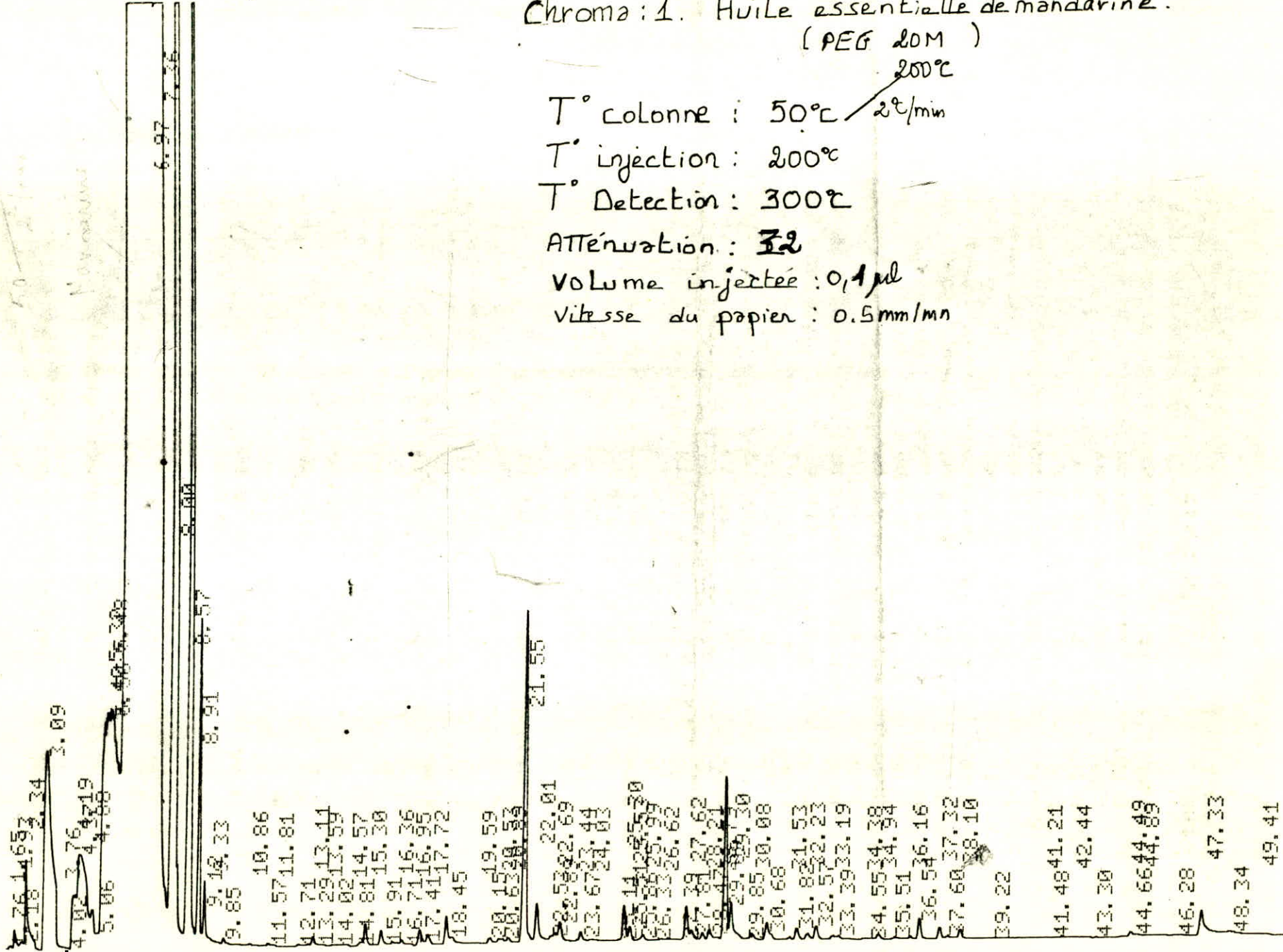
## C - CONCLUSION GENERALE

L'ensemble des résultats obtenus nous a permis la détermination des caractéristiques physicochimiques des huiles essentielles de menthe déterpenée, rectifiée, de mandarine, et de mandarine déterpenée utilisées dans notre étude. Ils nous ont amenés à montrer que ces huiles essentielles présentent des propriétés conformes à celles établies par les normes AFNOR.

L'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse nous a conduits à identifier environ une vingtaine de composés dans les trois types d'huiles essentielles étudiées et ceci à l'aide d'étalons et des grandeurs de rétention (indices de KOVATS). Parmi ces constituants le limonène, le menthol et la menthone sont les plus représentatifs.

Enfin, la dernière partie a eu pour objectif la détermination des teneurs en plomb et en cadmium par spectrométrie d'absorption atomique afin de vérifier le degré de toxicité. En effet, l'importance de la contamination par les métaux lourds ne peut être négligée, vue l'incidence qu'elle a sur la santé et le déclenchement ou l'accélération des réactions d'oxydation et d'hydrolyse de certains constituants des essences. Cependant, les résultats ne sont guère satisfaisants vu le degré élevé de l'imprécision commise.

ANALYSES SUR  
COLONNES CAPILLAIRES  
P E G 20M



Chroma: 1. Huile essentielle de mandarine.  
(PEG 20M)

200°C  
T° colonne : 50°C / 2°C/min  
T° injection : 200°C  
T° Detection : 300°C  
Atténuation : 32  
Volume injectée : 0,1 µl  
Vitesse du papier : 0.5 mm/mn

18/04/89 14:02:17

CH= "A" PS= 1.

770

FILE 1. METHOD 0. RIIN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	ARFA	RC
1	0.001	1.65	729	02
2	0.006	1.76	2934	02
3	0.02	1.93	10163	02
4	0.012	2.18	5929	02
5	0.092	2.34	45908	02
6	0.508	3.09	254442	02
7	0.003	3.76	1708	02
8	0.	4.02	69	02
9	0.077	4.19	38530	02
10	0.288	4.37	144343	02
11	0.045	4.88	22349	02
12	0.012	5.06	6255	02
13	0.235	5.32	117750	02
14	0.155	5.4	77488	02
15	0.142	5.48	71401	02
16	0.589	5.56	295025	02
17	48.088	6.97	24104665	02
18	44.428	7.36	22270025	08
19	2.525	8.	1265709	05
20	1.353	8.57	678271	06
21	0.178	8.91	89434	06
22	0.036	9.12	17879	06
23	0.	9.33	190	07
24	0.004	9.85	1868	05
25	0.001	10.86	661	01
26	0.002	11.57	1073	02
27	0.	11.81	176	03
28	0.002	12.71	776	01
29	0.002	13.11	1025	02
30	0.009	13.29	4514	02
31	0.001	13.59	686	02
32	0.002	14.02	859	02
33	0.002	14.57	1149	02
34	0.	14.81	172	02
35	0.025	15.3	12749	02
36	0.016	15.91	8188	02
37	0.005	16.36	2353	02
38	0.008	16.71	4093	02
39	0.001	16.95	665	02
40	0.019	17.41	9632	02
41	0.012	17.72	6183	03
42	0.041	18.45	20651	02
43	0.001	19.59	441	03
44	0.008	20.15	3768	02
45	0.005	20.53	2389	02
46	0.004	20.63	2129	02
47	0.006	20.89	2949	03
48	0.345	21.55	173141	08
49	0.039	22.01	19609	06
50	0.004	22.53	2098	06
51	0.008	22.69	3020	06

52	0.021	22.89	10685	A7
53	0.001	23.44	343	A2
54	0.009	23.67	4286	A2
55	0.001	24.03	746	A3
56	0.001	25.11	569	A2
57	0.032	25.3	16234	A2
58	0.007	25.51	3653	A2
59	0.007	25.53	3263	A2
60	0.001	25.86	536	A2
61	0.006	25.99	3011	A3
62	0.	26.33	241	B2
63	0.002	26.62	856	A3
64	0.001	27.39	540	A2
65	0.034	27.62	16934	A2
66	0.013	27.81	6407	A2
67	0.008	28.21	3972	A2
68	0.014	28.47	7202	A2
69	0.002	28.79	1163	A2
70	0.163	29.09	81765	A2
71	0.056	29.3	27964	A8
72	0.	29.85	249	A6
73	0.008	30.08	3817	A6
74	0.023	30.68	11778	A7
75	0.002	31.53	1238	A2
76	0.013	31.82	6543	A2
77	0.007	32.23	3496	A2
78	0.014	32.57	7127	A3
79	0.004	33.19	1877	A2
80	0.004	33.39	1950	A3
81	0.002	34.38	946	B2
82	0.001	34.55	481	A3
83	0.006	34.94	2873	A1
84	0.002	35.51	1143	B1
85	0.002	36.16	1014	B1
86	0.02	36.54	9840	B1
87	0.01	37.32	5155	B2
88	0.003	37.6	1288	A3
89	0.008	38.1	4176	A1
90	0.	39.22	180	A1
91	0.	41.21	154	A2
92	0.001	41.48	296	A3
93	0.001	42.44	369	A1
94	0.001	43.7	491	A1
95	0.006	44.49	3193	A2
96	0.008	44.66	4163	A2
97	0.014	44.89	6845	A2
98	0.007	46.28	3583	A2
99	0.055	47.33	27514	A2
100	0.021	48.34	10295	A2
101	0.004	49.41	1983	A3
102	0.001	51.29	429	A1
103	0.001	52.46	534	A1
104	0.001	53.24	300	A1
105	0.002	54.42	920	A1

TOTAL 100. 50125642

EVAL:  
 N= 20.  
 1001 999 1000 1000  
 CHANNEL A INJECT 13/05/89 12:23:18

Chroma : 8  
 Huile de m enthe  
 dérivée rectifiée  
 160°C  
 T° Colonne : 60°C / 4ml/min  
 T° injection : 200°C  
 T° détection : 300°C  
 Volume injecté : 0,02µl  
 vitesse du papier : 0,5mm/min  
 AT = 64

2.00 1.85  
 3.75 3.27  
 3.58 3.49  
 4.00 4.64  
 4.57 4.64  
 5.07 5.30  
 5.00 5.90  
 7.33 7.00  
 8.00 8.07  
 9.49 9.01

10.24  
 10.89  
 11.65  
 12.45  
 13.23 12.90  
 13.86  
 14.45 14.75  
 15.45  
 15.87  
 16.61  
 16.83  
 18.49 18.03  
 19.28 19.12  
 20.10 19.84  
 20.71 20.33  
 21.44 21.15  
 21.80 21.74  
 22.31 22.14  
 23.01  
 23.67 23.85  
 24.64 24.85



1	0.004	1.85	429	A2
2	0.053	2.	5111	A2
3	0.182	2.27	17594	A2
4	0.807	2.79	78097	A2
5	0.351	3.49	32949	A2
6	1.005	3.58	97363	A2
7	0.395	4.04	38257	A2
8	0.721	4.57	69772	A2
9	1.276	4.64	123539	A2
10	0.082	5.07	7933	A2
11	0.218	5.39	21074	A2
12	0.21	5.73	20329	A2
13	0.081	5.9	7859	A2
14	0.463	6.08	44880	A2
15	0.057	7.	5536	A2
16	0.061	7.33	5948	A2
17	0.034	8.07	3267	A2
18	0.924	8.33	89460	A2
19	0.014	9.01	1314	A2
20	0.028	9.49	2671	A2
21	15.988	10.24	1548186	A2
22	0.087	10.89	783044	A2
23	0.415	11.65	40201	A2
24	0.188	12.45	18229	A2
25	2.67	12.9	258553	A2
26	0.217	13.23	20974	A2
27	3.953	13.86	382809	AA
28	0.007	14.45	674	AA
29	0.088	14.75	8524	AA
30	54.035	15.45	5232338	A2
31	0.265	15.87	25650	A2
32	0.249	15.89	24087	A2
33	0.74	16.14	71696	A2
34	0.141	16.31	13621	A2
35	0.444	16.61	42951	A2
36	0.089	16.84	8580	A2
37	0.464	17.24	44938	A2
38	4.194	17.53	406150	A2
39	0.581	18.03	56275	AA
40	0.022	18.49	2140	AA
41	0.005	19.12	482	AA
42	0.004	19.28	413	A7
43	0.001	19.84	57	AA
44	0.005	20.18	461	AA
45	0.049	20.33	4753	A7
46	0.016	20.71	1516	A1
47	0.022	21.15	2095	A1
48	0.002	21.44	157	A1
49	0.002	21.74	159	A2
50	0.003	21.89	301	A3
51	0.001	22.14	124	A2
52	0.004	22.31	433	A3
53	0.002	23.01	200	A1
54	0.045	23.67	4356	A2
55	0.032	23.85	3066	A3
56	0.001	24.64	63	A1
57	0.007	24.85	663	A1

TOTAL 100.

9583301

88	0.000	24.41	134.00
90	0.001	25.07	236 01
91	0.032	25.84	9265 01
92	0.001	26.53	339 01
93	0.	27.29	22 01
94	0.	27.83	81 01
95	0.001	28.1	182 01
96	0.	28.52	95 01
97	0.003	29.06	807 01
98	0.001	29.93	200 01
99	0.002	30.94	717 01

TOTAL 100. 29081627

1.71 4.74  
 2.54 2.64  
 3.31 3.87

5.29 5.62

12.12

19.76  
 20.76  
 21.45  
 22.45  
 23.37  
 24.41  
 25.84  
 27.29  
 28.16  
 29.06  
 30.94

Chroma: 3. Huile de mandarine.  
 T° colonne: 60°C / 180°C  
 T° injection: 200°C  
 T° detection: 300°C  
 Atténuation: 64  
 Volume injecté: 0.05 µl  
 Vitesse du papier: 0.5 mm/min  
 CH= "A" PS= 1.

29/04/89 16:59:47

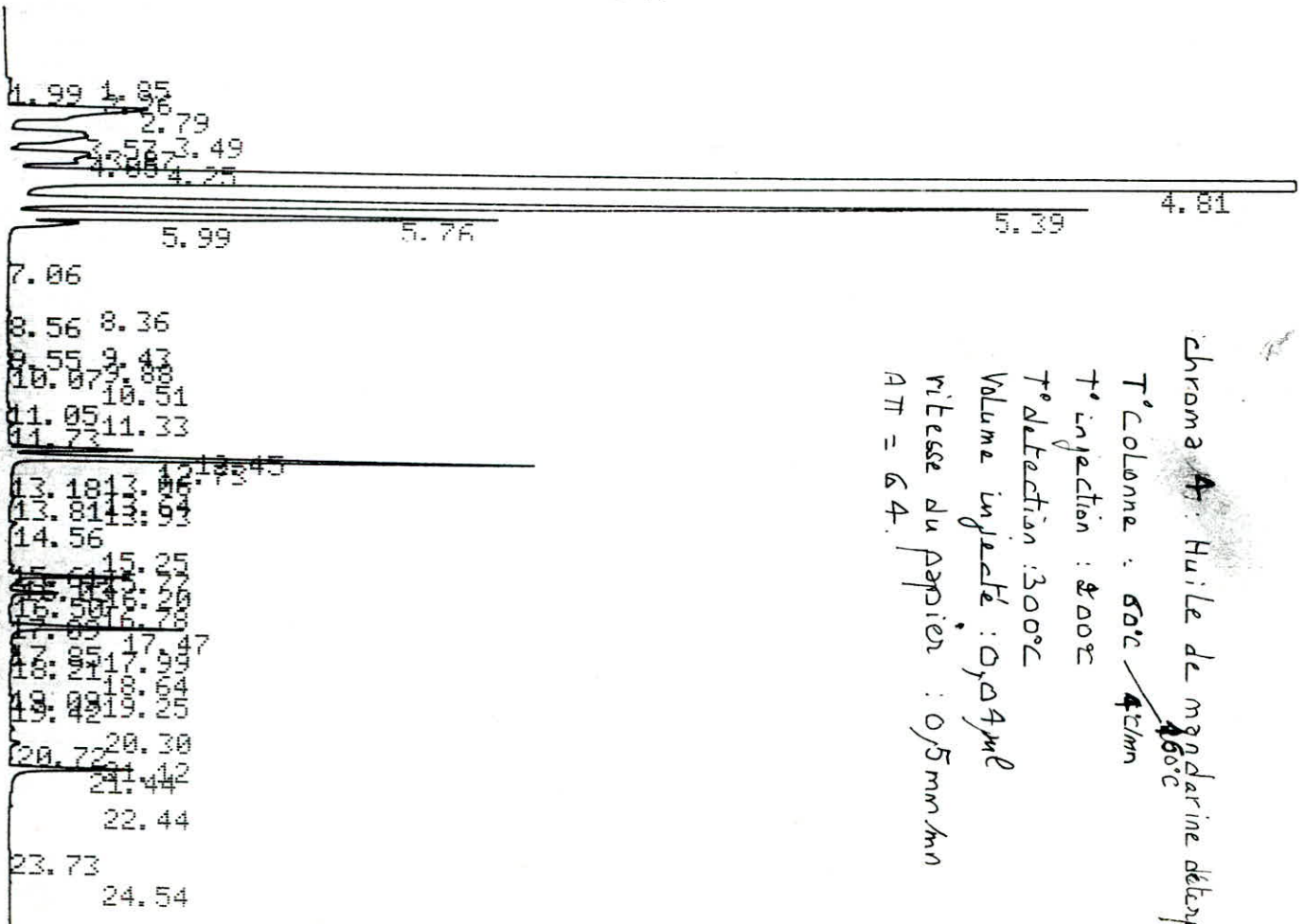
FILE	1.	METHOD	0.	RUN	8	INDEX	8
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	0.003	1.71	730	02			
2	0.007	1.76	1967	02			
3	0.024	1.89	6878	02			
4	0.013	2.08	3688	02			
5	0.022	2.15	6498	02			
6	0.002	2.46	455	02			
7	0.	2.54	122	02			
8	0.548	2.64	159453	02			
9	0.07	3.31	28024	02			
10	0.309	3.41	89986	02			
11	0.048	3.69	13944	02			
12	1.43	3.87	415803	02			
13	91.992	4.91	26752710	02			
14	2.599	5.29	755937	02			
15	1.521	5.62	442458	02			
16	0.188	5.81	54552	02			
17	0.181	5.88	52778	08			
18	0.003	6.22	817	05			
19	0.	6.71	1	05			

20	0.001	6.79	370 05
21	0.002	7.16	527 05
22	0.	7.27	19 05
23	0.002	7.79	683 06
24	0.008	8.04	2448 06
25	0.001	8.23	222 06
26	0.001	8.41	225 06
27	0.	8.53	133 06
28	0.001	8.68	305 06
29	0.	8.77	68 06
30	0.001	8.95	333 06
31	0.003	9.08	901 06
32	0.018	9.24	5341 06
33	0.016	9.56	4708 06
34	0.009	9.77	2566 07
35	0.016	10.18	4539 02
36	0.	10.39	79 02
37	0.008	10.54	2252 02
38	0.03	10.73	8840 02
39	0.008	10.99	2357 03
40	0.001	11.6	268 02
41	0.005	11.76	1548 02
42	0.333	12.12	96958 08
43	0.032	12.39	9335 05
44	0.003	12.79	1010 05
45	0.009	13.14	2633 02
46	0.015	13.27	4419 02
47	0.008	13.47	2271 02
48	0.003	13.67	746 02
49	0.001	13.81	231 03
50	0.	14.07	41 02
51	0.033	14.22	9609 02
52	0.015	14.32	4292 02
53	0.001	14.56	371 03
54	0.	14.87	101 01
55	0.001	15.12	223 02
56	0.006	15.27	1833 02
57	0.031	15.41	9059 02
58	0.009	15.64	2523 02
59	0.007	15.71	2077 02
60	0.012	15.87	3438 02
61	0.157	16.16	45645 02
62	0.041	16.26	11858 08
63	0.008	16.62	2302 06
64	0.004	16.73	1227 06
65	0.006	16.95	1664 06
66	0.023	17.06	6736 07
67	0.001	17.49	161 02
68	0.007	17.63	2107 02
69	0.012	17.73	3500 02
70	0.004	17.84	1051 02
71	0.02	18.26	5939 08
72	0.	18.46	70 05
73	0.	18.71	140 02
74	0.003	18.89	769 02
75	0.005	19.07	1535 02
76	0.001	19.15	316 02
77	0.001	19.32	205 03
78	0.003	19.73	954 02
79	0.018	19.94	5184 03
80	0.014	20.33	4065 01
81	0.007	20.76	1975 01
82	0.	21.21	44 02
83	0.001	21.35	149 03
84	0.	21.64	76 01
85	0.	22.45	86 02
86	0.001	22.58	218 03
87	0.003	23.37	741 01
88	0.003	24.16	896 02

88	0.000	24.41	154.00
90	0.001	25.07	236.01
91	0.032	25.84	9265.01
92	0.001	26.53	339.01
93	0.	27.29	22.01
94	0.	27.83	81.01
95	0.001	28.1	182.01
96	0.	28.52	95.01
97	0.003	29.06	807.01
98	0.001	29.93	200.01
99	0.002	30.94	717.01

TOTAL	100.		29081627
-------	------	--	----------

PT EVAL:  
 PT= 26.  
 1000 999 1000 1000  
 CHANNEL A INJECT 13/05/89 11:46:44



Chroma A: Huile de mandarine décapante  
 T° Colonne : 60°C / 450°C  
 T° injection : 800°C  
 T° detection : 300°C  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm/min  
 AT = 64

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RD
1	0.005	1.85	526	A2
2	0.034	1.99	2254	A2
3	0.024	2.26	2324	A2
4	2.264	2.79	216865	A2
5	0.437	3.49	41985	A2
6	1.045	3.57	100098	A2
7	0.027	3.87	2685	A2
8	1.029	4.05	98682	A2
9	0.592	4.25	56677	A2
10	73.909	4.81	7000771	A8
11	9.37	5.39	897718	A6
12	3.798	5.76	363828	A6
13	0.54	5.99	51781	A7
14	0.012	7.06	1142	A1
15	0.004	8.36	348	A2
16	0.024	8.56	2254	A2
17	0.005	9.43	523	A2
18	0.016	9.55	1486	A2
19	0.032	9.88	3081	A2
20	0.036	10.07	3445	A2
21	0.008	10.51	798	A1
22	0.003	11.05	272	A2
23	0.026	11.33	2464	A2
24	0.047	11.73	4468	A2
25	0.8	12.45	76628	A2
26	3.013	12.73	288678	A8
27	0.	13.06	4	A5
28	0.	13.18	3	A5
29	0.013	13.64	1255	A2
30	0.028	13.81	2728	A2
31	0.009	13.93	857	A2
32	0.033	14.56	3176	A1
33	0.002	15.25	227	A1
34	0.002	15.61	154	A2
35	0.027	15.77	2617	A2
36	0.559	16.03	53553	A2
37	0.055	16.2	5251	A2
38	0.231	16.5	22163	A2
39	0.004	16.78	486	A2
40	0.002	17.09	287	A2
41	0.968	17.47	92764	A2
42	0.024	17.85	2345	A2
43	0.035	17.99	3327	A2
44	0.06	18.21	5711	A2
45	0.015	18.64	1469	A2
46	0.001	19.09	142	A2
47	0.001	19.25	135	A2
48	0.028	19.42	2718	A2
49	0.018	20.3	1748	A1
50	0.054	20.72	5172	A1
51	0.007	21.12	698	A1
52	0.708	21.44	67857	A1
53	0.006	22.44	583	A1
54	0.005	23.73	583	A1
55	0.001	24.54	92	A1

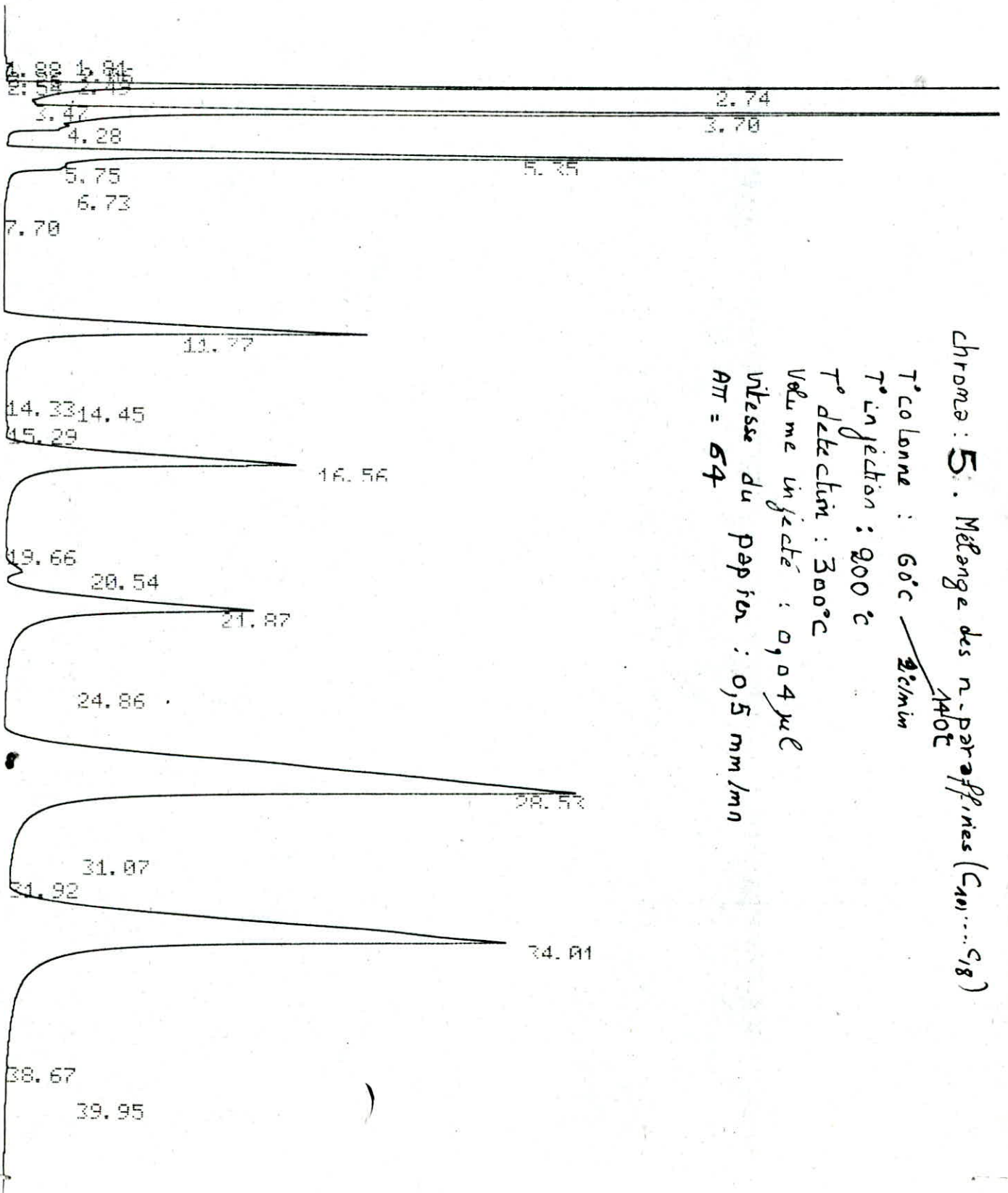
TOTAL 100. 958838

065

PT EVAL:

PT= 12.

999 998 1009 1007 1004 1002 999 1000 1000  
CHANNEL A INJECT 11/04/89 13:27:11



Chromo : 5. Mélange des n-paraffines (C<sub>10</sub>...C<sub>18</sub>)  
 T° colonne : 60°C ~~2~~ /min  
 T° injection : 200°C  
 T° detection : 300°C  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 Vitesse du papier : 0,5 mm/min  
 AT = 54



FILE 1.	METHOD	0.	RIIN 4	TINDEX 4
PEAK#	AREA%	RT	AREA	RC
1	0.003	1.81	543	A2
2	0.002	1.88	318	A2
3	0.033	2.06	5496	A2
4	0.009	2.26	1461	A2
5	0.002	2.49	342	A2
6	0.007	2.54	1241	A2
7	6.177	2.74	1025097	AA
8	0.011	3.47	1857	AA
9	10.935	3.7	1814552	AA
10	0.033	4.28	5472	AA
11	7.885	5.35	1308454	AA
12	0.011	5.75	1782	AA
13	0.	6.73	2	AA
14	0.002	7.7	360	AA
15	6.448	11.77	1070000	A1
16	0.002	14.33	288	A2
17	0.005	14.45	809	A3
18	0.042	15.29	6926	A2
19	6.887	16.56	1142859	A3
20	0.023	19.66	3757	A2
21	0.306	20.54	50851	A2
22	7.034	21.87	1167279	AA
23	0.001	24.86	161	AA
24	30.5	28.53	5061311	AA
25	0.	31.07	21	AA
26	0.004	31.92	664	AA
27	23.6	34.01	3916369	AA
28	0.	38.67	8	AA
29	0.002	39.95	336	AA
30	0.001	46.65	174	A1
31	0.001	47.39	181	A1
32	0.008	47.82	1405	A1
33	0.003	49.81	508	A1
34	0.004	50.31	672	A1
35	0.	54.33	70	A1
36	0.001	56.73	115	A1
37	0.008	57.32	1313	A1
38	0.003	58.2	561	A1
39	0.006	58.88	966	A1
TOTAL	100.		16594661	

PI EVAL:

PT= 20.

1000 1000

CHANNEL A

INJECT 11/04/89 16:27:52

1.98 1.82  
 2.85 2.28  
 3.77 3.65  
 4.38  
 5.03 5.13  
 6.03 6.03  
 6.57 6.57  
 8.03  
 8.58  
 9.13  
 10.26  
 10.73  
 12.34  
 13.49  
 14.55  
 14.74  
 15.11 15.81  
 16.42  
 17.17  
 18.22  
 18.73  
 19.55  
 20.05  
 21.69  
 23.02  
 23.80  
 24.43  
 25.17  
 25.80  
 26.46  
 27.13  
 27.47 27.82  
 28.58 28.99  
 29.85 30.20  
 30.68  
 32.27  
 33.03  
 33.81  
 34.28 34.91  
 35.33  
 38.19

Chroma: 6 Huile de menthe dépanée  
 nectiflée  
 T° colonne: 60°C / 140°C / 1°C/min  
 T° détection: 300°C  
 Volume injecté: 0,04 µl  
 T° injection: 200°C  
 vitesse du papier: 0,5 mm/min  
 AT = 64.

1	0.005	1.82	488	A2
2	0.145	1.98	13219	A2
3	0.194	2.28	17656	A2
4	0.831	2.85	75725	A2
5	0.504	3.65	45967	A2
6	0.864	3.77	78797	A2
7	0.323	4.38	29436	A2
8	0.724	5.03	66021	A2
9	1.241	5.13	113126	A2
10	0.016	5.76	1466	A2
11	0.015	6.03	1346	A2
12	0.042	6.18	3810	A2
13	0.078	6.57	7078	A2
14	0.046	6.92	4172	A2
15	0.005	8.03	500	A1
16	0.008	8.58	724	A2
17	0.004	9.13	404	A2
18	0.022	10.26	1989	A2
19	0.897	10.73	81775	A2
20	0.015	12.34	1404	A1
21	16.522	13.49	1506309	A2
22	7.533	14.55	686769	A2
23	0.544	14.74	49602	A2
24	0.238	15.11	21684	A2
25	0.256	15.81	23304	A2
26	0.079	16.42	7184	A2
27	0.061	17.17	5564	A2
28	2.717	18.22	247746	A2
29	0.114	18.73	10411	A2
30	0.182	19.55	16637	A2
31	3.187	20.05	290559	A2
32	0.773	21.69	70484	A2
33	56.489	23.02	5150083	A8
34	0.155	23.67	14101	A6
35	0.031	23.8	2815	A7
36	0.01	24.01	875	A5
37	0.558	24.43	50910	A6
38	0.353	25.17	32140	A6
39	0.379	25.8	34550	A6
40	3.523	26.46	321215	A6
41	0.058	27.13	5268	A6
42	0.008	27.47	774	A6
43	0.137	27.82	12457	A7
44	0.006	28.58	565	A1
45	0.004	28.99	361	A1
46	0.002	29.85	202	A1
47	0.004	30.2	332	A1
48	0.003	30.68	318	A1
49	0.048	32.27	4364	A1
50	0.014	33.03	1260	A1
51	0.022	33.81	2009	A1
52	0.001	34.28	132	A1
53	0.004	34.91	353	A1
54	0.004	35.33	347	A1
55	0.003	38.19	256	A1

TOTAL

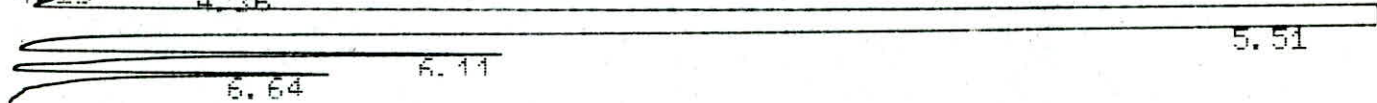
100.

9117043

Γ EVAL:  
PT= 20.

1001 998 1004 1001 999 1000 999 999 1001 1000 1000  
CHANNEL A INJECT 11/04/89 14:49:05

2.28 14.78  
2.61 2.79  
3.74  
4.36



10.57  
12.20 12.35  
12.89 13.26  
14.11  
15.04  
16.71 17.16  
17.70 18.18  
18.74 19.22  
19.88  
21.55 21.36  
23.82 23.56  
24.48 24.14  
25.17 24.94  
26.56 26.04  
27.66 27.39  
28.48 28.37  
28.91  
30.15 30.65  
31.85 32.23  
32.98  
33.77

chroma: ~~F~~ Huile de mandarine.  
T° colonne : 60°C ~~3°C/min~~ 140°C  
T° injection : 200°C  
T° detection : 300°C  
Volume injecté : 0,04 µl  
Vitesse du papier : 0,5 mm/min  
AT = 64

FILE 1.	METHOD	A.	RUN	5	INDEX	5
PEAK#	AREA%	RT	AREA	RC		
1	0.002	1.72	283	02		
2	0.006	1.78	936	02		
3	0.107	1.93	16097	02		
4	0.06	2.23	9102	02		
5	0.541	2.79	81412	02		
6	0.075	3.61	11342	02		
7	0.261	3.74	39297	02		
8	0.066	4.13	9896	02		
9	1.286	4.36	193625	02		
10	92.916	5.51	13993193	08		
11	2.199	6.11	331211	05		
12	1.785	6.64	268779	05		
13	0.006	10.57	976	01		
14	0.004	12.2	641	02		
15	0.019	12.35	2816	03		
16	0.011	12.89	1686	02		
17	0.008	13.26	1266	03		
18	0.013	14.11	1974	01		
19	0.018	15.04	2714	01		
20	0.003	16.71	427	02		
21	0.008	17.16	1258	02		
22	0.266	17.7	40050	02		
23	0.03	18.18	4539	02		
24	0.004	18.74	600	02		
25	0.014	19.22	2036	03		
26	0.005	19.88	804	01		
27	0.028	21.36	4158	02		
28	0.01	21.55	1513	03		
29	0.023	23.56	3444	02		
30	0.004	23.82	544	03		
31	0.004	24.14	630	02		
32	0.007	24.4	1001	03		
33	0.123	24.94	18461	02		
34	0.023	25.17	3394	03		
35	0.003	26.04	427	01		
36	0.008	26.56	1279	01		
37	0.001	27.39	156	02		
38	0.006	27.66	924	03		
39	0.001	28.37	140	02		
40	0.007	28.48	997	03		
41	0.001	28.91	111	01		
42	0.002	30.15	366	01		
43	0.003	30.65	518	01		
44	0.001	31.85	149	01		
45	0.018	32.23	2663	01		
46	0.008	32.98	1231	01		
47	0.006	33.77	968	01		

TOTAL

100.

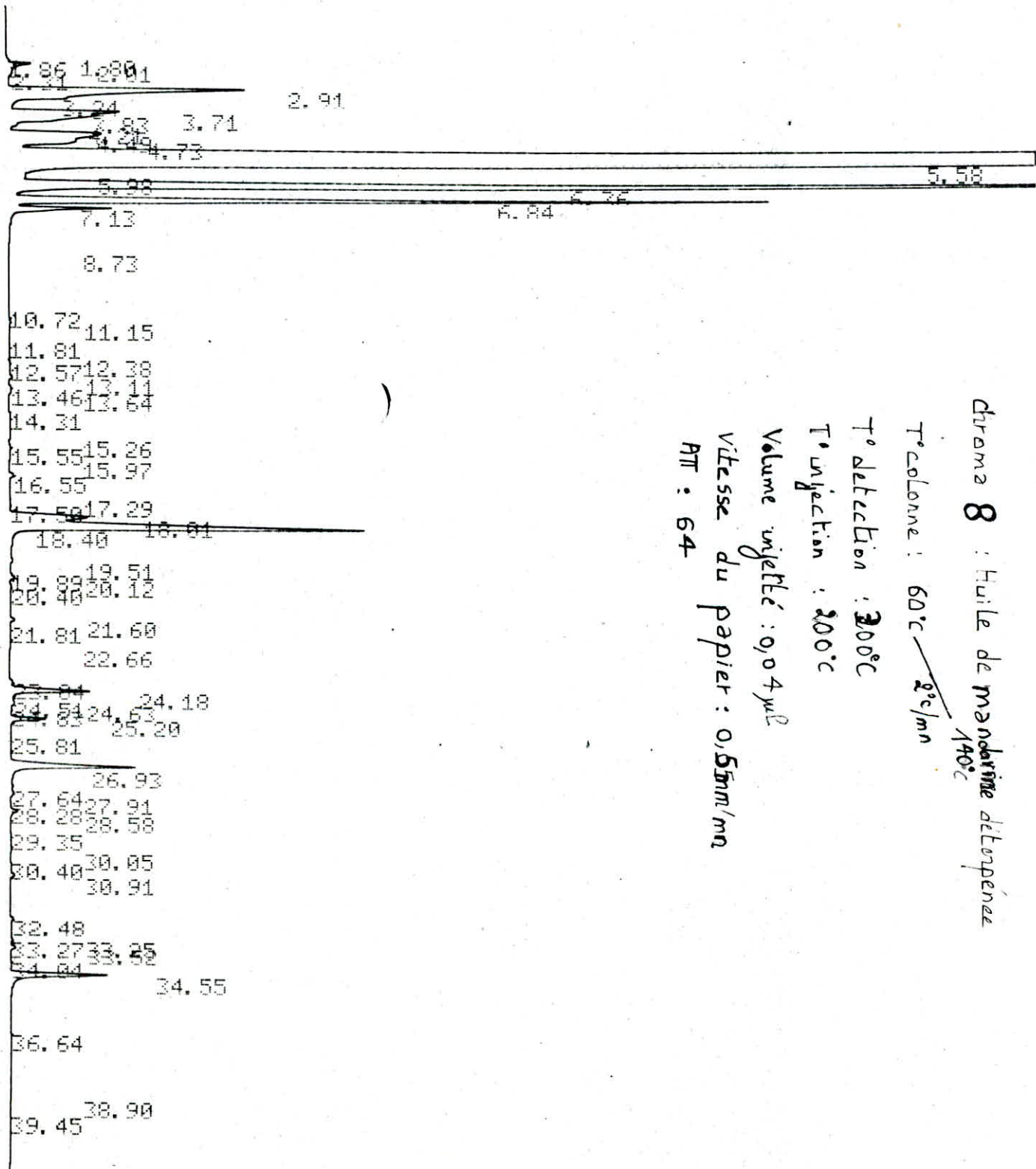
15060034

T EVAL:

PT= 15.

1000 1000

HANNEL A INJECT 14/05/89 03:15:06



Chroma 8 : Huile de mandarine diluée  
 T° colonne : 60°C ~~2°C/min~~  
 T° detection : 200°C  
 T° injection : 200°C  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 Vitesse du papier : 0,5mm/min  
 RT : 64

14/05/89 03:15:06

CH= "A" PS= 1.

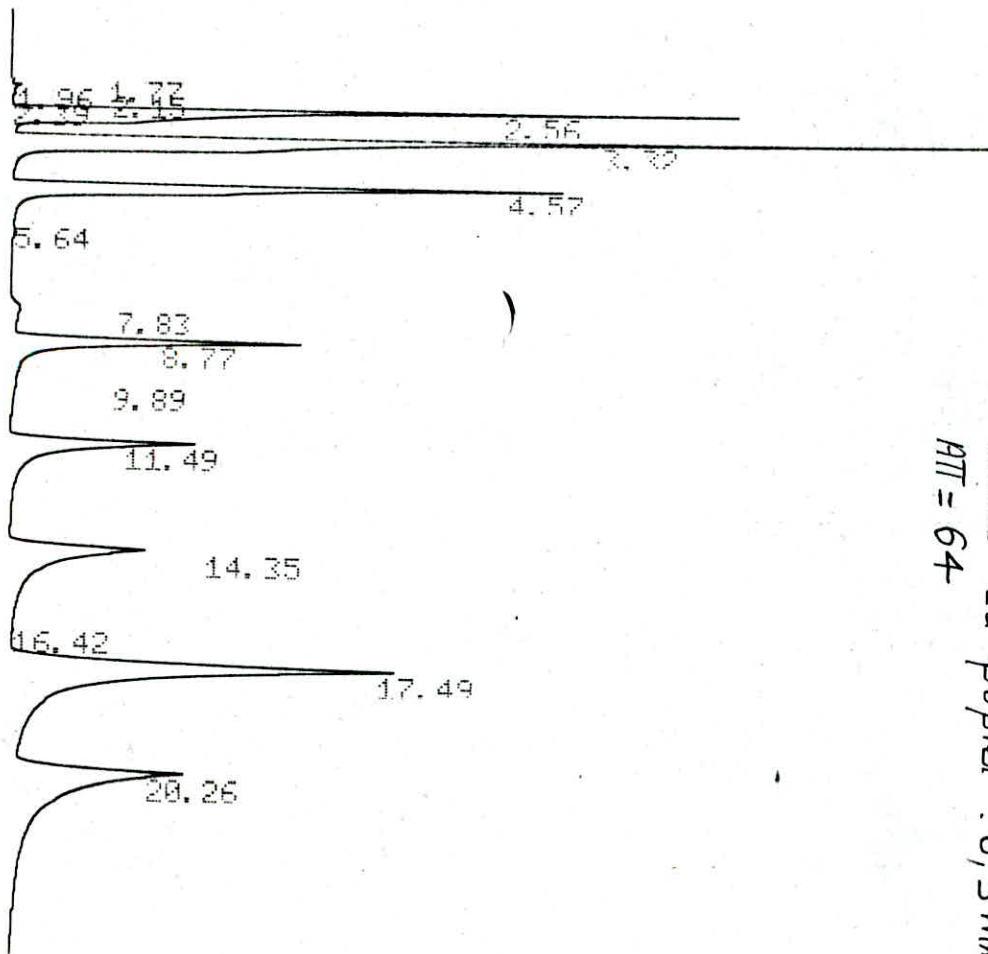
PEAK#	AREA%	RT	AREA	RT
1	0.002	1.8	245	02
2	0.007	1.86	1106	02
3	0.143	2.01	22407	02
4	0.03	2.31	4743	02
5	2.23	2.91	349824	02
6	0.262	3.24	41115	02
7	0.644	3.71	100989	02
8	0.914	3.83	143330	02
9	0.032	4.21	5028	02
10	1.04	4.49	163144	02
11	0.602	4.73	94387	02
12	73.671	5.58	11554954	08
13	0.005	5.98	752	06
14	9.336	6.36	1464384	06
15	3.862	6.84	605715	06
16	0.527	7.13	82588	07
17	0.011	8.73	1693	01
18	0.002	10.72	382	01
19	0.018	11.15	2777	01
20	0.001	11.81	178	01
21	0.004	12.38	558	02
22	0.016	12.57	2565	03
23	0.025	13.11	3858	02
24	0.019	13.46	2944	02
25	0.016	13.64	2504	02
26	0.008	14.31	1321	03
27	0.004	15.26	662	02
28	0.022	15.55	3448	03
29	0.003	15.97	531	01
30	0.041	16.55	6419	01
31	0.007	17.29	1158	02
32	0.022	17.5	3490	02
33	0.745	18.01	116834	02
34	3.049	18.4	478166	08
35	0.021	19.51	3277	06
36	0.001	19.89	106	06
37	0.025	20.12	3964	06
38	0.008	20.4	1332	07
39	0.028	21.6	4411	02
40	0.001	21.81	214	03
41	0.001	22.66	172	01
42	0.023	23.84	3657	02
43	0.551	24.18	86492	08
44	0.007	24.51	1094	06
45	0.008	24.63	1301	07
46	0.002	24.83	323	05
47	0.205	25.2	32082	05
48	0.004	25.81	618	01
49	0.906	26.93	142057	02
50	0.021	27.64	3352	02
51	0.028	27.91	4387	02

088

PT EVAL:

PT= 16.

1038 1033 1021 1007 1001 999 1000 1000 1000  
CHANNEL A INJECT 13/05/89 10:32:44



Chroma: 9 mélange des n-paraffines  
 T° Colonne: 60°C / 160°C <sup>4cm</sup>  
 T° injection: 200°C  
 T° detection: 300°C  
 Volume injecté: 0,04 µl  
 vitesse du papier: 0,5 mm/min  
 ATT = 64  
 CH = "A" PS = 1.

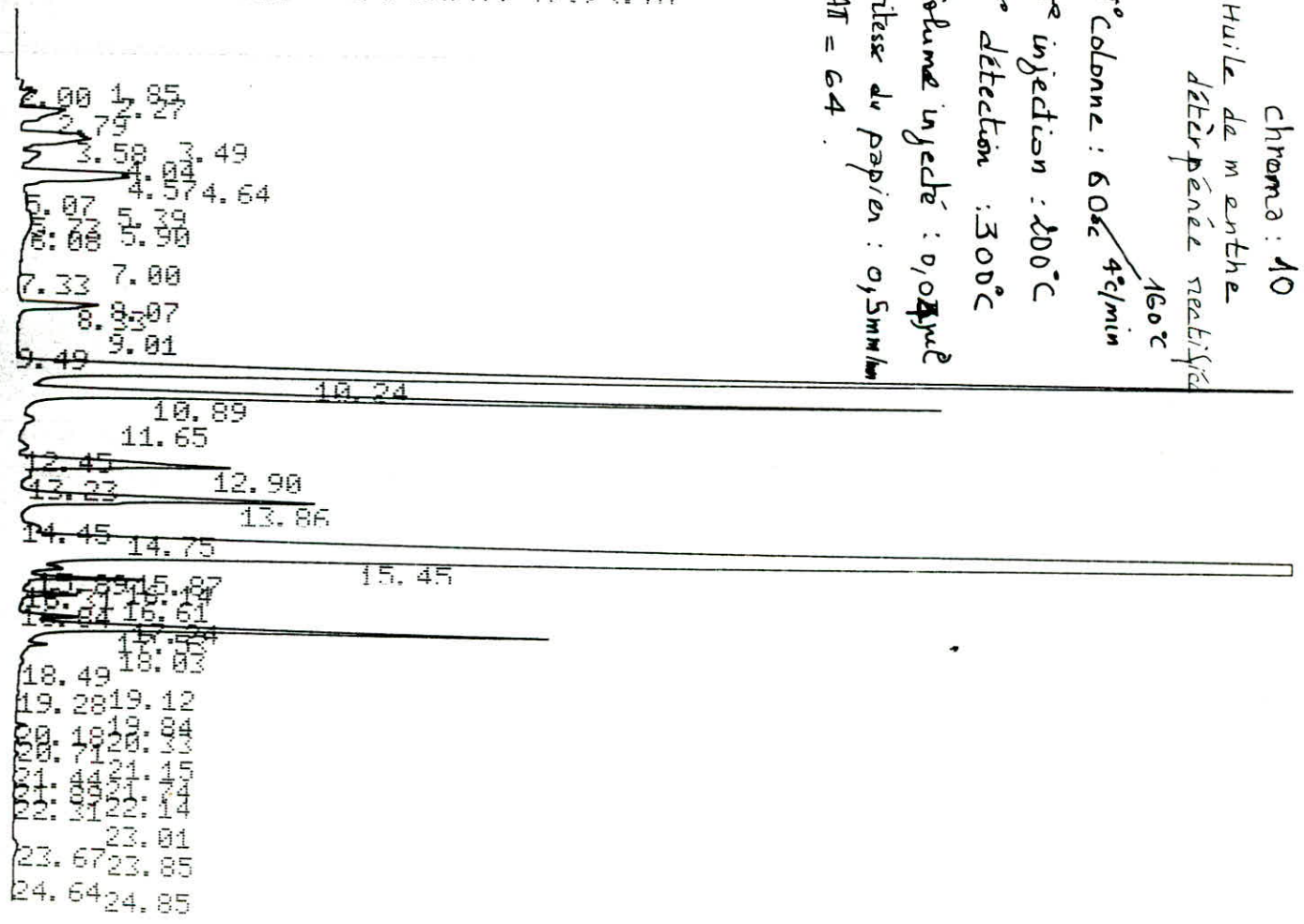
13/05/89 10:32:44

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	1	INDEX	1
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	0.01	1.77	472	02			
2	0.094	1.96	4431	02			
3	0.031	2.15	1463	02			
4	0.015	2.39	703	02			
5	12.362	2.56	584097	02			
6	18.649	3.32	881132	02			
7	11.688	4.57	552260	09			
8	0.668	7.83	31553	02			
9	7.776	8.77	367399	08			
10	0.003	9.89	157	05			
11	6.555	11.49	309736	02			
12	7.516	14.35	355119	08			
13	0.004	16.42	185	05			
14	22.779	17.49	1076267	08			
5	11.85	20.26	559919	05			
TOTAL	100.		4724893				



PT EVAL:  
 PT= 20.  
 1001 999 1000 1000  
 CHANNEL A INJECT 13/05/89 12:23:18

Chroma : 10  
 Huile de menthe  
 détirpénée neutralisée  
 160°C  
 T° Colonne : 60°C / 4°/min  
 T° injection : 200°C  
 T° détection : 300°C  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm/min  
 AT = 64



PEAK#	AREA%	RT	AREA	RD
1	0.004	1.85	429	02
2	0.053	2.	5111	02
3	0.182	2.27	17594	02
4	0.807	2.79	78097	02
5	0.351	3.49	33949	02
6	1.005	3.58	97363	02
7	0.395	4.04	38257	02
8	0.721	4.57	69772	02
9	1.276	4.64	123539	02
10	0.082	5.07	7933	02
11	0.218	5.39	21074	02
12	0.21	5.73	20329	02
13	0.081	5.9	7859	02
14	0.463	6.08	44880	02
15	0.057	7.	5536	02
16	0.061	7.33	5948	02
17	0.034	8.07	3267	02
18	0.924	8.33	89460	02
19	0.014	9.01	1314	02
20	0.028	9.49	2671	02
21	15.988	10.24	1548186	02
22	8.087	10.89	783044	02
23	0.415	11.65	40201	02
24	0.188	12.45	18229	02
25	2.67	12.9	258553	02
26	0.217	13.23	20974	02
27	3.953	13.86	382809	02
28	0.007	14.45	674	06
29	0.088	14.75	8524	06
30	54.035	15.45	5232338	02
31	0.265	15.87	25650	02
32	0.249	15.89	24087	02
33	0.74	16.14	71696	02
34	0.141	16.31	13621	02
35	0.444	16.61	42951	02
36	0.089	16.84	8580	02
37	0.464	17.24	44938	02
38	4.194	17.53	406150	02
39	0.581	18.03	56275	02
40	0.022	18.49	2140	05
41	0.005	19.12	482	06
42	0.004	19.28	413	07
43	0.001	19.84	57	06
44	0.005	20.18	461	06
45	0.049	20.33	4753	07
46	0.016	20.71	1516	01
47	0.022	21.15	2095	01
48	0.002	21.44	157	01
49	0.002	21.74	159	02
50	0.003	21.89	301	03
51	0.001	22.14	124	02
52	0.004	22.31	433	03
53	0.002	23.01	200	01
54	0.045	23.67	4356	02
55	0.032	23.85	3066	03
56	0.001	24.64	63	01
57	0.007	24.85	663	01

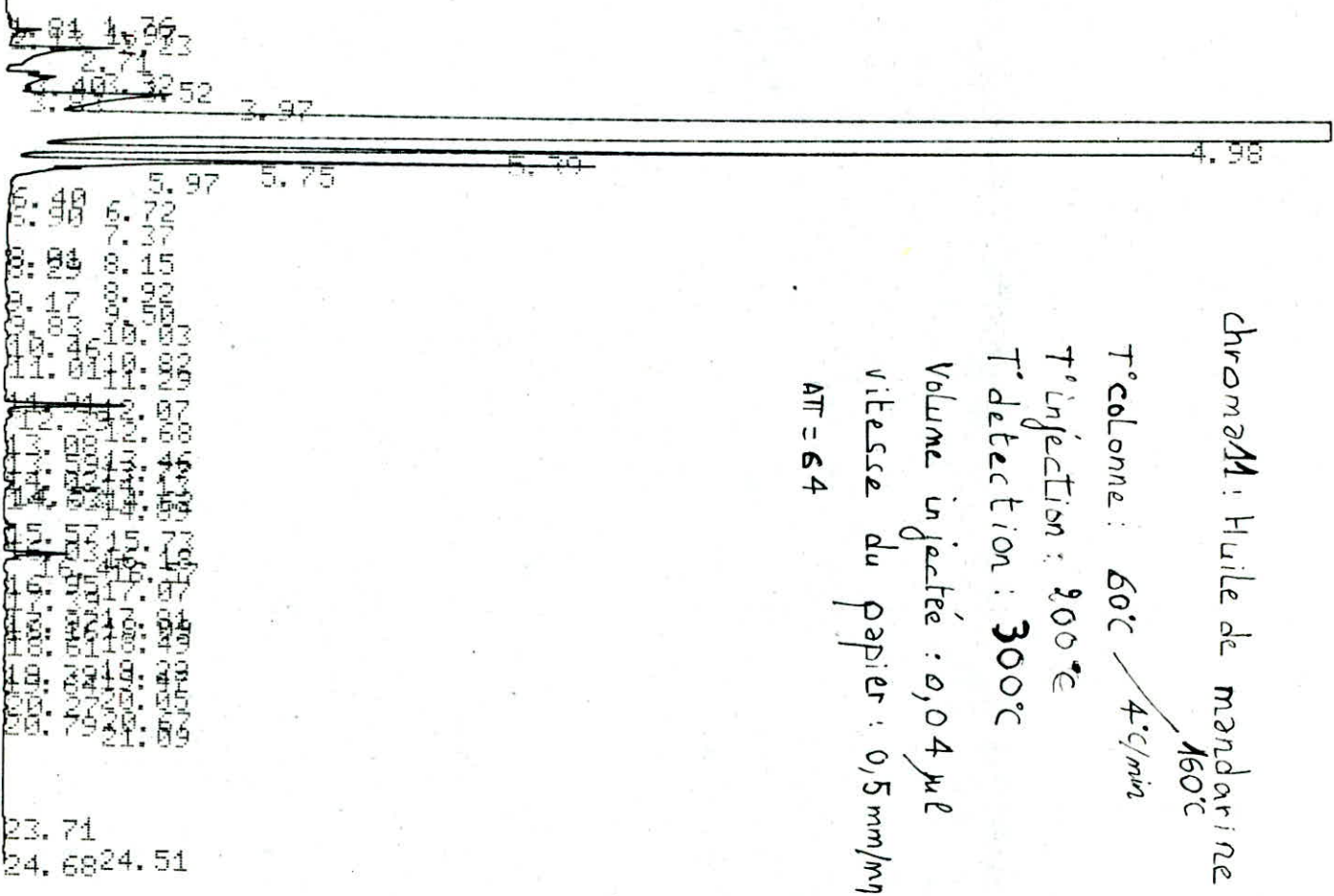
TOTAL 100. 9683701

067

PT EVAL:

PT= 14.

1006 1005 1002 1000 1000  
CHANNEL A INJECT 13/05/89 11:09:32



13/05/89 11:09:32 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 2 INDEX 2

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.001	1.76	202	02
2	0.005	1.81	934	02
3	0.017	1.97	3271	02
4	0.011	2.13	2067	02
5	0.123	2.23	24110	02
6	0.695	2.71	136600	08
7	0.	3.32	12	05
8	0.062	3.4	12250	06
9	0.197	3.52	38646	06
10	0.024	3.83	4805	06
11	1.341	3.97	263356	02
12	92.744	4.98	18219422	08
13	2.432	5.39	477835	05
14	1.333	5.75	261809	06
15	0.191	5.97	37612	07
16	0.001	6.4	197	05
17	0.	6.72	1	05
18	0.001	7.52	117	05

19	0.001	8.01	282	06
20	0.	8.15	4	07
21	0.007	8.29	1308	05
22	0.	8.92	61	01
23	0.	9.17	88	02
24	0.015	9.5	3009	02
25	0.011	9.83	2165	02
26	0.008	10.03	1505	03
27	0.011	10.46	2253	02
28	0.006	10.82	1138	02
29	0.017	11.01	3327	02
30	0.005	11.29	1075	03
31	0.001	11.91	165	02
32	0.004	12.07	828	02
33	0.295	12.39	57862	02
34	0.04	12.68	7874	08
35	0.003	13.08	585	05
36	0.007	13.46	1330	06
37	0.015	13.59	2899	06
38	0.009	13.77	1732	06
39	0.002	14.02	366	06
40	0.001	14.13	157	07
41	0.027	14.53	5209	02
42	0.004	14.62	830	02
43	0.008	14.63	1553	02
44	0.003	14.89	507	03
45	0.004	15.57	812	02
46	0.024	15.73	4796	02
47	0.011	16.03	2141	02
48	0.01	16.18	1952	02
49	0.136	16.47	26649	02
50	0.037	16.57	7220	08
51	0.006	16.95	1131	06
52	0.005	17.07	908	06
53	0.016	17.39	3203	07
54	0.	17.81	93	02
55	0.007	17.97	1308	02
56	0.008	18.09	1494	02
57	0.004	18.16	867	02
58	0.004	18.49	801	02
59	0.009	18.61	1832	03
60	0.002	19.22	408	02
61	0.003	19.39	608	02
62	0.001	19.47	159	03
63	0.	19.64	96	01
64	0.001	20.05	159	01
65	0.013	20.27	2495	01
66	0.009	20.67	1845	02
67	0.002	20.79	325	03
68	0.005	21.09	1053	01
69	0.002	23.71	372	01
70	0.002	24.51	491	02
71	0.001	24.68	247	03

TAL

100.

19644824

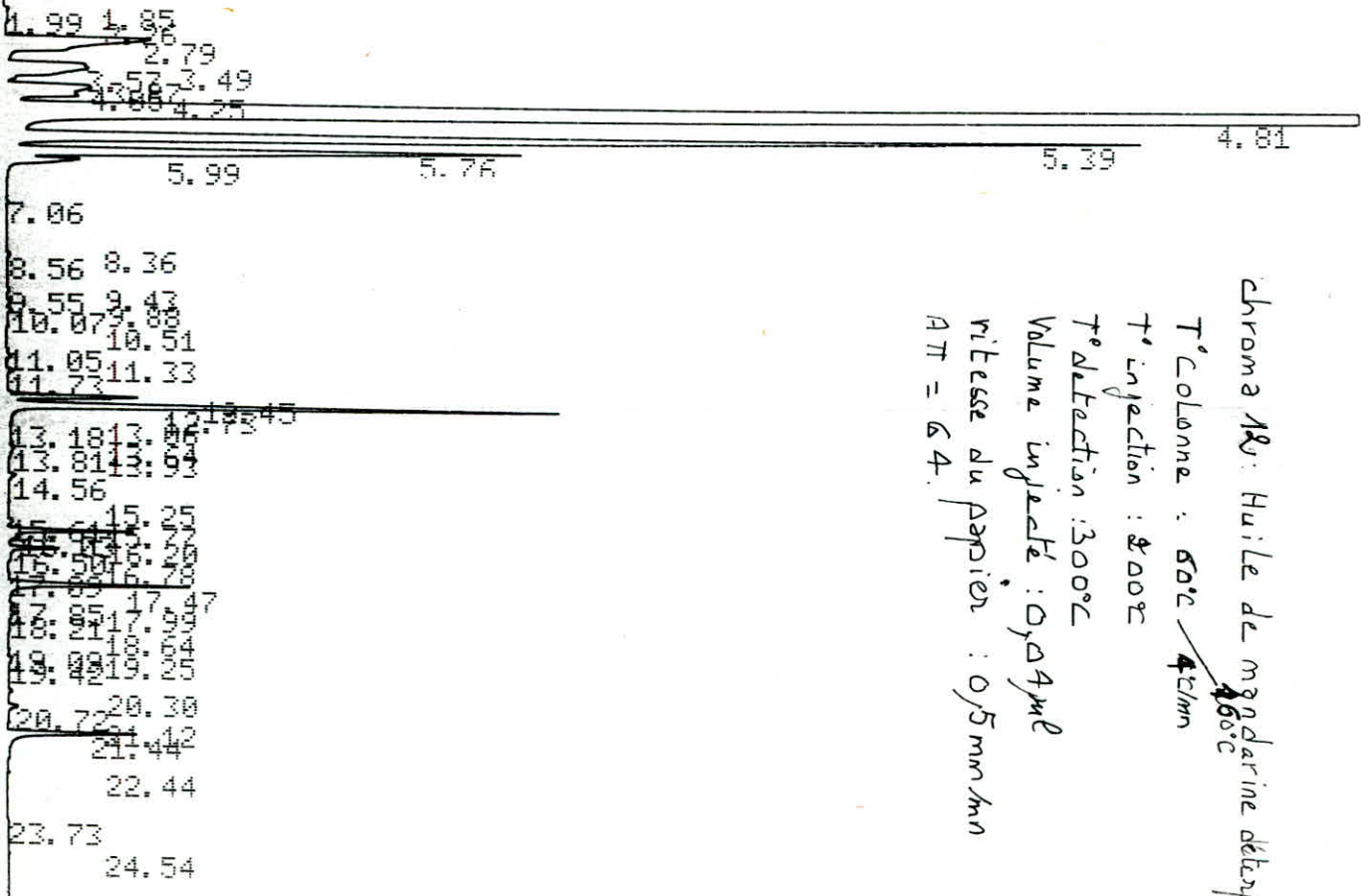
064

PT EVAL:

PT= 26.

1000 999 1000 1000

CHANNEL A INJECT 13/05/89 11:46:44



Chroma 18: Huile de mandarine déterpénée  
 T° Colonne : 60°C ~~4°C~~  
 T° injection : 800°C  
 T° détection : 300°C  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm/min  
 AT = 64.

ERR#	AREA#	RT	AREA	RC
1	0.005	1.85	526	A2
2	0.034	1.99	3254	A2
3	0.024	2.26	2334	A3
4	2.264	2.79	216865	A2
5	0.437	3.49	41985	A2
6	1.045	3.57	100098	A2
7	0.027	3.87	2685	A2
8	1.029	4.05	98683	A2
9	0.592	4.25	56677	A2
10	73.909	4.81	7080771	A8
11	9.37	5.39	897718	A6
12	3.798	5.76	363828	A6
13	0.54	5.99	51781	A7
14	0.012	7.06	1142	A1
15	0.004	8.36	348	A2
16	0.024	8.56	2254	A3
17	0.005	9.43	523	A2
18	0.016	9.55	1486	A3
19	0.032	9.88	3081	A2
20	0.036	10.07	3445	A3
21	0.008	10.51	798	A1
22	0.003	11.05	273	A2
23	0.026	11.33	2464	A2
24	0.047	11.73	4468	A3
25	0.8	12.45	76628	A2
26	3.013	12.73	288678	A8
27	0.	13.06	4	A5
28	0.	13.18	3	A5
29	0.013	13.64	1255	A2
30	0.028	13.81	2728	A2
31	0.009	13.93	857	A3
32	0.033	14.56	3176	A1
33	0.002	15.25	227	A1
34	0.002	15.61	154	A2
35	0.027	15.77	2617	A2
36	0.559	16.03	53553	A2
37	0.055	16.2	5251	A2
38	0.231	16.5	22163	A2
39	0.004	16.78	486	A3
40	0.002	17.09	287	A2
41	0.968	17.47	92764	A2
42	0.024	17.85	2345	A2
43	0.035	17.99	3327	A2
44	0.06	18.21	5711	A2
45	0.015	18.64	1469	A3
46	0.001	19.09	142	A2
47	0.001	19.25	135	A2
48	0.028	19.42	2718	A3
49	0.018	20.3	1748	A1
50	0.054	20.72	5172	A1
51	0.007	21.12	698	A1
52	0.708	21.44	67857	A1
53	0.006	22.44	583	A1
54	0.005	23.73	583	A1
55	0.001	24.54	92	A1

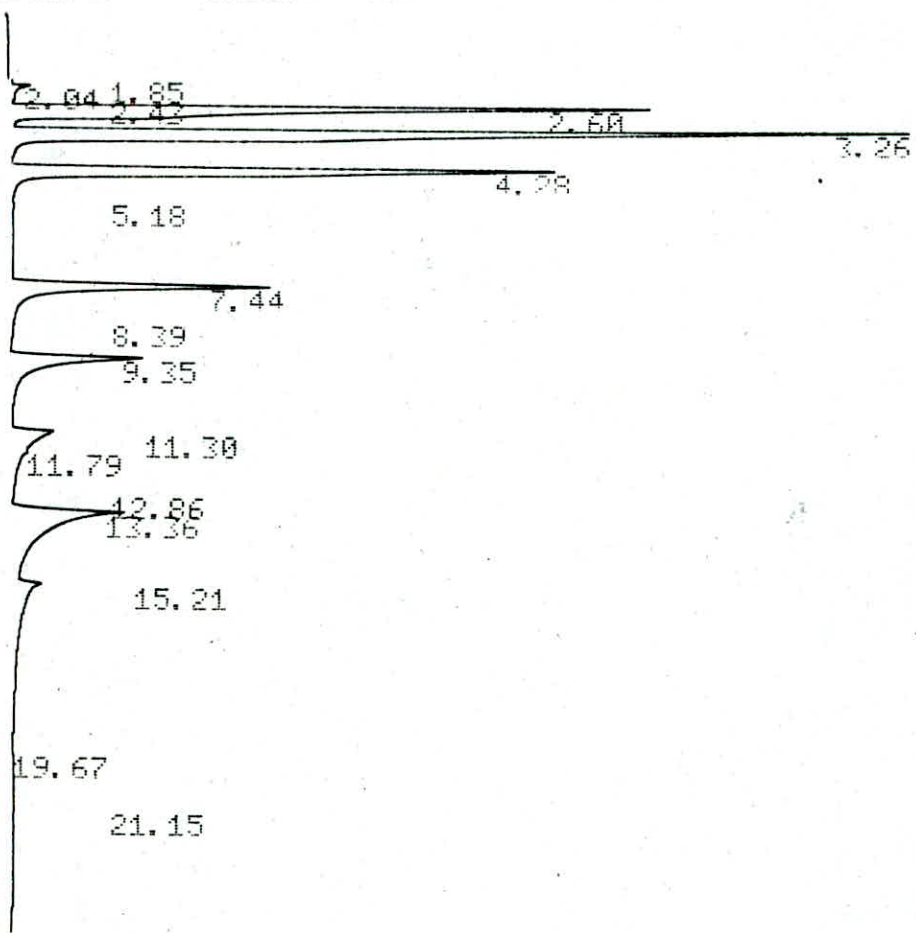
TOTAL 100. 9588338

065

PT EVAL:

PT= 16.

1001 1001 999 1000  
CHANNEL A INJECT 23/05/89 13:44:21



Chroma: 13 mélanges des n-paraffines (C<sub>10</sub>, ..., C<sub>18</sub>)  
 T° colonne : 50°C / 6°C/min  
 T° injection : 200°C  
 T° detection : 300°C  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm/min  
 ATT=64

23/05/89 13:44:21

CH= "A" PS= 1

FILE 1. METHOD A. RUN 7 INDEX 7

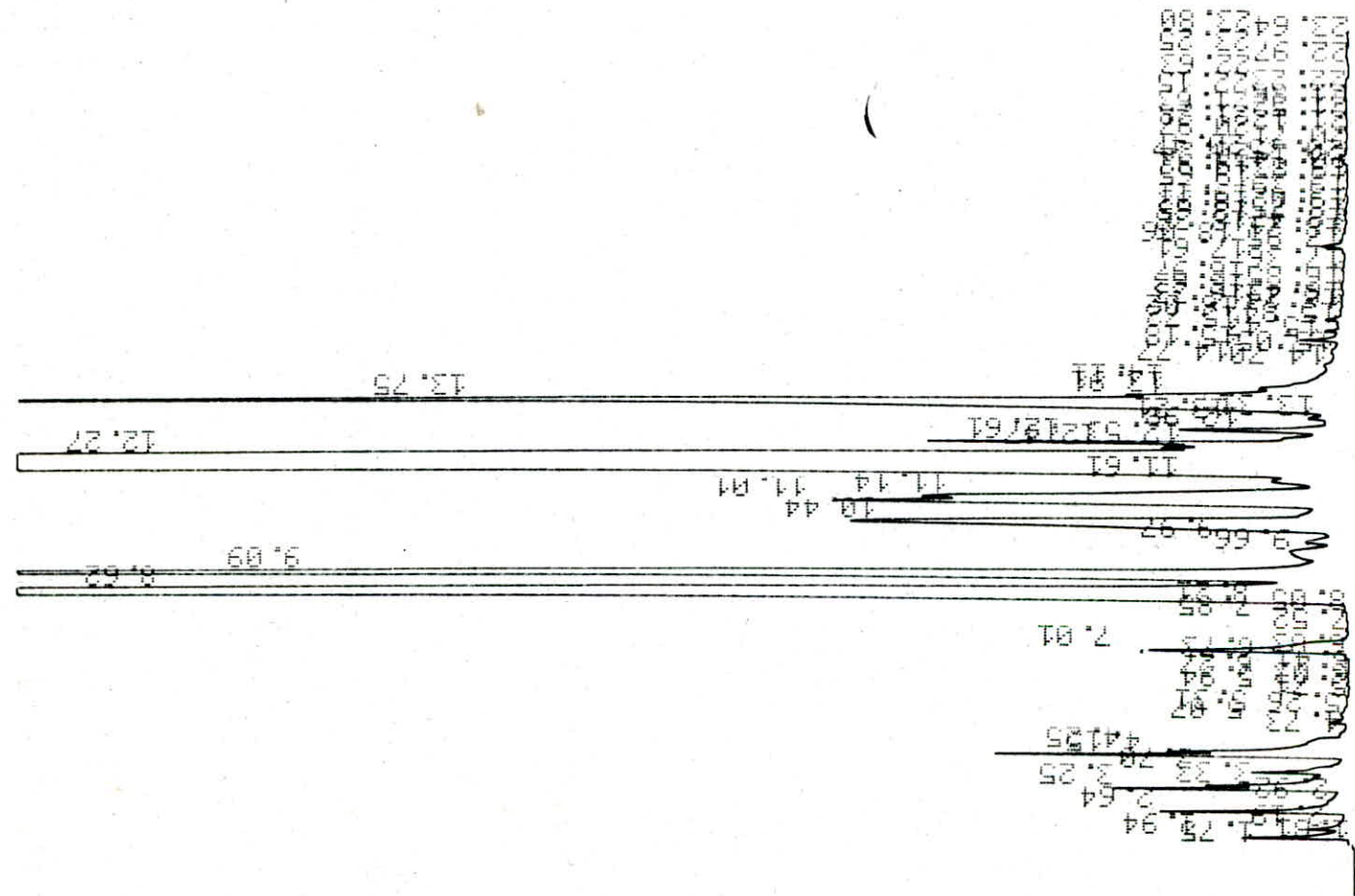
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.023	1.85	733	02
2	0.41	2.04	12879	02
3	0.004	2.43	116	05
4	21.292	2.6	666412	02
5	30.289	3.26	948036	02
6	17.854	4.28	558822	02
7	0.	5.18	9	05
8	8.29	7.44	259467	02
9	0.011	8.39	336	05
10	6.046	9.35	189225	02
11	2.281	11.3	71395	06
12	1.067	11.79	33399	06
13	0.024	12.86	741	06
14	10.53	13.36	329586	02
15	1.835	15.21	57438	05
16	0.003	19.67	105	01
17	0.04	21.15	1267	01

TOTAL 100. 129926

Chroma: 14- Huile de mentha déterpénée  
 rectifiée  
 200°C  
 T° colonne: 60°C / 6°C/min  
 T° injection: 200°C  
 T° détection: 300°C  
 Volume injecté: 0,04 µl  
 Vitesse du papier: 0,5 mm/min  
 AT = 64.

23/05/89 10:54:04 CH= "R" PS= 1.

CHANNEL R INJECT 23/05/89 10:54:04



PEAK#	RT	AREA	INDEX
1	1.75	0.002	329
2	1.81	0.002	430
3	1.94	0.256	538
4	2.19	0.157	322
5	2.54	0.604	127
6	2.56	0.004	202
7	2.81	0.41	810
8	3.25	0.53	869
9	3.33	0.365	1116
10	3.65	0.643	767
11	4.15	0.941	1352
12	4.25	0.002	1979
13	4.73	0.002	468
14	5.07	0.039	821
15	5.26	0.009	1891
16	5.34	0.026	553
17	5.71	0	75
18	5.94	0.001	165
19	6.03	0.005	1025
20	6.27	0.005	985
21	6.41	0.001	273
22	6.73	0.001	109
23	6.83	0.012	242
24	7.01	0.027	1844

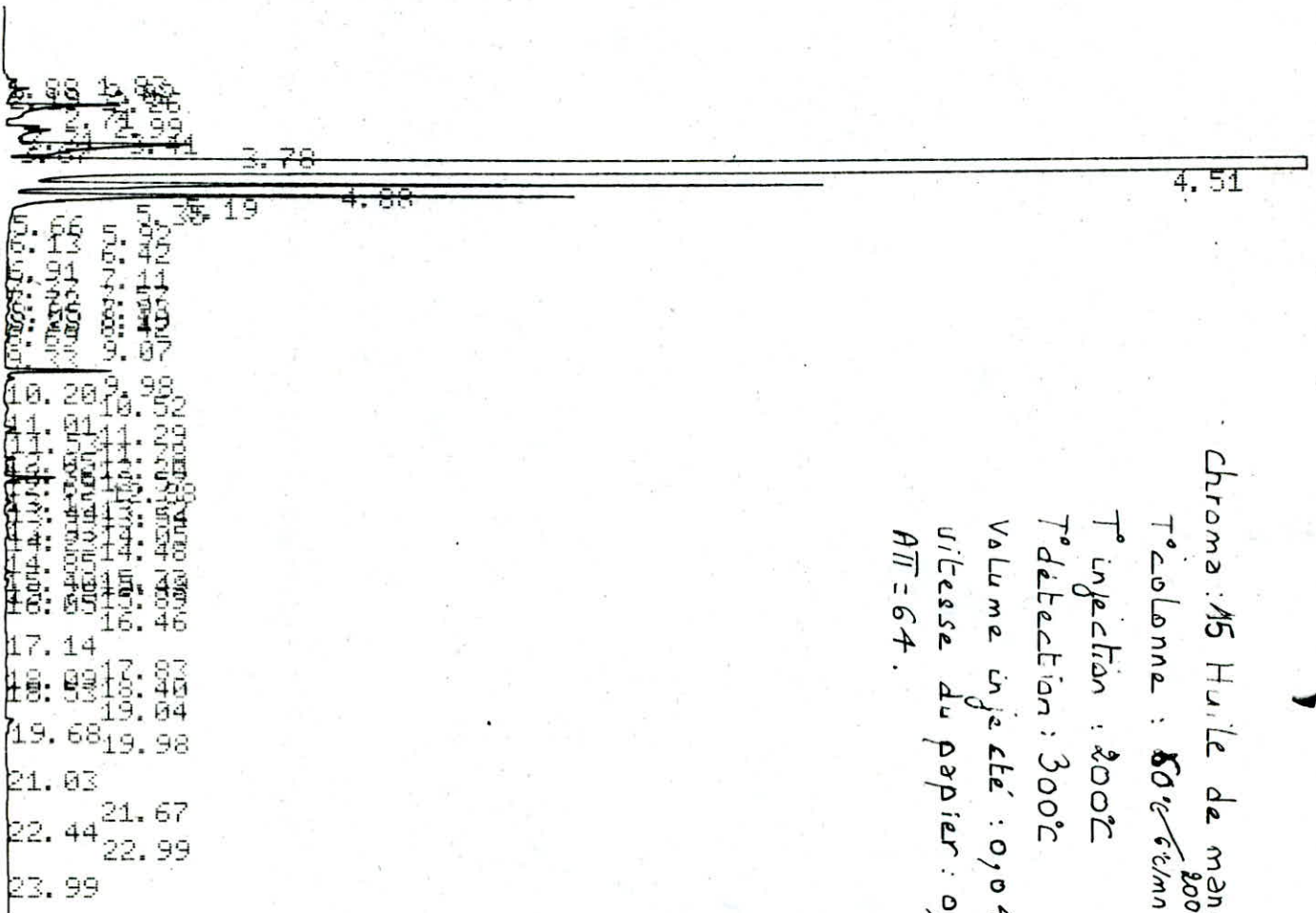


25	0.003	7.85	656	AF
26	0.	8.05	97	AF
27	0.	8.21	58	AF
28	16.065	8.62	3380302	02
29	10.177	9.09	2141354	08
30	0.209	9.66	43888	AF
31	0.073	9.97	15381	AF
32	2.825	10.44	594470	AF
33	1.663	11.01	349835	AF
34	1.781	11.14	374668	AF
35	0.057	11.61	12014	AF
36	53.756	12.27	11311268	08
37	0.035	12.47	7460	AF
38	0.054	12.53	11444	AF
39	0.456	12.61	95985	07
40	0.317	12.98	66759	05
41	0.	13.21	47	AF
42	0.041	13.31	8681	AF
43	6.14	13.75	1291998	AF
44	0.567	13.91	119388	AF
45	0.439	14.11	92375	AF
46	0.016	14.7	3284	AF
47	0.018	14.77	3793	07
48	0.004	15.05	944	06
49	0.009	15.18	1851	AF
50	0.072	15.47	15156	AF
51	0.021	15.72	4398	AF
52	0.008	15.84	1612	AF
53	0.028	16.02	5788	AF
54	0.002	16.24	411	AF
55	0.001	16.33	138	AF
56	0.004	16.43	743	07
57	0.007	16.63	1411	AF
58	0.006	16.85	1240	AF
59	0.013	16.97	2833	AF
60	0.012	17.36	2460	AF
61	0.005	17.61	1056	AF
62	0.015	17.95	3092	AF
63	0.064	18.06	13472	AF
64	0.014	18.21	2991	AF
65	0.012	18.38	2481	AF
66	0.005	18.47	1094	AF
67	0.001	18.65	249	AF
68	0.001	18.75	114	AF
69	0.004	18.93	857	AF
70	0.002	19.02	338	AF
71	0.005	19.11	1098	AF
72	0.003	19.39	551	AF
73	0.001	19.65	218	AF
74	0.001	19.83	254	AF
75	0.002	19.92	497	AF
76	0.001	20.14	255	AF
77	0.	20.24	97	AF
78	0.014	20.35	2939	AF

PT EVAL:

PT= 18.

CHANNEL A INJECT 23/05/89 12:30:50



4.51

Chroma: 15 Huile de mandarine

T° Colonne : 60°C/min

T° Injection : 200°C

T° detection : 300°C

Volume injecté : 0,04 µl

vitesses du papier : 0,5 mm/min

AT=64.

23/05/89 12:30:50

FILE 1. METHOD 0. RUN 5 INDEX 5

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RC
1	0.002	1.83	231	02
2	0.007	1.88	922	02
3	0.051	2.02	6321	02
4	0.015	2.19	1887	02
5	0.142	2.26	17500	02
6	0.784	2.71	96481	02
7	0.001	2.99	114	05
8	0.082	3.31	10097	06
9	0.197	3.41	24230	06
10	0.011	3.67	1335	06
11	1.596	3.78	196414	02
12	91.384	4.51	11247627	02
13	2.463	4.88	303184	02
14	1.727	5.19	212573	02
15	0.276	5.35	34016	02
16	0.058	5.66	7078	02
17	0.027	5.92	3305	02

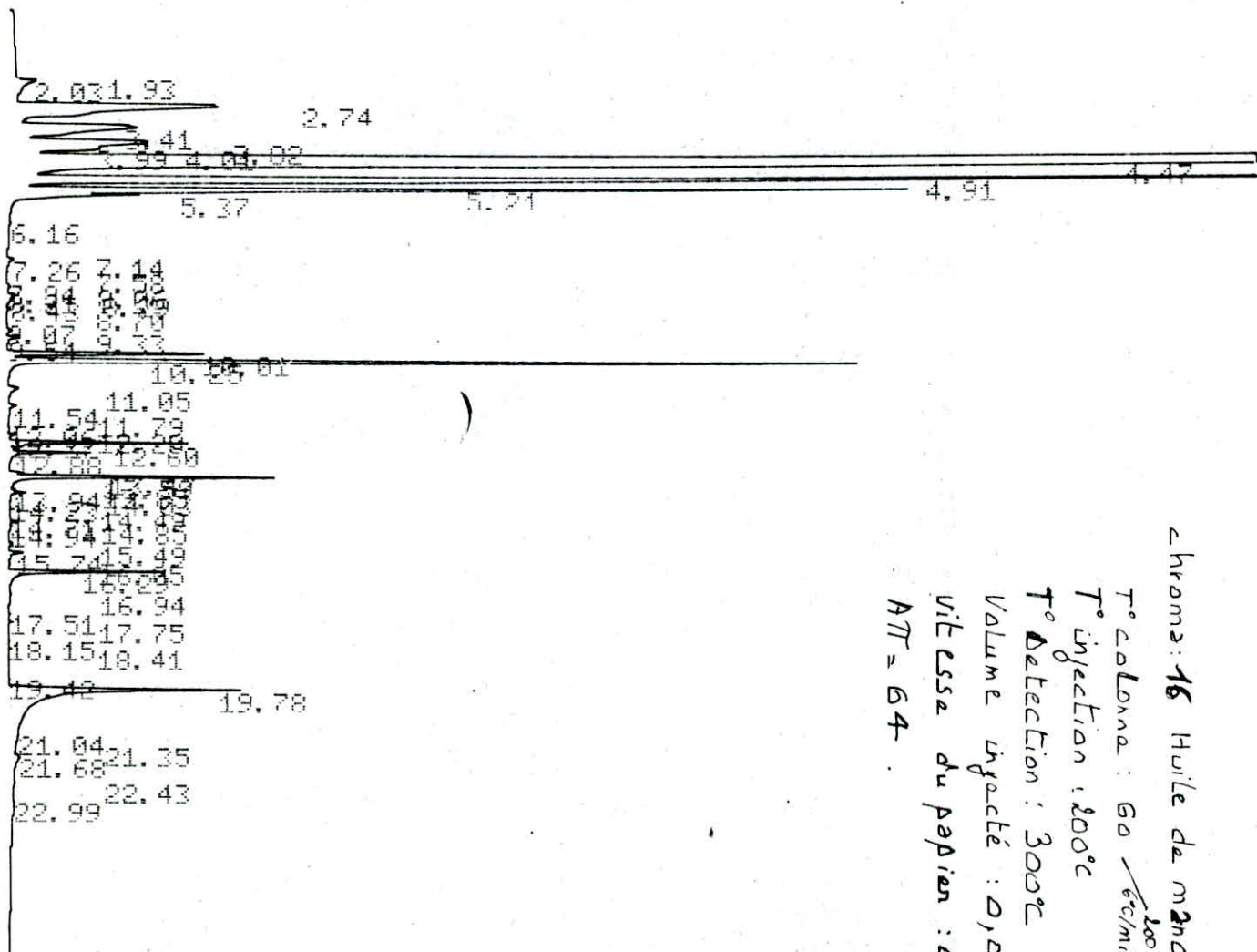
18	0.024	6.13	2988 A2
19	0.041	6.42	5844 A2
20	0.009	6.91	1116 A2
21	0.02	7.11	2521 A2
22	0.009	7.37	1111 A2
23	0.005	7.57	651 A2
24	0.006	7.72	737 A2
25	0.007	7.93	887 A2
26	0.026	8.05	3257 A2
27	0.003	8.19	384 A2
28	0.025	8.28	3847 A2
29	0.008	8.42	938 A2
30	0.017	8.69	2875 A2
31	0.034	9.07	4147 A2
32	0.008	9.33	964 A2
33	0.321	9.98	39453 A2
34	0.048	10.2	5912 A2
35	0.008	10.52	954 A2
36	0.039	11.01	4746 A2
37	0.003	11.29	381 A2
38	0.049	11.53	5983 A2
39	0.006	11.78	712 A2
40	0.001	12.05	129 A2
41	0.004	12.2	528 A2
42	0.035	12.36	4385 A2
43	0.014	12.57	1696 A2
44	0.014	12.69	1726 A2
45	0.166	12.88	28399 A2
46	0.006	13.15	772 A2
47	0.009	13.32	1186 A2
48	0.011	13.44	1299 A2
49	0.026	13.54	3288 A2
50	0.016	13.93	1913 A2
51	0.015	14.05	1835 A2
52	0.012	14.23	1494 A2
53	0.021	14.48	2611 A2
54	0.005	14.85	685 A2
55	0.002	15.33	199 A2
56	0.001	15.4	125 A2
57	0.016	15.49	1921 A2
58	0.011	15.75	1411 A2
59	0.001	15.89	154 A2
60	0.005	16.05	661 A1
61	0.	16.46	43 A1
62	0.007	17.14	913 A2
63	0.003	17.83	314 A2
64	0.002	18.09	239 A2
65	0.004	18.4	435 A2
66	0.001	18.53	156 A2
67	0.001	19.04	104 A1
68	0.041	19.68	5837 A8
69	0.001	19.98	158 A5
70	0.001	21.03	162 A1
71	0.002	21.67	228 A1
72	0.002	22.44	272 A1
73	0.004	22.99	461 A1
74	0.002	23.99	288 A1

TOTAL

100.

12388846

PT EVAL:  
 PT= 23.  
 999 1001 1000  
 CHANNEL A INJECT 23/05/89 13:07:48



chroma: 16 Huile de mandarine déterpenée  
 T° colonne : 60 <sup>100</sup>°C/min  
 T° injection : 200°C  
 T° Detection : 300°C  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm/min  
 AT = 64

23/05/89 13:07:48

FILE	1.	METHOD	A.	RIUN	A	INDEX	A
PEAK#	AREA%	RT	AREA	AC			
1	0.006	1.93	650	02			
2	0.188	2.03	21878	03			
3	2.511	2.74	292758	02			
4	1.585	3.41	184761	02			
5	1.264	3.82	147412	02			
6	0.1	3.99	11646	02			
7	0.416	4.01	48478	02			
8	71.484	4.47	8334359	08			
9	8.736	4.91	1018569	06			
10	3.705	5.21	431979	06			

CH= "H" PS= 1

11	0.012	5.37	59724 A7
12	0.009	6.16	1105 A5
13	0.003	7.14	305 A2
14	0.033	7.26	3893 A8
15	0.002	7.58	231 A5
16	0.005	7.94	634 A2
17	0.017	8.06	2033 A2
18	0.003	8.21	298 A2
19	0.046	8.29	5366 A2
20	0.028	8.43	3300 A2
21	0.009	8.7	1081 A3
22	0.005	9.07	558 A2
23	0.027	9.33	3121 A2
24	0.056	9.54	6537 A3
25	0.785	10.01	91516 A2
26	3.056	10.25	356295 A3
27	0.055	11.05	6359 A1
28	0.029	11.54	3405 A1
29	0.002	11.79	211 A1
30	0.003	12.06	302 A2
31	0.001	12.2	154 A2
32	0.027	12.37	3140 A2
33	0.631	12.6	73534 A2
34	0.273	12.88	31816 A3
35	0.029	13.47	3410 A2
36	0.998	13.59	116334 A8
37	0.003	13.85	369 A6
38	0.013	13.94	1522 A6
39	0.045	14.03	5239 A6
40	0.003	14.23	319 A7
41	0.008	14.49	887 A1
42	0.001	14.71	136 A2
43	0.022	14.85	2602 A2
44	0.001	14.94	169 A3
45	0.013	15.49	1572 A1
46	0.052	15.74	6048 A1
47	0.005	16.05	539 A1
48	0.581	16.29	67782 A1
49	0.007	16.94	834 A1
50	0.001	17.51	130 A1
51	0.005	17.75	621 A1
52	0.002	18.15	264 A2
53	0.003	18.41	305 A3
54	0.001	19.42	130 A1
55	2.508	19.78	292451 A8
56	0.003	21.04	383 A5
57	0.	21.35	53 A5
58	0.059	21.68	6830 A5
59	0.015	22.43	1781 A5
60	0.008	22.99	877 A1

TOTAL

100.

11658999

ETALONS  
à 2°C/Mn

$\alpha$ -pinène

2.85

FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.	1.74	107	02
2	0.793	1.89	220536	02
3	97.919	2.85	27244170	02
4	0.839	3.34	233422	02
5	0.077	3.74	21361	02
6	0.029	4.05	7985	02
7	0.022	4.37	6097	02
8	0.021	4.49	5778	02
9	0.012	4.73	3449	02
10	0.005	5.08	1406	02
11	0.006	5.25	1592	02
12	0.007	5.49	1962	02

T° colonne : 180°C  
60°C / 2°C/min

T° injection : 200°C

T° detection : 300°C

AT = 64

Volume injecté = 0,05 µl

Vitesse du papier = 0,5 mm/min

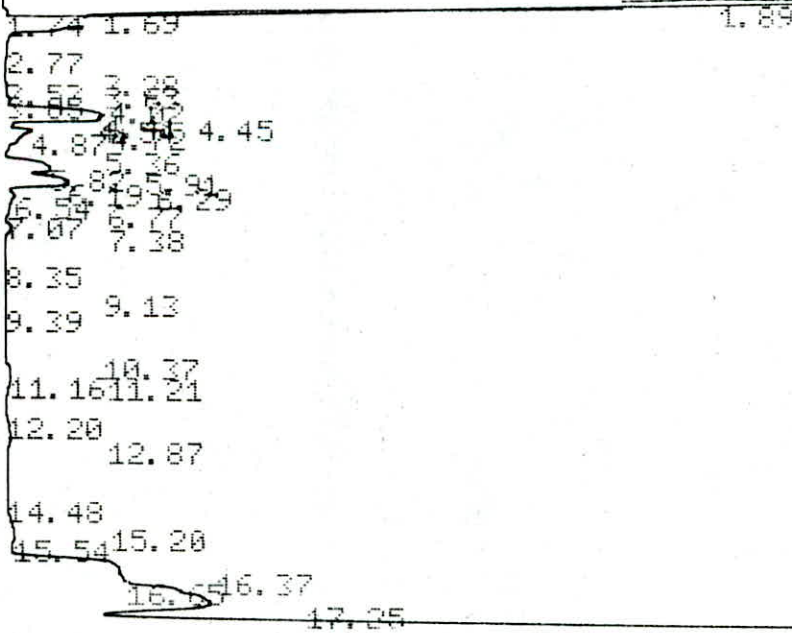
$\pi = 32$

PT EVAL:

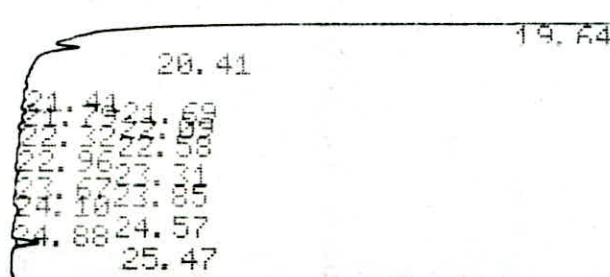
PT = 17.

998 1002 999

CHANNEL A INJECT 09/04/89 14:32:57

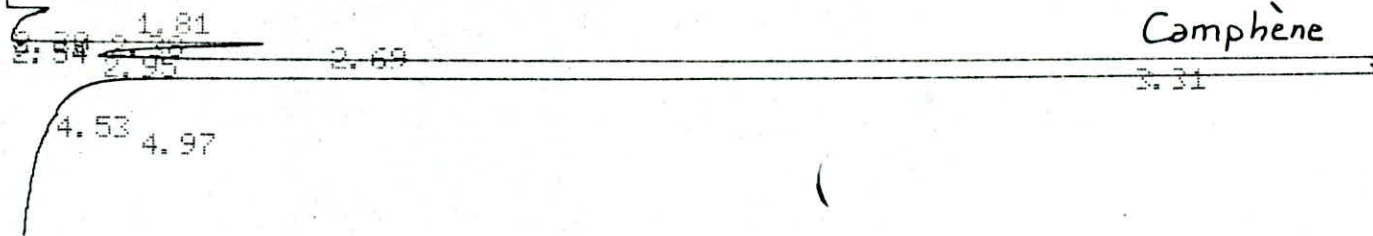


Acétate de linéyle



PT= 50.

999 999 997 999 1000  
CHANNEL A INJECT 15/05/89 09:20:46



15/05/89 09:20:46

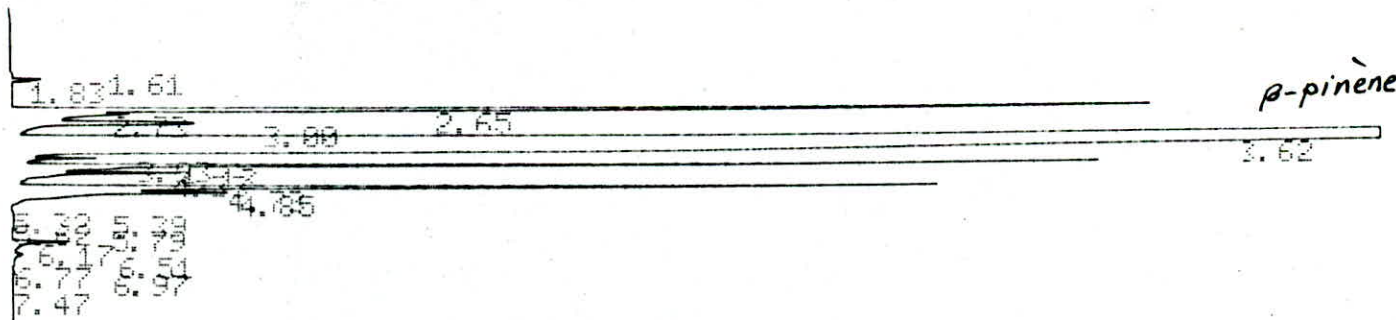
CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 1 INDEX 1

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.454	1.81	47913	02
2	0.022	2.3	2305	02
3	0.014	2.38	1527	02
4	0.015	2.54	1589	02
5	2.367	2.69	249753	02
6	0.381	2.95	40170	02
7	96.734	3.31	10204991	08
8	0.012	4.53	1261	05
9	0.	4.97	7	05

TOTAL 100. 10549516

CHANNEL A INJECT 17/04/89 11:05:02



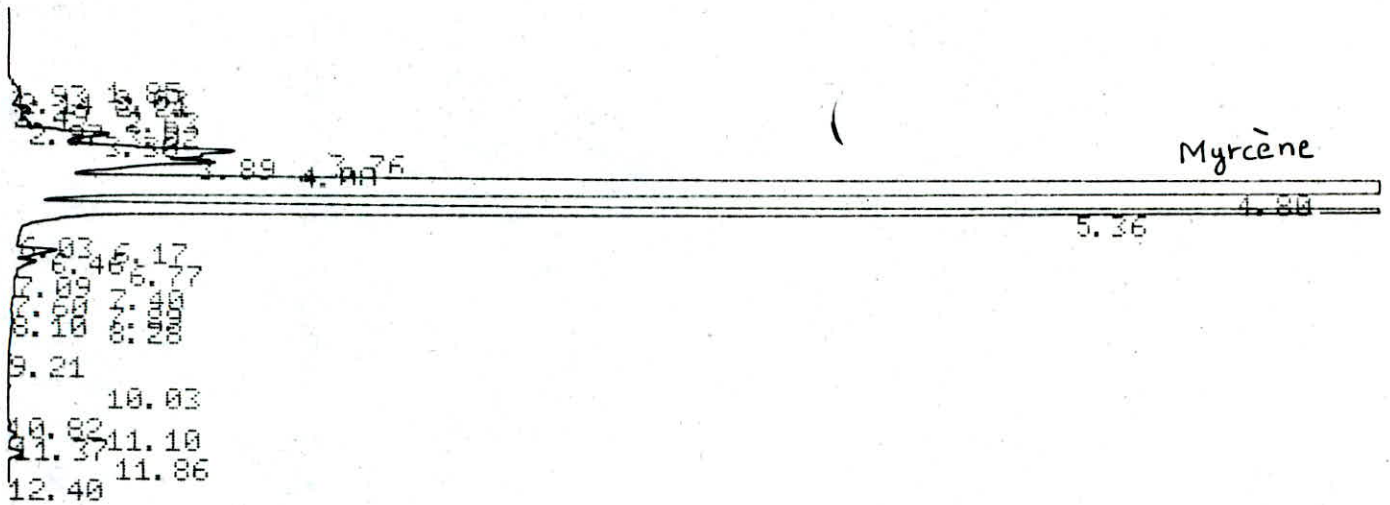
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.001	1.61	95	01
2	0.075	1.83	9763	01
3	3.394	2.65	442741	02
4	0.619	2.73	80774	02
5	0.991	3.	129305	02
6	87.013	3.62	11350218	02
7	0.224	3.93	29230	02
8	2.469	4.13	322013	02
9	0.618	4.33	80657	02
10	2.471	4.73	322319	02
11	1.119	4.85	145937	08
12	0.	5.32	10	05
13	0.001	5.39	98	06
14	0.006	5.62	801	06
15	0.	5.79	59	07

*T° colonne : 60 / 140  
 2°/min  
 T° injection : 200°  
 T° detection : 300°  
 Attenuation : 64  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm*



PT EVAL:  
PT= 17.

999 996 1003 1002 1002 999 999 1000 1000  
CHANNEL A INJECT 18/05/89 14:55:54



18/05/89 14:55:54 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RD
1	0.007	1.85	763	02
2	0.007	1.93	846	02
3	0.029	2.03	3258	02
4	0.057	2.14	6544	02
5	0.093	2.21	10635	02
6	0.007	2.49	748	02
7	0.217	2.63	24736	02
8	0.101	2.97	11518	02
9	0.101	3.02	11519	02
10	1.266	3.3	144117	02
11	2.448	3.76	278749	02
12	1.076	3.89	122481	02
13	2.569	4.08	292519	02
14	71.606	4.8	8152416	02
15	19.7	5.36	2242928	08
16	0.001	6.03	107	05
17	0.004	6.17	462	05
18	0.318	6.46	36260	06
19	0.141	6.77	16056	07
20	0.003	7.09	397	05
21	0.005	7.4	553	06
22	0.004	7.6	420	07
23	0.002	7.89	179	06
24	0.005	8.1	621	06
25	0.007	8.28	822	07
26	0.003	9.21	382	01
27	0.009	10.03	1005	01
28	0.004	10.82	459	02
29	0.025	11.1	2891	02
30	0.063	11.37	7185	02
31	0.118	11.86	13433	02
32	0.001	12.4	143	03

T° colonne : 60  $\nearrow$  180°C  
2°C/min  
T° injection : 200°C  
T° detection : 300°C  
RT = 64  
Volume injecté : 0,05 µl  
vitesse du papier : 0,5 mm

TOTAL 100.

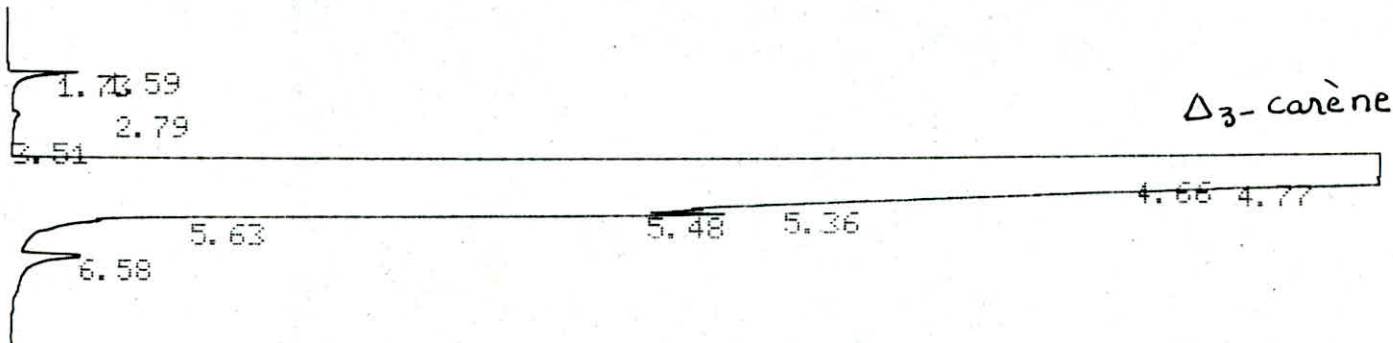
11385152

PT EVAL:

PT= 17.

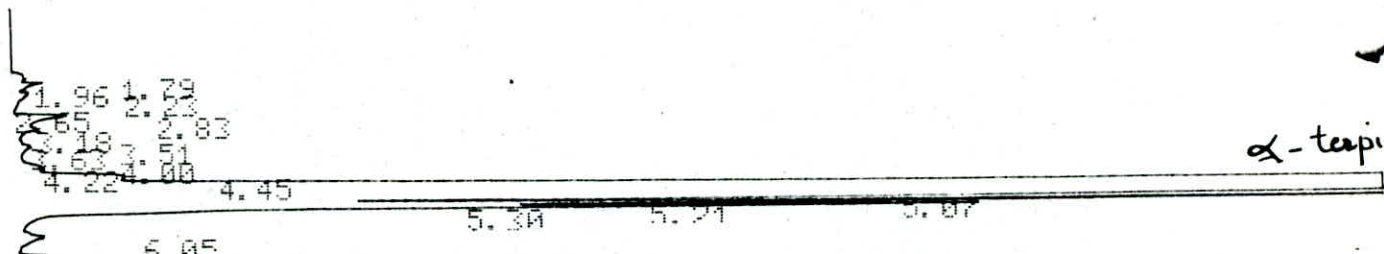
999 1000

CHANNEL A INJECT 11/04/89 12:41:39



FILE	1.	METHOD	0.	RUN	3	INDEX	3
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	0.001	1.59	386	02			
2	0.214	1.73	63318	08			
3	0.036	2.79	10729	06			
4	0.	3.51	73	07			
5	82.439	4.66	24364120	02			
6	13.327	4.77	3938620	02			

CHANNEL A INJECT 15/05/89 09:52:53



FILE	1.	METHOD	0.	RUN	3	INDEX	3
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC			
1	0.089	1.79	11853	02			
2	0.164	1.96	21859	02			
3	0.137	2.23	18206	02			
4	0.003	2.65	427	03			
5	0.388	2.83	51648	02			
6	0.156	3.18	20844	02			
7	0.025	3.51	3284	02			
8	0.123	3.63	16433	02			
9	0.026	4.	3438	02			
10	0.209	4.22	27872	02			
11	0.7	4.45	93265	02			
12	77.187	5.07	10284398	02			
13	4.05	5.21	539592	02			
14	3.686	5.3	491105	08			
15	0.169	6.05	22521	05			
16	12.873	6.77	1715166	08			
17	0.008	7.24	1051	05			
18	0.008	7.45	1122	05			

TOTAL 100. 13324084

$T^{\circ}$  colonne :  $60^{\circ}C$  /  $140^{\circ}C$   
 $2^{\circ}C/min$   
 $T^{\circ}$  injection :  $200^{\circ}C$   
 $T^{\circ}$  detection :  $300^{\circ}C$   
 Atténuation : 64  
 Volume injecté : 0,04  $\mu$ l  
 vitesse du papier : 0,5 mm/min

DATE " 19/04/89  
 TIME " 12:20  
 CS= 0.5  
 AT= 32  
 PT EVAL:  
 PT= 143.

992 991 997 1005 1004 1002 1002 1000 1000  
 CHANNEL A INJECT 19/04/89 12:28:07

1.88 1.69

Limonène

5.56

6.00

6.45

7.21

12.51 12.01

16.60

19/04/89 12:28:07

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 1 INDEX 1

PEAK#	AREA%	RT	AREA	AD
1	0.002	1.69	738	A2
2	0.004	1.88	1275	A2
3	99.769	5.56	30270921	A8
4	0.003	6.	1055	A5
5	0.171	6.45	51882	A5
6	0.006	7.21	1771	A1
7	0.027	12.01	8217	A1
8	0.01	12.51	3019	A1
9	0.007	16.6	2162	A1

TOTAL 100.

30341040

*T<sub>donne</sub> : 60° → 140°  
 2°C/min  
 T<sub>injection</sub> : 200°C  
 T<sub>detection</sub> : 300°C  
 Attenuation : 64  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm*

998PT EVAL:

PT= 16.

998 996 1002 1002 998 998 1000 1000  
CHANNEL A INJECT 17/04/89 14:43:57

2.34 1.89  
2.74  
3.53 3.62  
4.33  
4.43

*Cinéol*

5.61

6.48

9.07

12.09 11.89

13.33 12.71

16.69  
17.40

17/04/89 14:43:57

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 5 INDEX 5

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.033	1.89	7739	08
2	0.	2.34	13	05
3	0.003	2.74	703	01
4	0.003	3.53	694	02
5	0.002	3.62	556	03
6	0.001	4.33	260	02
7	0.002	4.43	574	02
8	99.732	5.61	23537005	08
9	0.089	6.48	20984	05
10	0.	9.07	50	01
11	0.001	11.89	331	02
12	0.002	12.09	531	03
13	0.001	12.71	195	01
14	0.001	13.33	144	01
15	0.003	16.69	619	01
16	0.095	17.4	22380	01
17	0.001	21.03	147	02
18	0.002	21.26	494	03
19	0.027	21.68	6388	01
20	0.001	24.58	248	01
21	0.001	27.79	151	01

*T° colonne : 60 → 180 °C  
2°C*

*T° injection : 200°C*

*T° detection : 300°C*

*ATI = 64*

*Volume injecté : 0,05 µl*

*( vitesse du papier : 0,5 mm/min )*

1002PT EVAL:  
 PT= 17.  
 999 1000 1000  
 CHANNEL A INJECT 17/04/89 15:28:14

1.89 1.64  
 2.37 2.14  
 3.39 3.08  
 4.53 3.87  
 4.98 4.89

*γ*-terpinène

7.23 7.42 7.14 6  
 8.03 8.03  
 9.51 9.06  
 10.71 10.18  
 11.38 10.99  
 12.26 11.92  
 12.74 12.69  
 13.01  
 15.06

6.46 6.64

17/04/89 15:28:14 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.001	1.64	178	01
2	0.039	1.89	9800	08
3	0.	2.14	12	05
4	0.	2.37	13	05
5	0.01	3.08	2389	02
6	0.003	3.39	777	02
7	0.008	3.87	2038	02
8	0.008	4.53	2046	02
9	0.091	4.89	22775	02
10	0.296	4.98	73820	02
11	57.828	6.46	14444069	02
12	34.113	6.64	8520697	02
13	5.535	6.85	1382555	02
14	1.27	7.06	317160	02
15	0.413	7.14	103135	02
16	0.021	7.33	5334	02
17	0.091	7.42	22772	08
18	0.002	7.85	461	06
19	0.	8.03	87	07

140°C  
 T° colonne : 60°C / 2°/min  
 T° injection : 200°C  
 T° Detection : 300°C  
 Atténuation : 64  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm/min

PT= 30.

994 990 987 997 1007 1007 1004 1001 999 999 1000  
CHANNEL A INJECT 15/05/89 10:08:53

.74  
1.76 1.97  
2.81 3.17  
3.81 4.02  
4.53 5.01  
5.53 5.92  
6.33

p-cymène

7.25  
7.63 8.25  
8.52 8.75  
9.29 9.09  
9.57  
10.17 10.43  
10.76 11.15  
11.63  
12.21  
12.68 13.32  
14.04

15/05/89 10:08:53 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD A. RIIN 4 INDEX 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RC
1	0.016	0.74	2835	A1
2	0.009	1.76	1635	A2
3	0.037	1.97	6449	A3
4	0.089	2.81	15621	A2
5	0.838	3.17	146426	A2
6	0.129	3.81	22534	A2
7	1.225	4.02	214052	A2
8	0.031	4.63	5461	A2
9	0.59	5.01	103047	A2
10	0.11	5.53	19293	A2
11	0.089	5.92	15547	A2
12	0.023	6.33	3959	A2
13	94.502	7.25	16514223	A2
14	0.798	7.63	139403	A2
15	0.167	7.82	29151	A2
16	0.088	7.99	15371	A2
17	0.323	8.25	56374	A2
18	0.398	8.52	69583	A8
19	0.073	9.09	12797	A6
20	0.063	9.29	11054	A6
21	0.177	9.57	30903	A7
22	0.004	10.17	738	A2
23	0.046	10.43	8040	A2
24	0.018	10.76	3060	A8
25	0.009	11.15	1615	A5
26	0.005	11.63	788	A1
27	0.066	12.21	11450	A2
28	0.008	12.68	1474	A2
29	0.045	13.32	7832	A2
30	0.025	14.04	4360	A3

T° Colonne : 60°C <sup>140°C</sup>  
 2°C/min  
 T° injection : 200°C  
 T° detection : 300°C  
 Atténuation : 64  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm/min

TOTAL 100. 17475083

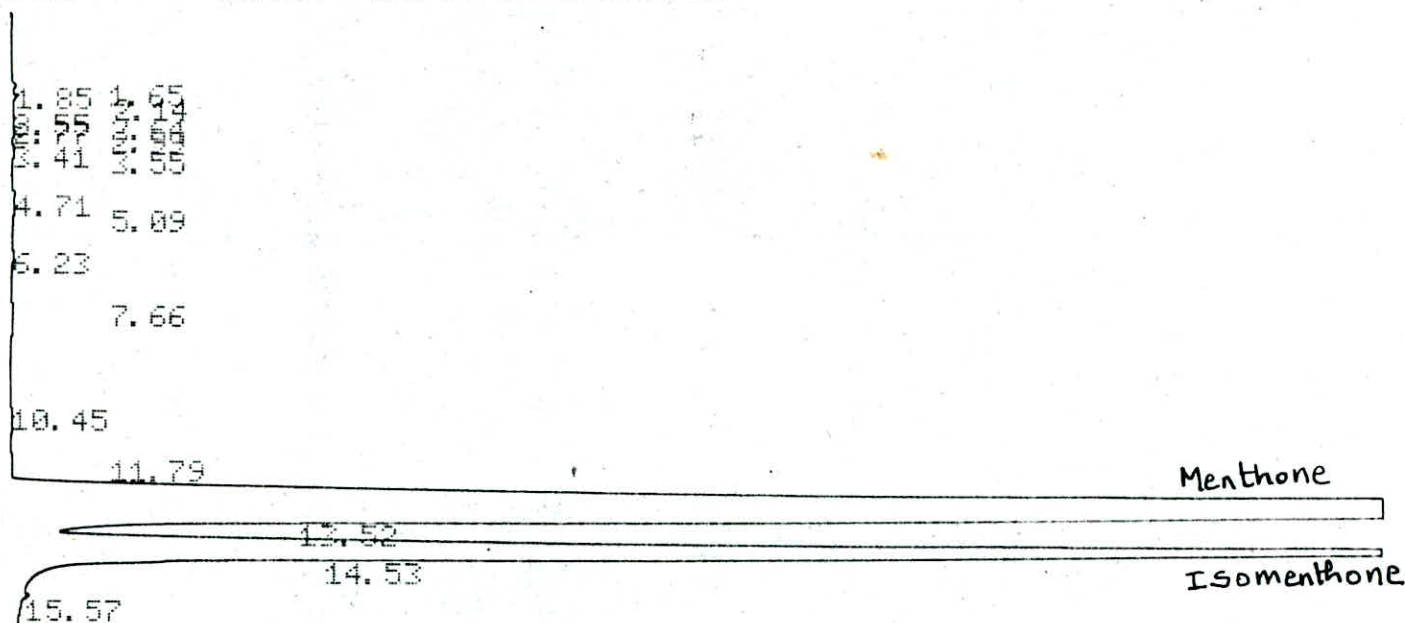
PT EVAL:

PT= 12.

1001 1000

CHANNEL A

INJECT 16/04/89 12:50:48



FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.001	1.65	161	02
2	0.021	1.85	2614	02
3	0.031	2.14	3781	09
4	0.002	2.64	282	06
5	0.001	2.77	162	07
6	0.	2.99	55	01
7	0.003	3.41	343	02
8	0.001	3.55	166	03
9	0.024	4.71	2879	08
10	0.002	5.09	195	05
11	0.003	6.23	370	01
12	0.001	7.66	97	01
13	0.007	10.45	796	01
14	0.025	11.79	3029	02
15	67.915	13.52	8297484	02
16	30.21	14.53	3690936	02
17	0.331	15.57	40454	02
18	0.027	16.4	3356	02
19	0.091	16.69	11145	02
20	0.081	17.07	9947	02
21	0.046	17.35	5571	02

*T° colonne : 60°C / 140°C  
2°/min  
T° injection : 200°C  
T° detection : 300°C  
Atténuation : 64  
Volume injecté : 0,04 µl  
Vitesse du papier : 0,5 mm/min*

13.52 13.05  
 14.27  
 15.69  
 16.58 16.47

Acetate de menthyle

19.17

20.11  
 20.86 20.65  
 21.67 21.35  
 22.28  
 23.10  
 23.72 23.53  
 24.07  
 24.37  
 25.03  
 26.14  
 27.18

25/05/89 09:58:48

CH= "A" PS= 1.

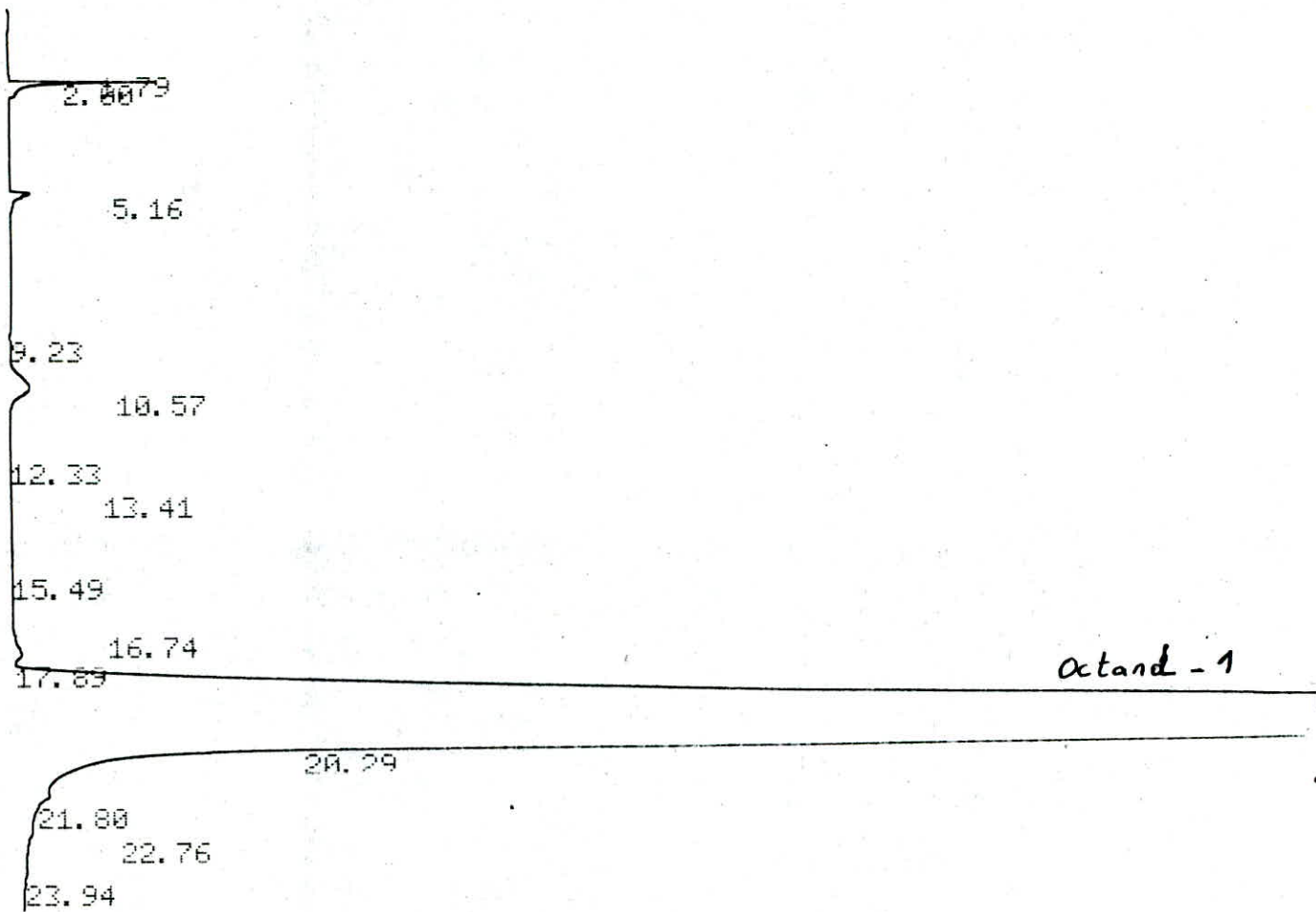
FILE	METHOD	RT	AREA	BC	INDEX
1.					1
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC	
1	0.061	1.79	5243	02	
2	0.958	2.01	82969	02	
3	0.	2.76	14	03	
4	0.059	5.15	5084	01	
5	0.01	7.32	907	01	
6	0.025	8.16	2146	01	
7	0.016	8.97	1424	01	
8	0.009	9.88	798	02	
9	0.026	10.01	2266	02	
10	0.12	10.49	10372	03	
11	0.073	13.05	6324	02	
12	0.104	13.52	9027	03	
13	0.016	14.27	1378	01	
14	0.005	15.69	453	01	
15	1.043	16.47	90279	02	
16	0.646	16.58	55949	02	
17	0.405	16.65	35045	02	
18	0.886	16.71	76695	02	
19	92.872	19.17	8039315	08	
20	0.063	20.11	5452	05	
21	0.102	20.65	8796	05	
22	0.005	20.86	434	05	
23	0.	21.35	7	05	
24	0.	21.67	15	05	

T° colonne: 60°C → 180°C  
 2°C/min  
 T° injection: 200°C  
 T° detection: 300°C  
 AT = 64  
 Volume injecté: 0,05 µl  
 vitesse du papier: 0,5 mm/min



T= 37.

1007 1006 1003 999 1000 1002  
CHANNEL A INJECT 15/05/89 12:50:31



15/05/89 12:50:31

CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	A.	RUN	8	INDEX	8
PEAK#	AREA%	RT	AREA	AC			
1	0.	1.79	93	01			
2	0.311	2.	63316	01			
3	0.116	5.16	23687	01			
4	0.004	9.23	739	01			
5	0.359	10.57	73094	01			
6	0.011	12.33	2264	02			
7	0.009	13.41	1782	03			
8	0.013	15.49	2645	02			
9	0.015	16.74	3059	02			
10	0.114	17.89	23128	02			
11	98.259	20.29	19987379	02			
12	0.495	21.8	100612	02			
13	0.226	22.76	46061	02			
14	0.067	23.94	13656	03			

TOTAL 100.

20341515

T° colonne : 60 <sup>180°</sup>  
 2°/min  
 T° injection : 200°  
 T° detection : 300°  
 AT = 64  
 Volume injecté : 0,05 µl  
 Vitesse du papier : 0,5 mm/min

15.14

Linalol

18.63  
19.30

20.65  
21.48

22.69  
23.21

23.81  
24.33

CHANNEL A INJECT 15/04/89 13:22:08

1.8766

3.07

3.75

4.79

6.48

7.72

8.93

9.55

11.37

11.90

12.65

13.80

14.39

15.24

15.86  
15.99

16.71

17.64

19.53

Menthol

23.01

23.75

26.41

27.30

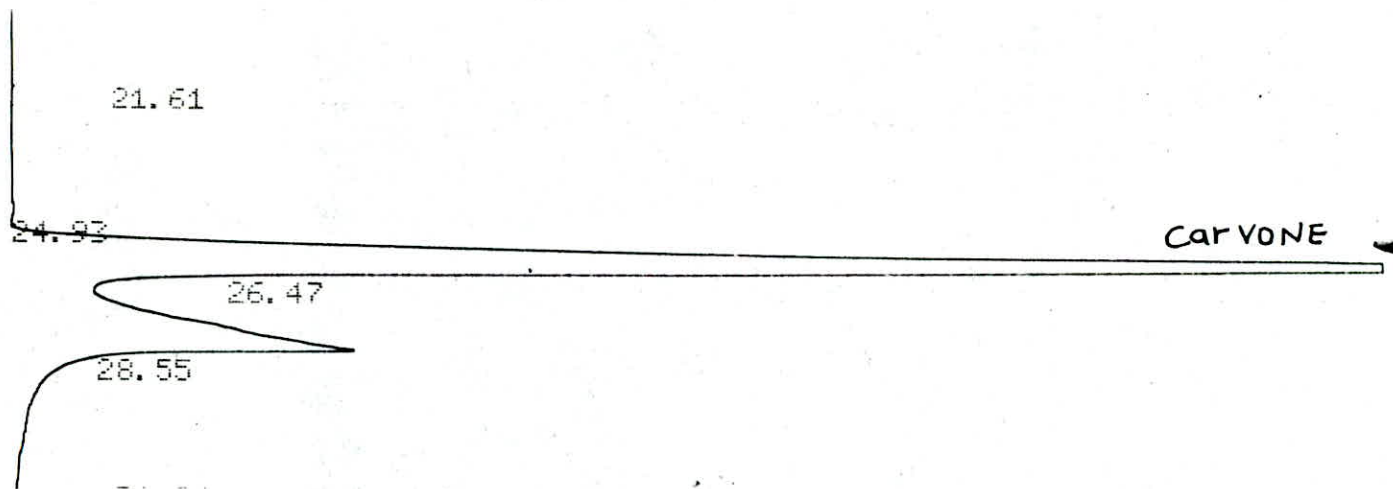
28.20

29.06

30.34

18	0.01	16.71	1980	02
19	0.052	17.64	10081	02
20	1.352	19.53	263248	02
21	89.347	23.01	17395512	02
22	8.04	23.75	1565282	02
23	0.057	26.41	11144	02
24	0.077	27.3	15087	02
25	0.039	28.2	7611	02
26	0.027	29.06	5286	02
27	0.014	30.34	2670	02
28	0.007	30.79	1308	02

140°  
 T° colonne : 60° 2°/min  
 T° injection : 200°  
 T° detection : 300°  
 Attenuation : 64  
 Volume injecté : 0,09 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm/m



08/05/89 14:11:07 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 7 INDEX 7

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RD
1	0.071	1.69	6399	A2
2	0.118	1.88	10667	A2
3	0.014	2.25	1252	A2
4	0.002	2.7	159	A2
5	0.008	2.82	729	A2
6	0.017	4.8	1529	A2
7	0.104	4.92	9425	A2
8	0.028	11.01	2519	A1
9	0.008	12.65	727	A2
10	0.098	12.72	8850	A2
11	0.021	15.42	1891	A2
12	1.336	17.22	120958	A2
13	0.02	21.61	1777	A1
14	0.071	24.92	6389	A2
15	54.43	26.47	4927622	A2
16	23.447	28.55	2122661	A2
17	0.489	31.94	44251	A2
18	0.518	33.06	46914	A2
19	0.166	35.91	15065	A2
20	16.486	37.32	1492502	A2
21	0.316	40.84	28589	A2
22	0.112	41.82	10142	A2
23	0.563	42.21	51011	A2
24	0.515	45.12	46647	A2
25	0.291	45.67	26241	A2
26	0.373	47.46	32755	A2
27	0.112	48.29	10097	A2
28	0.052	48.71	4686	A2
29	0.046	49.29	4207	A2
30	0.063	50.24	5600	A2
31	0.026	51.79	2391	A2
32	0.033	52.11	3002	A2
33	0.04	52.55	3597	A1
34	0.008	54.01	600	A1

TOTAL 100. 9053122

*140°C*  
*2°C/min*  
 T° colonne : 60°C  
 T° injection : 200°C  
 T° detection : 300°C  
 Attenuation : 64  
 Volume injecté : 0,04 µl  
 Vitesse du papier : 0,5 mm/mn

16.10  
 17.45  
 18.05  
 18.95  
 19.41  
 20.25  
 21.99  
 22.89

24.74 24.53  
 25.13 25.00  
 25.79

Citrol

27.98 27.57  
 28.82  
 29.21  
 29.87  
 30.31  
 30.55 30.89  
 31.59  
 32.34 31.99  
 33.38 33.13  
 34.06 33.65  
 35.29 35.05  
 35.86 35.50  
 36.57

25/05/89 10:37:38 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 2 INDEX 2

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RC
34	1.464	24.71	96652	A2
35	0.23	25.	15180	A2
36	0.37	25.13	24442	A2
37	0.761	25.79	50226	A2
38	63.5	27.57	4191481	A8
39	0.034	27.98	2225	A5
40	0.006	28.82	375	A5
41	0.003	29.21	178	A5
42	0.	29.87	3	A5
43	0.03	30.31	1977	A6
44	0.02	30.55	1329	A6
45	0.152	30.89	10038	A7
46	0.198	31.59	13097	A2
47	0.022	31.99	1424	A2
48	0.049	32.34	3235	A3
49	0.053	33.13	3527	A2
50	0.021	33.38	1391	A2
51	0.009	33.65	621	A3
52	0.008	34.06	523	A1
53	0.004	35.05	246	A2
54	0.012	35.29	761	A2
55	0.093	35.5	6148	A2
56	0.105	35.86	6916	A3
57	0.027	36.57	1796	A1

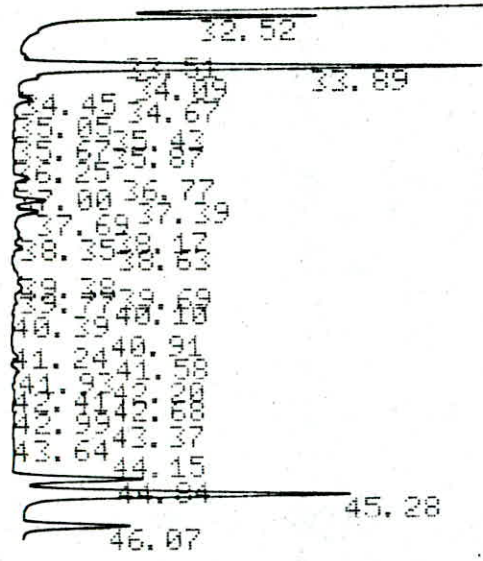
TOTAL 100.

6600000

T° colonne : 60° <sup>140°</sup> 2°/mn  
 T° injection : 200°  
 T° detection : 300°  
 AT=64  
 Volume injecté : 0,05 µl  
 Vitesse du papier : 0,5 mm/mn

27.95  
28.31  
32.19  
32.52  
33.89  
45.28  
46.07

Néral



25/05/89 15:05:42 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 9 INDEX 9

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RC
67	0.079	25.1	12002	02
68	0.16	25.3	24199	02
69	0.184	25.4	27857	02
70	0.373	25.88	56460	02
71	0.114	26.24	17311	02
72	3.587	27.17	530948	02
73	0.261	27.4	39481	02
74	0.273	27.95	41346	02
75	0.291	28.31	44059	02
76	0.037	28.85	5667	02
77	0.082	29.64	12393	02
78	0.192	30.07	29075	02
79	0.086	30.07	12975	02
80	0.117	30.44	17706	02
81	0.043	30.58	6518	02
82	0.021	30.68	3185	02
83	69.404	32.19	10506869	02
84	2.305	32.52	348959	08
85	0.016	33.51	2352	06
86	2.834	33.89	429068	02
87	0.227	34.09	34371	02
88	0.085	34.45	12885	02
89	0.208	34.67	31448	02

T° colonne: 60 / 180°C  
 2°C/min  
 T° injection: 200°C  
 T° detection: 300°C  
 ATT = 64  
 Volume injecté: 0,05 µl  
 vitesse du papier: 0,5 mm/min

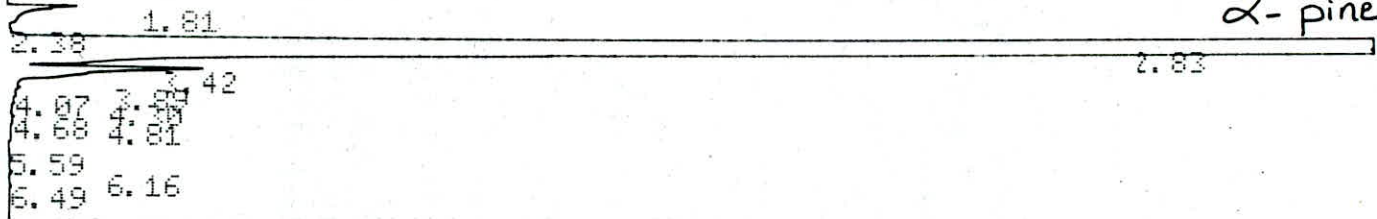
ETALONS  
à 4°C / Mn

PT EVAL:

PT= 14.

1002 1001 1000 1000

CHANNEL A INJECT 17/04/89 10:29:58



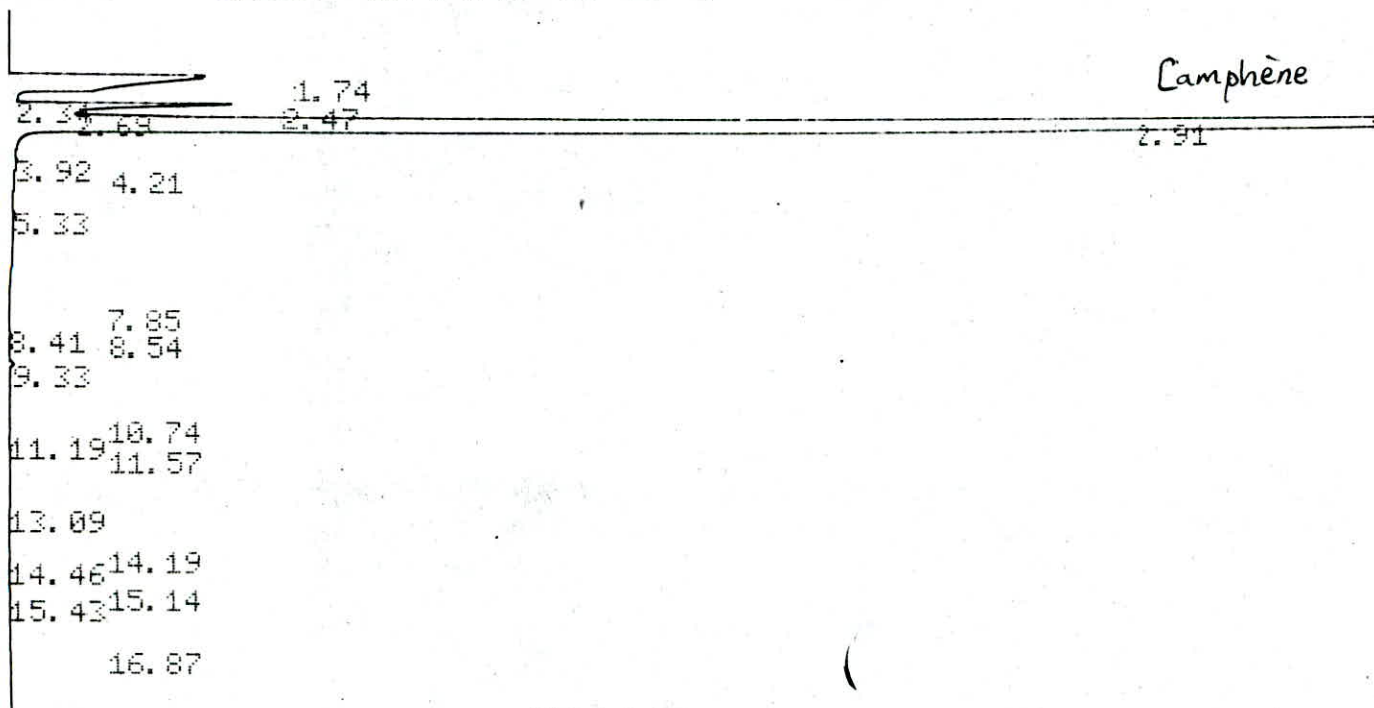
FILE 1. METHOD 0. RUN 1 INDEX 1

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.196	1.81	48184	08
2	0.002	2.38	484	06
3	98.735	2.83	24328698	02
4	0.784	3.42	193157	02
5	0.041	3.89	10154	02
6	0.025	4.07	6080	02
7	0.026	4.3	6511	02
8	0.018	4.68	4316	02
9	0.026	4.81	6333	02
10	0.008	5.59	2066	02
11	0.005	6.16	1320	02
12	0.007	6.49	1622	03
13	0.017	9.06	4148	01
14	0.003	13.	618	01
15	0.001	15.09	229	01
16	0.004	16.83	914	01
17	0.049	17.92	12053	01
18	0.007	19.72	1843	01
19	0.001	21.21	298	01
20	0.008	21.6	1907	01
21	0.023	22.99	5564	02
22	0.009	23.42	2264	03
23	0.006	24.12	1470	01
24	0.	24.61	99	01

TOTAL 100. 24640332

$T^{\circ}$  colonne : 60 $^{\circ}$ C / 140 $^{\circ}$ C  
 $T^{\circ}$  injection : 200 $^{\circ}$ C  
 $T^{\circ}$  detection : 300 $^{\circ}$ C  
Atténuation : 64  
Volume injecté : 0,04  $\mu$ l  
vitesse du papier : 0,5 mm/min

1000PT EVAL:  
 PT= 18.  
 AT= 64  
 1000  
 CHANNEL A INJECT 29/04/89 11:01:49



29/04/89 11:01:49 LRF "H" PS= 1.

FILE 1. METHOD A. RUN 2 INDEX 2

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RC
1	5.196	1.74	335534	02
2	0.04	2.34	2595	02
3	2.5	2.47	161419	02
4	0.389	2.69	25129	02
5	91.705	2.91	5922140	08
6	0.02	3.92	1318	06
7	0.007	4.21	421	07
8	0.004	5.33	255	01
9	0.001	7.85	91	01
10	0.004	8.41	257	02
11	0.017	8.54	1088	03
12	0.041	9.33	2665	01
13	0.002	10.74	127	01
14	0.004	11.19	248	01
15	0.007	11.57	446	01
16	0.003	13.09	218	01
17	0.005	14.19	318	01
18	0.001	14.46	94	01
19	0.009	15.14	586	01
20	0.001	15.43	90	01
21	0.004	16.87	232	01
22	0.003	18.87	162	01
23	0.002	20.18	142	01
24	0.02	25.35	1294	02
25	0.013	28.39	813	02
26	0.002	28.9	132	03

*T° Colonne : 60°C / 180°C / 48/min*  
*T° injection : 200°C*  
*T° detection : 300°C*  
*ATI = 64*  
*Volume injecté : 0,05 µl*  
*Vitesse du papier : 0,5 mm/min*

TOTAL 100. 6457814

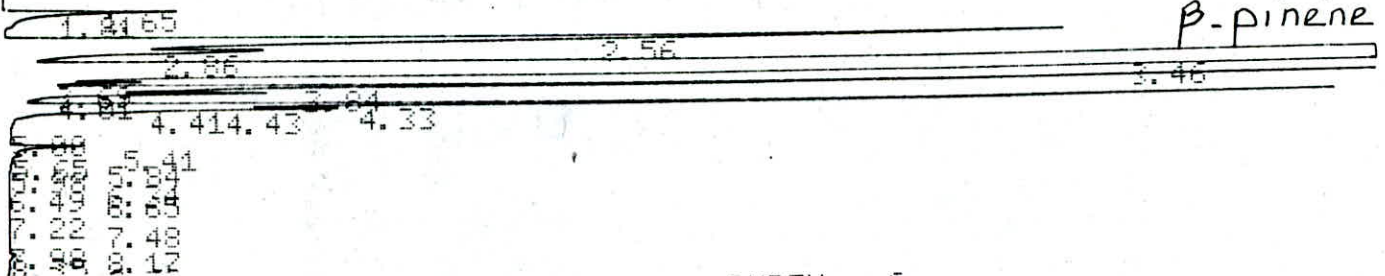


CHANNEL A

INJECT

03:34:26

*β-pinène*



FILE 1. METHOD 0. RUN 6 INDEX 6

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.001	1.65	92	02
2	0.572	1.81	103197	03
3	4.039	2.56	728869	02
4	1.226	2.86	221198	02
5	86.096	3.46	15536046	02
6	0.252	3.69	45423	02
7	2.441	3.84	440512	02
8	0.695	4.01	125342	02

Etalons :

T° colonne : 60°C / 4°C/min / 180°C

T° injection : 200°C

T° detection : 300°C

Attenuation : 64.

Volume injecté : 0,05 µl

vitesse du papier : 0,5 mm/mn

CHANNEL H INJECT 29/04/89 15:04:36

1.87 1.70  
3.08 2.77

$\Delta_3$  Carène

4.724 4.24  
5.48

4.15

FILE 1. METHOD A. RUN 6 INDEX 6

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.001	1.7	242 02
2	0.054	1.87	14322 03
3	0.015	2.77	4016 02
4	0.	3.08	127 03
5	97.513	4.15	25790045 02
6	1.165	4.24	308242 02
7	0.000	4.75	7007 02

CHANNEL A INJECT 03/05/89 12:40:21

1.67

$\alpha$  phellandrene

2.68 2.87  
3.56 3.87

4.23

4.49  
5.01 5.43

FILE 1. METHOD A. RUN 5 INDEX 5

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	1.464	1.67	290703 01
2	0.029	2.68	5713 02
3	0.005	2.87	986 02
4	0.005	2.95	1057 02
5	0.003	3.22	606 02
6	0.002	3.56	477 02
7	97.017	4.23	19260246 02
8	0.455	4.49	90748 08
9	0.001	5.01	139 05
10	0.905	5.43	179748 01
11	0.001	11.71	119 01
12	0.009	12.27	1735 01
13	0.011	13.11	2115 01

Etalons :

$T^\circ$  colonne : 60°C  $\xrightarrow{4^\circ/\text{min}}$  180°C  
 $T^\circ$  injection : 200°C  
 $T^\circ$  detection : 300°C  
 Atténuation : 64  
 Vitesse du papier : 0,5 mm/mn  
 Volume injecté : 0,05  $\mu$ l.

PT EVAL:

PT= 16.

1001 999 1001 1001 1000

CHANNEL A INJECT 23/05/89 14:40:39

1.99 1.74  
 2.77 2.23  
 3.35 3.07  
 3.75 3.46  
 4.09 3.75

5.01 5.24

44.589

4.36

$\alpha$ -terpinène

6.32

5.78

7.69 7.11

8.85 8.41

9.56 9.17

10.17 10.00

10.46 10.34

11.43 11.09

23/05/89 14:40:39

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 9 INDFX 9

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RD
1	0.02	1.74	577	A2
2	0.221	1.99	6246	A2
3	0.168	2.23	4755	A2
4	0.485	2.77	13696	A2
5	0.229	3.07	6480	A2
6	0.05	3.35	1423	A2
7	0.202	3.46	5703	A2
8	0.054	3.75	1528	A2
9	0.325	3.93	9185	A2
10	1.096	4.09	30960	A2
11	53.624	4.36	1515477	A2
12	8.883	4.58	251050	A2
13	9.491	4.69	268231	A8
14	0.013	5.23	359	A6
15	0.007	5.24	210	A6
16	0.112	5.31	3164	A7
17	23.353	5.78	659970	A8
18	0.005	6.32	137	A5
19	0.012	7.11	335	A1
20	0.015	7.69	425	A1
21	0.056	8.41	1586	A2
22	0.055	8.85	1549	A2
23	0.087	9.17	2465	A2
24	0.027	9.5	770	A3
25	0.089	10.	2507	A2
26	0.012	10.17	339	A2
27	0.846	10.34	23903	A2
28	0.42	10.46	11876	A3
29	0.035	11.09	986	A1
30	0.007	11.43	208	A1

TOTAL 100. 2826100

T° colonne : 60  $\xrightarrow{140}$  4°C/mn  
 T° injection : 200°C  
 T° detection : 300°C  
 C<sub>PI</sub> = 64  
 Volume injecté : 0,05 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm/mn

PT EVAL:

PT= 312.

PT= 20.

1003 1005 1009 994 998 1000 1001 996 998 999 999 1000

CHANNEL A INJECT R4:05:21

1.72 1.91  
2.65  
3.31  
3.86

Limonène

5.31 5.63  
6.17

4.97

1	0.006	1.72	1594	R2
2	0.747	1.91	207821	R3
3	0.051	2.65	14200	R2
4	0.007	2.95	1955	R3
5	0.267	3.31	74205	R2
6	0.002	3.86	498	R3
7	98.484	4.97	27395270	R8
8	0.004	5.31	1072	R5
9	0.167	5.63	46441	R5
10	0.007	6.17	1967	R5
11	0.003	7.36	716	R1
12	0.	8.12	122	R1
13	0.002	8.43	433	R1
14	0.003	9.16	697	R2
15	0.032	9.32	8839	R2
16	0.012	9.63	3393	R3
17	0.001	11.47	375	R1

CHANNEL A INJECT 13/05/89 17:06:26

1.95 1.75  
2.73  
3.58 3.67  
4.21 4.41

Cineol

5.77  
6.73

5.11

13/05/89 17:06:26 CH="A" PS= 1.

FILE 1. METHOD A. RIIN 15 INTIFX 15

PEAK#	AREA%	RT	AREA	AD
1	0.002	1.75	294	R1
2	0.105	1.95	18992	R1
3	0.001	2.73	184	R1
4	0.01	3.58	1840	R2
5	0.026	3.67	4717	R2
6	0.005	4.21	969	R2
7	0.001	4.41	151	R2
8	99.576	5.11	18068840	R2
9	0.25	5.77	45319	R2
10	0.025	6.73	4477	R3

TOTAL 100. 18145783

180°C  
 T° Colonne : 60°C / 4°C/min  
 T° Injection : 200°C  
 T° Detection : 300°C  
 Atténuation : 64  
 Volume injecté : 0,05 µl  
 vitesse du papier : 0,5 ml/min



10.39  
I Somenthone

10.66

11.62  
12.91  
14.57  
15.17  
16.62  
17.54  
18.73  
19.90

005 5 06:54:21 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 7 INDEX 7

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.011	1.69	1317	02
2	2.631	1.87	309935	03
3	0.001	2.71	171	01
4	0.001	3.34	164	02
5	0.004	3.53	422	02
6	0.002	3.61	196	03
7	0.008	4.31	990	02
8	0.007	4.42	848	02
9	0.005	4.51	566	02
10	0.016	4.59	1854	02
11	0.001	4.85	77	03
12	0.002	5.44	263	01
13	0.004	6.15	525	02
14	0.025	6.58	2901	03
15	0.002	7.27	216	01
16	95.581	10.39	11260148	08
17	1.275	10.66	150237	05
18	0.006	11.62	730	05
19	0.011	11.99	1344	06
20	0.002	12.1	200	07
21	0.	12.31	21	05
22	0.004	12.41	526	05
23	0.005	12.58	554	05
24	0.069	12.91	8088	05
25	0.229	14.57	26928	01
26	0.003	15.17	324	01
27	0.001	15.5	135	01
28	0.001	15.81	123	02
29	0.002	15.93	193	02
30	0.002	16.03	201	02
31	0.005	16.13	619	03
32	0.05	16.62	5934	02
33	0.005	16.97	580	03
34	0.027	17.54	3155	01
35	0.001	18.73	88	01
36	0.001	19.04	107	01
37	0.001	19.9	93	01

TOTAL 100. 11780773

180°C  
T° Colonne : 60°C / 180°C  
T° Injection : 200°C  
T° Detection : 300°C  
Atténuation : 64  
Volume injecté : 0,05 µl  
Vitesse du papier : 0,5 mm/min

~~8.07 8.78~~  
~~9.54 9.88~~  
~~9.83~~  
 11.10  
~~11.59~~

Linolol

12.81 13.13 12.61

13.33 13.77

14.23 14.41

22	0.041	6.61	6563	A2
23	0.003	7.13	540	A2
24	0.003	7.51	424	A2
25	0.024	7.89	3900	A2
26	0.074	8.09	12011	A2
27	0.099	8.38	16000	A2
28	4.241	9.08	685493	A2
29	0.038	9.54	6192	A2
30	4.326	9.83	699198	A8
31	0.003	11.1	496	A6
32	85.298	12.61	13786132	A8
33	0.033	12.81	5307	A5
34	0.407	13.13	65799	A5

8.38  
 9.21 9.47  
~~10.51~~  
~~10.89 10.53~~

Acétate de Linolyle

12.03 11.79 12.88

13.61 14.27

14.74 15.33

15.70 15.53

16.93 15.58

17.52 17.35

18.24 18.33

19.29 19.12

19.93 19.69

A2:A2:A2 CH="A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RIIN	2	TINDEX	3
7		0.273	4.23	43913	A2		
8		0.364	4.3	58630	A2		
9		0.357	4.93	57445	A2		
10		1.303	5.2	209793	A2		
11		0.44	5.39	70923	A2		
12		0.069	5.79	11089	A2		
13		0.03	5.84	4778	A2		
14		0.05	5.93	8117	A2		
15		0.	6.3	37	A2		
16		0.009	7.19	1517	A1		
17		0.035	8.38	5694	A2		
18		0.024	9.21	3891	A2		
19		0.024	9.47	3833	A2		
20		0.106	10.01	17136	A2		
21		0.524	10.53	84391	A2		
22		0.086	10.89	13866	A2		
23		2.246	11.79	361782	A2		
24		0.139	12.03	22404	A2		
25		85.527	13.08	13774763	A2		
26		0.838	13.61	134930	A2		
27		0.375	14.27	60388	A2		

T° Colonne : 60° / 180°  
 4°/min  
 T° injection : 200°C  
 T° detection : 300°C  
 Attenuation : 64  
 Volume injecté : 0,05  
 Vitesse du papier : 0,5mn/mn

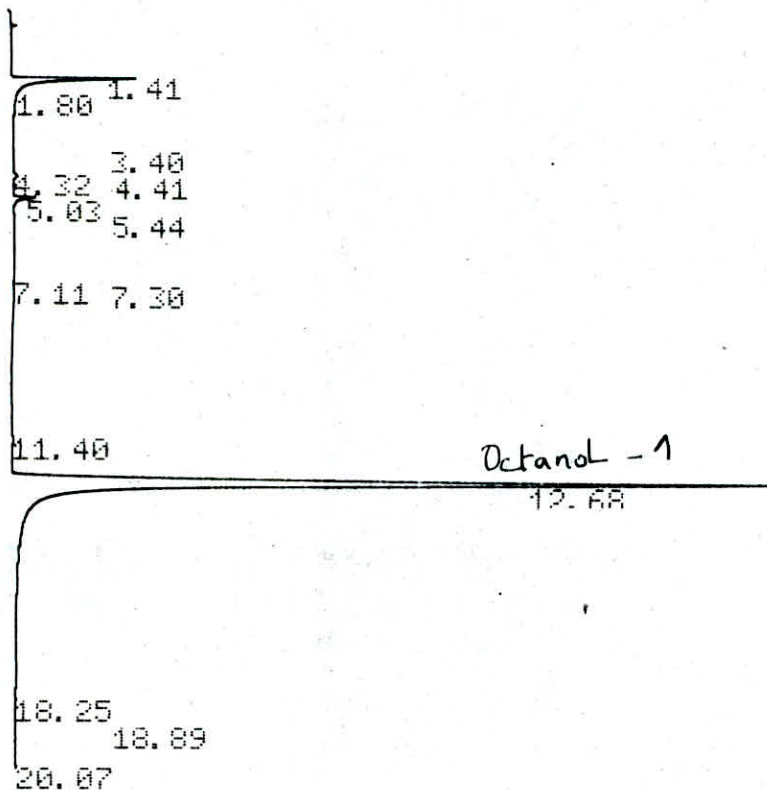
RT EVAL:

PT= 17.

1001 1001 1000 1000

CHANNEL A INJECT

05:35:56



05:35:56

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.034	1.41	285	02
2	10.029	1.8	83596	02
3	0.038	3.4	317	02
4	0.125	4.32	1045	02
5	0.443	4.41	3692	02
6	1.284	5.03	10706	01
7	0.065	5.44	542	01
8	0.01	7.11	82	02
9	0.018	7.3	152	02
10	0.065	11.4	529	01
11	87.838	12.68	732162	01
12	0.01	18.25	82	01
13	0.024	18.89	202	01
14	0.016	20.07	125	01

TOTAL 100.

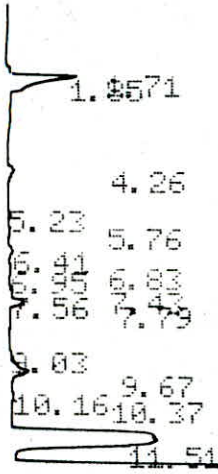
833541

( Octanol - 1  
 T° colonne : 60°C / 140°C  
 4°C/min  
 T° injection : 200°C  
 T° detection : 300°C  
 AT = 64  
 Volume injecté : 0,05 µl  
 vitesse du papier : 0,5 mm/min

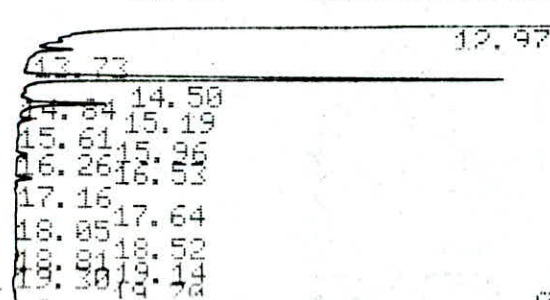


READY  
 DATE " 3/05/89  
 TIME " 9:30  
 AT= 64  
 CS= 0.5  
 PT EVAL:  
 PT= 19.

1007 1004 1001 997 998 999 1000 1000  
 CHANNEL A INJECT 03/05/89 10:30:24



Acétate de menthyl



03/05/89 10:30:24 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD A. RUN 1 INDEX 1

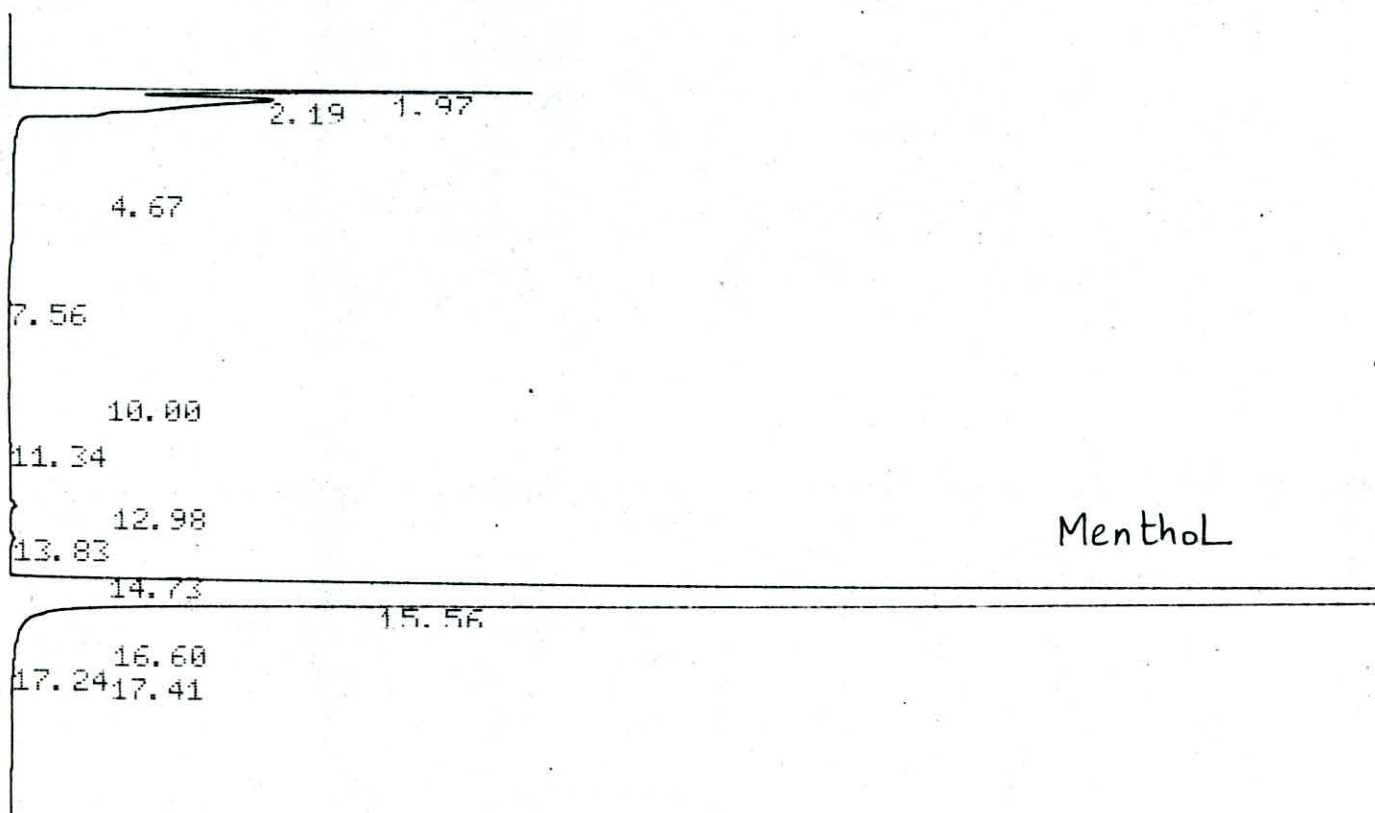
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.015	1.71	1857	02
2	0.663	1.85	79475	03
3	0.053	4.26	6366	01
4	0.008	5.23	966	02
5	0.014	5.76	1707	02
6	0.031	6.41	3757	02
7	0.011	6.83	1362	02
8	0.004	6.95	535	03
9	0.01	7.43	1233	02
10	0.021	7.56	2492	02
11	0.117	7.79	14049	03
12	0.005	9.03	629	02
13	0.223	9.67	26744	02
14	0.029	10.16	3447	02
15	0.006	10.37	752	03
16	2.965	11.51	355200	02
17	90.652	12.97	10864005	02
18	0.659	13.73	78951	02
19	2.228	14.5	266970	02
20	0.098	14.84	11688	02
21	0.597	15.19	70734	02

180°C  
 T° Colonne : 60°C / 4°C/min  
 T° injection : 200°C  
 T° detection : 300°C  
 Attenuation : 64  
 Volume injecté : 0,05  
 Vitesse du papier : 0,05 mn/mn

PT EVAL:

PT= 20.

999 999 1001 1000 1000  
CHANNEL A INJECT 13/05/89 14:49:11



13/05/89 14:49:11

CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	A.	RUN	A	INDEX	A
PEAK#		AREA%		RT		AREA	RC
1		2.591		1.97		207268	A2
2		7.279		2.19		582177	A2
3		0.007		4.67		567	A1
4		0.004		7.56		300	A1
5		0.007		10.		689	A1
6		0.013		11.34		1079	A1
7		0.063		12.98		5066	A1
8		0.069		13.83		5528	A1
9		0.004		14.73		330	A2
10		89.649		15.56		7170452	A2
11		0.178		16.6		14275	A2
12		0.039		17.24		3127	A2
13		0.095		17.41		7597	A2
TOTAL		100.				7998355	

T° Colonne : 60° / 4°C/min <sup>180°C</sup>

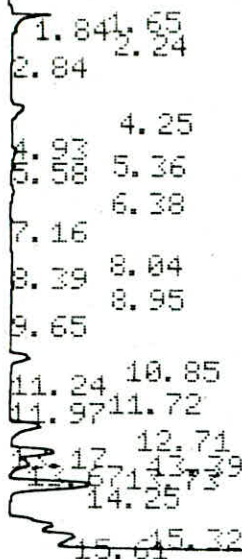
T° injection : 200°C

T° detection : 300°C

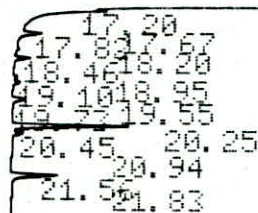
Attenuation : 64

Volume injecté : 0,05

Vitesse du papier : 0,05 mm/min



*α*-terpineol



17.01

29/04/89 11:50:18 CH="A" PS= 1.

FILE 1. METHOD A. RUN 2 INTFX 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA	AC
1	0.005	1.65	1292	02
2	0.109	1.84	27588	08
3	0.004	2.24	1085	05
4	0.002	2.84	399	01
5	0.076	4.25	19082	02
6	0.008	4.93	1990	02
7	0.022	5.36	5549	02
8	0.006	5.58	1597	03
9	0.011	6.38	2862	01
10	0.	7.16	97	01
11	0.002	8.04	428	01
12	0.003	8.39	701	02
13	0.009	8.95	2202	03
14	0.006	9.65	1394	01
15	0.092	10.85	23332	02
16	0.005	11.24	1239	02
17	0.003	11.72	704	02
18	0.01	11.97	2501	02
19	0.169	12.71	42641	02
20	0.005	13.17	1198	02
21	0.201	13.39	50747	02
22	0.051	13.67	12968	02
23	0.062	13.73	15673	02
24	0.431	14.25	108952	03
25	0.25	15.32	63072	02
26	0.468	15.61	118127	02
27	96.398	17.01	24343730	02

T° Colonne : 60° / 180°  
4°C/min

T° injection : 200°C

T° detection : 300°C

Attenuation : 64

Volume injecté : 0,05

Vitesse du papier : 0,05 mm/min

1.67  
1.83  
2.07  
2.17  
2.36  
2.54  
2.67  
3.02  
4.25  
4.34  
5.34  
11.95  
12.24  
14.74  
17.69  
18.77  
18.88  
19.54  
19.54  
20.36  
20.63  
21.09  
23.76  
24.14  
26.67  
27.81

4.34 4.25  
5.34

11.95 12.24

14.74

Carbone

17.69

18.77 18.88  
19.54  
19.54  
20.36  
20.63  
21.09

23.76 24.14

26.67 27.81

02/05/89 11:13:08 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 2 INDEX 2

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.117	1.67	16687	02
2	0.074	1.83	10488	02
3	0.006	2.07	821	02
4	0.02	2.17	2803	02
5	0.007	2.36	998	02
6	0.002	2.54	288	02
7	0.02	2.67	2879	02
8	0.	3.02	51	02
9	0.024	4.25	2468	02
10	0.063	4.34	8891	02
11	0.001	5.34	99	01
12	0.007	11.95	1058	02
13	0.048	12.24	6842	02
14	0.001	14.74	147	01
15	99.547	17.69	14152191	02
16	0.002	18.77	299	05

T° Colonne : 60° / 180°C  
4°C/min  
T° injection : 200°C  
T° detection : 300°C  
Attenuation : 64  
Volume injecté : 0,05  
Vitesse du papier : 0,05 mm/min

15.54 16.77  
 16.69 16.54  
 17.41 17.18  
 17.78 17.59  
 18.72 18.33  
 19.54 19.44  
 19.73 19.73  
 20.63

Nérol

RG: 34:59 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 12 INDEX 12

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RD
34	0.088	16.54	931	06
35	0.048	16.69	507	07
36	2.65	17.18	28014	08
37	0.017	17.41	184	05
38	0.179	17.59	1891	06
39	0.243	17.78	2564	07
40	0.334	18.33	3533	02
41	0.037	18.72	393	02
42	0.224	18.84	2369	02
43	71.921	19.33	760393	02
44	2.63	19.44	27804	02
45	1.27	19.54	13427	02
46	2.239	19.73	23677	08
47	0.	20.06	4	05
48	2.653	20.63	28054	01

TOTAL 100. 1057257

17.59  
 18.37 18.37  
 19.03 19.03  
 19.59 19.59  
 20.16 20.16

Géranol

21.48

24.53 24.53

23/05/89 18:03:38 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 15 INDEX 15

PEAK#	AREA%	RT	AREA	RD
44	1.331	17.59	165726	02
45	0.046	18.37	5682	02
46	0.018	18.73	2292	02
47	0.006	19.03	706	02
48	0.004	19.24	496	02
49	0.692	19.59	86209	02
50	0.058	19.88	7200	02
51	0.092	20.1	11459	02
52	96.092	21.48	11966177	08
53	0.005	24.37	589	06
54	0.003	24.52	421	06
55	0.004	24.58	458	07
56	0.004	24.87	528	05

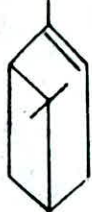

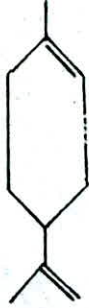
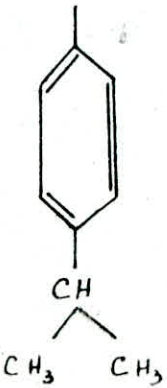
TOTAL 100.

12452865

T° Colonne : 60% 180°C / 4°C/min  
 T° injection : 200°C  
 T° detection : 300°C  
 Attenuation : 64  
 Volume injecté : 0,05  
 Vitesse du papier : 0,05 mm/min

ANNEXE

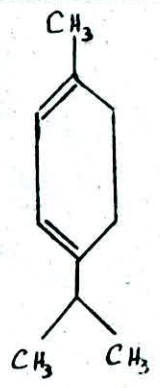
# Les hydrocarbures terpéniques.

<u>NOM</u>	<u>Structure.</u>
$\alpha$ - pinène	
$\beta$ - pinène.	
Limonène	
p. cymène.	

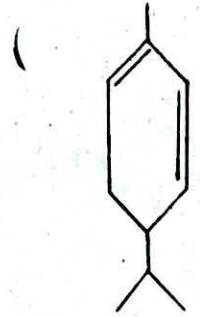
NOM

$\alpha$ -terpinene

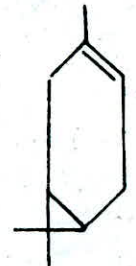
Structure



phellandrene



$\Delta_3$  Carene



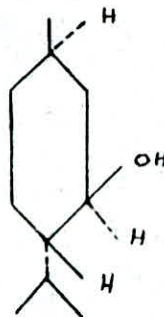


Les terpènes oxygénés.

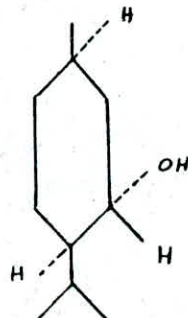
NOM

Structure

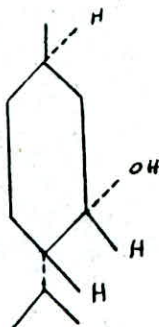
Menthol.



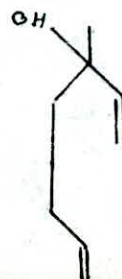
Isomenthol.



Neomenthol



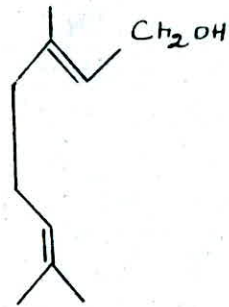
Linalol.



NOM

Structure

Geraniol

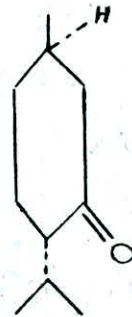


$\alpha$ -terpinol



Les cétones

Menthone



Isomenthone

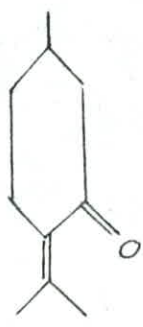
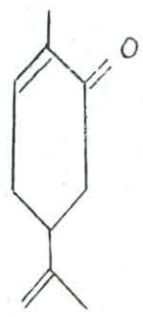


NOM

Carvone

putégone

Structure



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

-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

- (1) J.P.DURWELL                      Fabrication des essences et des parfums  
Ed.Librairie centrale des Sciences, 1930
- (2) E.GILDERMEISTER,  
FR.HOFFMAN                      Les Huilès essentielles, tome I  
Ed.SCHIMMEL et Cie, 1919
- (3) P.CARREE,  
   Précis de Technologie et de chimie industrielle  
Tome III : Les Industries des produits organiques  
Ed.Librairie J.B.Baillière et Fils,1953
- (4) HAMMOND,RICHARD,CRAM        Elements de la chimie organique  
Ed.Mc GRAW HILL,1984
- (5) ALLINGER,CAVA JOHNSON        Chimie organique, tome III  
Ed.Mc GRAW HILL,1983
- (6) E.CHARABOT,  
   Industrie des parfums naturels :  
Les principes odorants des végétaux  
Ed.Octave DOIN et Fils 1912
- (7) Y.MASADA,  
   Analysis of essentiels oils by gaz chromatography  
and mass spectrometry  
Ed.John Wiley,1976
- (8) ANTONIN ROILET                    Les plantes à parfums  
Ed.J.B.Baillière et Fils 1930 Paris
- (9) H.TATU,  
   L'industrie moderne des parums  
Ed.J.B.Baillière et Fils, 1932
- (10) E.GUENTHER                      The essentials oils, volume III  
Ed.Robert E.Krieger, 1975
- (11) R.R.Paris,H.MOYSE              Matières médicales, tome III  
Ed.Masson et Cie 1971
- (12) NORME AFNOR                    Huiles essentielles, nomenclature botanique  
des huiles essentielles.  
NF T75 -005, Juillet 1968
- (13) L.BEZANGER M.TORCK            Plantes médicinales des régions tempérées  
Ed.Maloine S.A. 1980
- (14)FOURMENT                        Plantes medecinales et aromatiques d'Algérie  
Ed.Gouvernement général de l'Algérie

- (15) PAUL ROBERTS, Les agrumes dans le monde  
1977
- (16) H. REBOUR, Les agrumes : manuel de culture des citrus pour  
le bassin méditerranéen  
Ed. J.B. Baillière et Fils 1966
- (17) E. GILDERMEISTER Les huiles essentielles, Tome I  
FR. HOFFMAN Ed. Schimmel et Cie, 1912
- (18) O. BENHABILES Arômes alimentaires. Contribution à l'étude  
analytique des huiles essentielles des principaux  
citrus;  
E N P, Dept de Genie Chimique  
Projet de fin d'études, 1988
- (19) *BY. MEKLATI Riv. ITAL. E.P.P.O.S 61(6) .268. 1979*  
*A.Y. BADJAH*
- (20) G. VERNIN, Arômes alimentaires : Développements récents  
Association pour la promotion industrie agricul-  
ture, juin 1982
- (21) G. DJEGHERI Contribution à l'étude des huiles essentielles  
du géranium et de cyprès d'Algérie.  
INA, Dept de Technologie  
Projet de fin d'études, 1979
- (22) J. TRANCHANT, Manuel pratique de chromatographie en phase  
gazeuse  
Ed. Masson, 1982
- (23) BEDOUKIAN'S Review, Perfumer and Flavorist, Vol 11  
Ed. Allured Publication corp  
April/may 1986
- (24) Futur of Essential Perfumer and Flavorist, Vol 11  
oils, Ed. Allured Publication corp  
October/November 1986
- (25) JAN STAFBERG Consumption Ratio for flavor Materials  
perfum. Flavorist, 11(1) 5, February/march 1985
- (26) NORME AFNOR Huiles essentielles Determination de la densité  
relative à 20°C  
NF T 75-111, Juin 1982
- (27) NORME AFNOR Huiles essentielles Determination de l'indice de  
refraction  
NF T 75-112, Août 1977

- (28) NORME AFNOR Huiles essentielles Détermination de pouvoir rotatoire.  
NF 75-113, Juin 1982
- (29) NORME AFNOR Huiles essentielles. Evaluation de la miscibilité à l'éthanol  
NF T 75-101, Juin 1982
- (30) NORME AFNOR Huiles essentielles. Détermination de l'indice d'acide  
NF T 75-103 Juin 1982
- (31) NORME AFNOR Huiles essentielles. Détermination de l'indice d'ester.  
NF T 75-104, Juin 1982
- (32) NORME AFNOR Huiles essentielles. Détermination de l'indice de carbonyle (méthode à l'hydroxylamine libre)  
NF T 75-125, février 1981
- (33) NORME AFNOR Huiles essentielles. Evaluation quantitative du résidu d'évaporation  
NF T 75-117, Avril 1976
- (34) NORME AFNOR Huiles essentielles. Huile essentielle de menthe poivrée. France, Italie, Royaume UNI et Etats Unis.  
NF. T 75 210, Mars 1982
- (35) NORME AFNOR Huiles essentielles. Huile essentielle de Mentha arvensis partiellement démentholée  
NF T 75 - 306, Décembre 1985
- (36) NORME AFNOR Huiles essentielles. Huile essentielle de menthe pouliot.  
NF T 75-233, Décembre 1980
- (37) NORME AFNOR Huiles essentielles. Huile essentielle de menthe crépue  
NF T 75-245, Juin 1975
- (38) NORME AFNOR Huiles essentielles. Huile essentielle de mandarine italienne.  
NF T 75 - 228, Juin 1977
- (39) B.M. LAWRENCE  
R.J. REYNOLD Progress in Essentials oils, perfumer and flavorists, vol 11  
Ed. an Allured Publication corp,  
February/march 1986
- (40) BHAGAT, D.N. Upadhyay and K.K. Singh, oil of bergmot mint (Mentha Citrata ~~Elrh~~).  
Indian perfumer, Vol XVIII Part II

(41) A. BAALIOUAMER

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 1984.

(42) M. DEBATISSE

Techniques d'analyse et de contrôle dans les  
industries Agro-alimentaires.

Vol A : Analyse des constituants alimentaires  
Ed. Apria 1981, Paris.

