

9/95

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات BIBLIOTHEQUE — المكتبة Ecole Nationale Polytechnique
--

SUJET

<p>DETERPENATION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DOUCE DE BOUFARIK PAR:</p>
--

- | |
|--|
| <ul style="list-style-type: none"> - DISTILLATION FRACTIONNEE. - EVAPORATEUR A FILM TOMBANT AGITE. |
|--|

Proposé par:

Etudié par:

Dirigé par:

M^{me}: S. BOUCHTAOUI

M^{elle}: N. BOULEKBACHE

M^{me}: S. BOUCHTAOUI

Promotion: Juillet 1995

ENP 10, Avenue Hacén Badi EL-HARRACH - ALGER

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

SUJET

**DETERPENATION DE L'HUILE ESSENTIELLE
D'ORANGE DOUCE DE BOUFARIK PAR:**

- **DISTILLATION FRACTIONNEE.**
- **EVAPORATEUR A FILM TOMBANT AGITE.**

Proposé par:

M^{me}: S. BOUCHTAOUI

Etudié par:

M^{me}: N. BOULEKBACHE

Dirigé par:

M^{me}: S. BOUCHTAOUI

Promotion: Juillet 1995

ENP 10, Avenue Hacen Badi EL-HARRACH - ALGER

Dédicaces

A la mémoire de mes Grands Parents

A mon Père et à ma Mère

A mes Frères, Salem et Farid

A mon Oncle Mustapha, son épouse Djohra et sa fille Wassila

A tous mes Amis (es)

- Je dédie ce modeste travail.

REMERCIEMENTS

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

LE PRESENT TRAVAIL A ETE REALISE AU DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE DE L'ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE , SOUS LA DIRECTION DE **Mme S. BOUCHTAOUI** , CHARGEE DE COURS A L'ENP , QU'ELLE TROUVE ICI L'EXPRESSION DE MA PROFONDE GRATITUDE POUR SON AIDE ET SES CONSEILS PRECIEUX .

QU'IL ME SOIT PERMIS DE REMERCIER TRES CHALEUREUSEMENT **Mme CHERCHARI** , CHARGEE DE COURS A L'ENP POUR SON AIDE PRECIEUSE ET SES CONSEILS TOUT AU LONG DE MA FORMATION .

J'EXPRIME MES REMERCIEMENTS ET MA RECONNAISSANCE A **Mr T. AHMED ZAID** , CHARGE DE COURS A L'ENP D'AVOIR BIEN ACCEPTE DE PRESIDER LE JURY ET DE M'AVOIR AIDER DURANT MON TRAVAIL .

J'EXPRIME MES REMERCIEMENTS ET MA RECONNAISSANCE A **Melle CHEMINI** , CHARGEE DE COURS A L'ENP POUR AVOIR ACCEPTE DE FAIRE PARTIE DU JURY ET DE CRITIQUER CE MODESTE TRAVAIL .

MES REMERCIEMENTS VONT EGALEMENT A **Mr AIOUACHE** , MAITRE ASSISTANT A L'ENP POUR AVOIR ACCEPTE DE FAIRE PARTIE DU JURY ET POUR SES CONSEILS DURANT MON TRAVAIL .

QUE **Melle N. SKANDER** , **Mr F. GAOUER** , **Mr A. RAHIM** , **Mr A. CHAHBOUB** , **Mr H. SELMI** , TROUVENT ICI L'EXPRESSION DE MA PROFONDE GRATITUDE POUR LEUR AIDE ET LEUR SOUTIENT MORAL .

JE REMERCIE TOUS CEUX QUI ONT CONTRIBUE DE LOIN OU DE PRES A LA REALISATION DE CE TRAVAIL .

الزيت الأساسي للبرتقال يتكون أساسيا من المركبات
التربانية وبكمية أقل من المركبات الألكسوجونية.
هذا الأخير هو المسؤول للحط.
المركبات الترابية هي غير مستقرة، حيث تتأكسد
بوجود الهواء والحرارة. إزادتهم واجب لحفاظ على نطر
الزيت، لذلك إستعملنا التقطير المعزوم تحت الفراغ
ومبيد ذرغشاء نازل متحرك.

Résumé

L'huile essentielle d'orange douce est constituée en grande partie
par des composés terpéniques et en faible quantité par des composés
oxygénés. Ces derniers sont responsables de l'odeur.

Les terpènes sont des composés instables, ils s'oxydent en présence de l'air
et de la chaleur.

La stabilisation de l'huile essentielle s'avère nécessaire afin de conserver
la qualité de l'huile. Celle-ci a été faite par distillation fractionnée
sous-vide et par un évaporateur à film tombant agité.

Object.

The essential of Sweet orange oil is high in terpenes and less in
oxygenated compounds. These last are responsible of odor.

The terpenes are unstable, they oxidize under the influence of air
and heat.

The terpenes of essential oil is necessary in order to conserve a
quality of oil. It has been with a fractional distillation in
vacuum and with evaporator of fall agitated film.

SOMMAIRE

INTRODUCTION

PARTIE THEORIQUE

1-GENERALITES

1-1-HISTORIQUE

1-2-DEFINITION

1-3-PROCEDE D'EXTRACTION

1-3-1-ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU

1-3-2-HYDRODISTILLATION

1-3-3-EXPRESSION A FROID

1-3-4-EXTRACTION PAR SOLVANTS ORGANIQUES VOLATILS

1-3-5-EXTRACTION PAR SOLVANT FIXE

1-3-5-1-MACERATION

1-3-5-2-ENFLEURAGE

1-3-6-EXTRACTION PAR LE DIOXYDE DE CARBONE LIQUIDE OU SUPER CRITIQUE

1-4-COMPOSITION CHIMIQUE

1-4-1-HYDROCARBURES

1-4-1-1-COMPOSES AROMATIQUES

1-4-1-2-COMPOSES TERPENIQUES

1-4-2-COMPOSES OXYGENES

1-5-PROPRIETES PHYSIQUES ET ORGANOLEPTIQUES DES HUILES ESSENTIELLES

2-LES AGRUMES

2-1-LES ESSENCES D'AGRUMES

2-2-PROCEDES D'EXTRACTION

2-2-1-FLEURS

2-2-2-FEUILLES

2-2-3-FRUIITS

2-2-3-1-PROCEDE DIT A L'EPONGE

2-2-3-2-PROCEDE DIT A L'ECUELLE

2-2-3-3-TECHNIQUES MODERNES D'EXTRACTION

2-3-PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES ET ORGANOLEPTIQUES DES ESSENCES D'

2-4-COMPOSITION CHIMIQUE

3-DETERPENATION

3-1-INTRODUCTION

3-2-DEFINITION D'UNE HUILE ESSENTIELLE CONCENTREE

3-3-DEFINITION D'UNE HUILE ESSENTIELLE DETERPENEES ET DESEESQUITERPENEES

3-4-METHODES DE DETERPENATION

3-4-1-POINT D'EBULLITION

3-4-2-SOLUBILITE DANS L'ALCOOL

3-4-3-EXTRACTION A L'ALCOOL ETHYLIQUE DILUE 60 A 70%

3-4-4-EXTRACTION PAR DEUX SOLVANTS COMBINES

4-DISTILLATION.

4-1-DISTILLATION FRACTIONNEE SOUS PRESSION REDUITE

4-1-1-CARACTERISTIQUES D'UN APPAREIL A DISTILLER
-NATURE DE LA COLONNE

4-1-2-REPERAGE DE LA NATURE DU DISTILLAT-CHANGEMENT DE
FRACTION

4-1-2-1-

4-1-2-2-OBSERVATION DE LA TEMPERATURE EN TETE DE
COLONNE

4-2-TECHNIQUE DE LA COUCHE MINCE

4-2-1-GEOMETRIE DES FILMS

4-2-2-MECANIQUE DES ECOULEMENTS DES FILMS

4-2-3-APPLICATIONS AUX PROCEDES INDUSTRIELS

PARTIE EXPERIMENTALE

1-INTRODUCTION

2-ANALYSE DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DOUCE DE BOUFARIK

2-1-PROPRIETES ORGANOLEPTIQUES ET PHYSICO-CHIMIQUES DE
L'HUILE ESSENTIELLE

2-2-ANALYSE QUALITATIVE ET QUANTITATIVE DE L'HUILE
ESSENTIELLE

2-3-RESULTATS OBTENUS

3-DETERPENATION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DOUCE DE
BOUFARIK PAR DISTILLATION FRACTIONNEE

3-1-DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE

3-2-RESULTATS EXPERIMENTAUX

3-2-1-EXPERIENCE 1

3-2-2-EXPERIENCE 2

4-DETERPENATION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DOUCE DE
BOUFARIK DANS UN EVAPORATEUR A FILM TOMBANT AGITE

4-1-DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE

4-2-CHOIX DES CONDITIONS OPERATOIRES

4-3-RESULTATS EXPERIMENTAUX

CONCLUSION

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Si l'industrie des jus représente un créneau majeur dans la culture des agrumes , certains organes tels que les feuilles , les fleurs ou l'écorce des fruits peuvent être utilisés pour l'extraction de leur huile essentielle même si ce débouché est considéré comme secondaire .

Aussi dans la plupart des pays agrumicoles , l'extraction de l'essence est une industrie annexe de celle des jus .

L'essence dite de fruit est extraite de l'écorce d'orange , de la bigarade , du citron , et de la mandarine . Parmi ces essences , économiquement les plus importantes , la plus recherchée est l'essence d'orange bien que présente en faible proportion ; Les composés oxygénés étant les seuls responsables de l'odeur caractéristique .

Ainsi , les parfumeurs et les manufactureurs d'extraits de parfums ont toujours essayé d'obtenir l'essence sous forme concentrée ou déterpénée ; C'est à dire après élimination des terpènes et des sesquiterpènes moins odoriférants et conserver ainsi la quintessence de l'huile .

Cette séparation fait appel soit à une distillation fractionnée sous vide , soit à une solubilisation sélective des constituants de l'huile ; Ces deux procédés pouvant être complémentaires .

Cependant ces mélanges étant complexes et thermosensibles , leur manipulation est délicate et peut altérer leur composition et donc la qualité de l'arome final .

Ainsi dans le souci de limiter les contacts thermiques et améliorer les conditions de distillation, cette étude propose des essais par évaporation à film agité. Cette technique présente l'avantage d'offrir un écoulement continu de la charge à travers une paroi chauffée en un film de faible épaisseur, une paroi refroidie coaxiale permettant de condenser rapidement les vapeurs. Les résultats obtenus pour la déterpénation sont comparés à ceux obtenus par distillation fractionnée en laboratoire et ceux d'un échantillon commercialisé.

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE-1-

1- GENERALITES

1-1- HISTORIQUE

Depuis l'antiquité , les parfums et les arômes furent parmi les premiers signes de reconnaissance qui marquèrent la vie des hommes Ils furent étroitement associés a la vie spirituelle de l'homme (Egypte , Inde) , ainsi qu'à l'histoire de la médecine (Grece , Empire romain , Empire arabe) . (1)

Au debut du 16° siecle , PARACELSE , medecin suisse considéré comme le père de la pharmaco-chimie étudia l'extraction de "l'âme" des végétaux sous forme de "quintessence" (ou cinquieme essence) à laquelle on donnera le nom "d'esprit" , puis "d'essence" et finalement "d'huile essentielle" . (1)

Selon LAYMAN , dans un article publié en 1987 , le chiffre d'affaire à l'échelle mondiale s'élève à 1 milliard de dollars pour les arômes artificiels , chiffre identique pour l'huile essentielle . (2)

1-2- DEFINITION

Une huile essentielle est définie comme étant une matière volatile de constitution complexe de composés organiques , dérivée par un procédé physique à partir d'une matière odorante d'une forme botanique . (1)

Le terme "huile" soulignant le caractère visqueux et hydrophobe de ces substances , le terme "essentielle" se comprenant comme la caractéristique principale de la plante à travers ses exhalaisons . (1)

Les huiles essentielles doivent être définies à la fois d'après :

- * La matière végétale d'où elles proviennent
- * Leur mode d'obtention
- * Leur composition chimique (3)

1-3- PROCÉDE D'EXTRACTION

Les huiles essentielles sont largement répandues dans le règne végétal dont certaines familles à haute teneur en matière odorante . Dans une même plante , elles peuvent être présentes à la fois dans différents organes , la composition des essences pouvant varier d'un organe à l'autre .

On obtient par exemple deux huiles essentielles différentes pour la feuille et la fleur du citronnier . (9)

La teneur en huiles essentielles des végétaux est généralement faible , de l'ordre de 1/100 à 1/10 . (1)

Il existe toutefois quelques exceptions comme la badiane de chine dont la teneur en essence est supérieure à 5% ou bien le clou de girofle qui renferme plus de 15% d'essence . (1)

L'extraction des huiles essentielles se fait par différentes méthodes . Six techniques d'extraction sont connues de nos jours :

1-3-1- ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU

Ce procédé est basé sur le fait que la plupart des composés odorants volatils contenus dans les végétaux sont susceptibles d'être entraînés par des aérosols de vapeur d'eau . (1)

L'opération consiste à placer les plantes ou organes de la plante dans un alambic traversé par un courant de vapeur d'eau ; Les constituants volatils sont entraînés , condensés puis recueillis

sous forme de distillat : L'huile est séparée, par décantation . (4)

1-3-2- HYDRODISTILLATION

Variante de la précédente , consiste à placer le matériel végétal directement dans l'eau , porté ensuite à ébullition . (1)

1-3-3- EXPRESSION A FROID

Cette technique concerne uniquement les huiles essentielles d'agrumes telles que oranges douces , citron , etc... , du fait de leur sensibilité à la chaleur .

Elles sont donc extraites du pericarpe frais des agrumes par différents modes d'expression . (4)

1-3-4- EXTRACTION PAR SOLVANTS ORGANIQUES VOLATILS

Les huiles essentielles ont la propriété d'être solubles dans la plupart des solvants organiques particulièrement l'hexane et le pentane .

L'épuisement de la matière organique s'effectue généralement à froid dans des appareils clos . Le produit obtenu , après évaporation du solvant , est appelé "concrète" . Cette dernière est traitée par de l'alcool absolu (éthanol) ; Après évaporation de celui-ci , on obtient une phase dite "absolue" qui contient la majeure partie des composés oxygénés . (1)

1-3-5- EXTRACTION PAR SOLVANT FIXE

Les solvants fixes utilisés sont principalement les matières grasses .

L'extraction peut se faire à chaud , dite macération ou à froid

dite enfleurage . (4)

1-3-5-1- MACERATION

Le procédé consiste à tremper la matière végétale dans de la graisse chaude pendant une durée de 12 à 48 heures . L'extraction du parfum dissous se fait par l'alcool absolu (éthanol) dans lequel les corps sont peu solubles . Les composés volatils extraits par la fraction éthanolique sont isolés par simple distillation de l'éthanol . (4)

1-3-5-2- ENFLEURAGE

Cette technique est réservée aux organes végétaux particulièrement fragiles que sont les fleurs . Le procédé d'extraction est analogue à celui de la macération sauf que la graisse utilisée est à la température ambiante . (4)

1-3-6- EXTRACTION PAR LE DIOXYDE DE CARBONE LIQUIDE OU SUPER-CRITIQUE

Il s'agit d'un procédé nouveau qui utilise le dioxyde de carbone sous deux états , liquide ou super-critique . Cette technique est basée sur le fait que certains gazs , notamment le dioxyde de carbone , dans des conditions de pression dites critiques ou super-critiques présentent un pouvoir de dissolution accru vis à vis de divers composés notamment certains composés des huiles essentielles .

Ce procédé a l'inconvénient d'exiger des pressions élevées donc une technologie sophistiquée . (1)

1-4- COMPOSITION CHIMIQUE

Les huiles essentielles sont constituées généralement:

1-4-1- HYDROCARBURES

On distingue les hydrocarbures aromatiques et terpéniques

1-4-1-1- COMPOSES AROMATIQUES

Ils sont caractérisés par l'existence dans leur formule d'un cycle à six atomes de carbone avec trois doubles liaisons alternées . (2)

1-4-1-2- COMPOSES TERPENIQUES

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

Les terpènes sont des multiples exacts d'isoprène (C_5H_8)

Dans cette série on distingue :

- * Les monoterpènes ($C_{10}H_{16}$)
- * Les sesquiterpènes ($C_{15}H_{24}$)
- * Les diterpènes ($C_{20}H_{32}$)
- * Les triterpènes ($C_{30}H_{48}$)
- * Les polyterpènes (C_5H_8)_n (5)

1-4-2- COMPOSES ORXYGENES

Tels que les alcools , ethers-oxydes , phenols , cétones , esters , aldehydes , acides , lactones et composés sulfurés . (1)

1-5- PROPRIETES PHYSIQUES ET ORGANOLEPTIQUES DES HUILES ESSENTIELLES

Parmi les diverses caractéristiques des huiles essentielles , certaines sont relatives à des propriétés qui font impression sur les organes des sens et plus particulièrement sur le goût et l'odorat : On les groupe sous le qualificatif d'organoleptique . (10)

* Aspect : généralement liquide à la température ambiante

* Couleur : incolore à jaune pale à quelques exceptions telle que l'huile essentielle de camomille romaine dont la couleur est bleu clair. (3)

* Densité : inférieur à 1 , exception faite des huiles essentielles de cannelle , girofle et sassafras . (1)

Cette propriété permet de donner une idée sur la composition des huiles essentielles :

. Densité inf à 0,90 et indice de réfraction faible
---- forte proportion en terpènes

. Densité sup à 0,90 et indice de réfraction élevé
---- présence de composés appartenant à la série aromatique .(3)

* Pouvoir rotatoire : cette propriété nous renseigne sur l'activité optique d'une molécule . Généralement les huiles essentielles possèdent un pouvoir rotatoire élevé ce qui nous permet de dire qu'elles sont composées principalement de composés asymétriques . (3)

* Solubilité : L'huile est composée de molécules peu polaires donc peu solubles dans l'eau , mais solubles dans les alcools à titres élevé et dans la plupart des solvants organiques.(1)

CHAPITRE-2-

2- LES AGRUMES

Le mot agrume derive du latin "agrumen" qui veut dire aigre et designe le citron , l'orange , le pamplemousse , ect...(6)

Le genre citrus appartient à la classe des hesperidées , désignées couramment sous la dénomination d'agrumes qui est elle-même une subdivision de la famille des rutacées . (7)

2-1- LES ESSENCES D'AGRUMES

Elles sont généralement constituées par les hydrocarbures terpéniques dont le principal est le limonène dont la concentration peut aller jusqu'à 95% dans l'huile , mais qui participe peu à l'arome .

Ce dernier est du en effet aux composés oxygénés tels que les alcools , aldéhydes , cétones , etc...

Les essences d'agrumes sont très utilisées en parfumerie pour la préparation des eaux de cologne , en savonnerie , en cosmétologie pour la préparation des crèmes épidermiques , ainsi qu'en médecine et en pharmacie comme sédatifs et antispasmodiques .(9)

2-2- PROCEDE D'EXTRACTION

L'extraction des huiles essentielles d'agrumes se fait sur les différents organes de la plante : fleurs , feuilles ou fruits .

2-2-1- FLEURS

L'huile essentielle peut être obtenue par distillation des fleurs, c'est le cas des fleurs d'oranger amère traitées par entraînement à la vapeur d'eau .

L'huile est connue sous le nom d'essence de Neroli qui est la plus

célèbre et la plus chère des essences d'agrumes puisqu'elle entre principalement dans la préparation de l'eau de cologne . (9)

2-2-2- FEUILLES

Les feuilles renferment 0,5 à 0,6% d'essence dite essence de petit grain . Elle est obtenue par distillation à la vapeur d'eau des feuilles et parfois des jeunes rameaux . (9)

2-2-3- FRUITS

L'extraction des huiles essentielles des fruits d'agrumes se fait soit par l'ancienne méthode ou en utilisant des techniques modernes basées sur le principe de l'expression à froid .

Parmi les anciens procédés , on distingue le procédé dit "à l'éponge" et celui dit "à l'écuelle" , leur principal inconvénient est qu'ils exigent une main d'oeuvre considérable . (8) et (9)

2-2-3-1- PROCEDE DIT A L'EPONGE

C'est le plus ancien . On coupe le fruit en trois morceaux dont on ôte la pulpe à l'aide d'un couteau spécial à lame recourbée . L'écorce est ensuite abandonnée pendant une journée , de manière à obtenir une légère dessiccation .

Elle est ensuite pressée fortement ; L'essence gicle des glandes oléifères dans un récipient contenant des éponges qui se gorgent de liquide .

Ces dernières sont ensuite exprimées sur un récipient dans lequel la décantation permet de séparer l'essence de l'eau et des mucilages qui l'accompagnent . (7) et (8)

2-2-3-2- PROCÉDE DIT A L'ECUELLE

Consiste à frotter l'écorce du fruit entier sur des pointes hérissant la surface interne d'une sorte d'entonnoir dont le conduit est muni d'un robinet . L'essence libérée par l'éclatement des glandes oléifères se rassemble au fond de l'entonnoir ; Elle est ensuite décantée. (8)

2-2-3-3- TECHNIQUES MODERNES D'EXTRACTION

Les appareils d'extraction vers lesquels sont entraînés les fruits ont pour but le rapage superficiel de l'écorce . Des rouleaux de métal inoxydable dont la surface est rugueuse sont disposés en cascades et tournent dans le même sens . Ils reçoivent les fruits qui sont entraînés par le mouvement vers la sortie de la machine . Entre temps , les rouleaux arrachent sur toute la surface de l'écorce des agrumes des rapures et font éclater les glandes à huile . Des jets d'eau énergiques entraînent rapidement l'huile éjectée qui forme une émulsion avec l'eau .

Les rapures d'écorces sont séparées de l'émulsion par une filtration continue sous pression , puis l'huile est séparée de l'eau par décantation ou par centrifugation . (8)

2-3- PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES ET ORGANOLEPTIQUES DES ESSENCES DES PRINCIPAUX AGRUMES

Les principales propriétés physico-chimiques et organoleptiques des essences d'agrumes ont été regroupées dans le tableau ci-dessous :

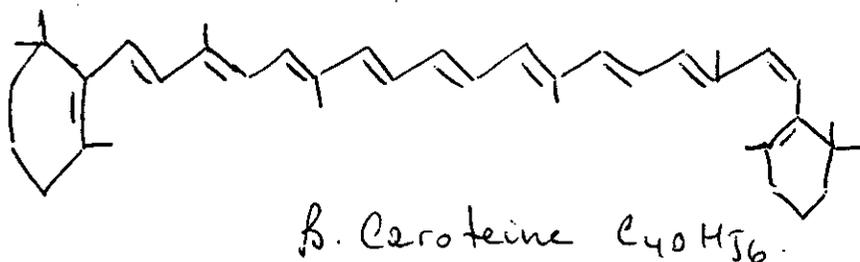
TABLEAU (1) Propriétés physico-chimiques et organoleptiques des essences d'orange douce.

PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES	SELON (11)			
	FLORIDE	CALIFORNIE	GUINEE	BRESIL
DENSITE 25 à d 25	0,842 à 0,846	0,844 0,845	0,843 0,845	0,842 0,848
POUVOIR ROTATOIRE A 25°C	+96°0' à +99°0'	+95°10' +97°0'	+93°47' +97°45'	+94°30' +97°52'
INDICE DE REFRACTION A 20°C	1,4723 1,4742	1,4737 1,4741	1,4721 1,4735	1,4723 1,4747
RESIDU D'EVAPORA- TION	1,6% 4,5%	3,5% 5,5%	1,2% 2,7%	2,0% 4,8%
TENEUR EN ALDEHYDE DECYCLIQUE (METHODE HYDRO- CLORIDE D'HYDROXY- LAMINE)	0,8% à 2,1%	1%	-	0,5% 2,2%
SOLUBILITE	INCOMPLETEMENT SOLUBLE DANS L'ALCOOL A 95%		-	-
COULEUR	ORANGE	ORANGE	JAUNE à ORANGE	-

Suite du tableau (1)

PROPRIETES PHYSICO- CHIMIQUES	SELON (11)				SELON (03)
	ITALIE	INDE-OUEST	ESPAGNE	PALESTI- NE	JAPON
DENSITE 25 d 25	0,843 à 0,846	0,842 0,847	0,847 0,852	0,845	25 d : 0,8486 4
POUVOIR ROTATOIRE A 25°C	+96°50' à +97°8'	+94°37' +98°52'	+90°0' +93°27'	+96°26'	+87°45'
INDICE DE REFRACTION A 20°C	1,4728 1,4739	1,4720 1,4740	1,4750 1,4760	1,4730	1,4748 à 25°C
RESIDU D'EVAPORA- TION	1,6% 3,3%	1,0% 3,9%	6,6% 9,6%	3,9%	3,0%
TENEUR EN ALDEHYDE DECYCLIQUE (METHODE HYDRO- CLORIDE D'HYDROXY- LAMINE)	-	1,5% 2,2%	-	1,6%	-
SOLUBILITE	INCOMPLETEMENT SOLUBLE DANS L'ALCOOL A 95%			-	-
COULEUR	-	-	-	-	-

La couleur jaune à orange est due à la présence des caroténoïdes
Le plus connu est le β carotène qui est sensible à l'oxygène de
l'air , à la chaleur , à la lumière et à l'humidité . (2)



2-4- COMPOSITION CHIMIQUE

Les compositions chimiques des huiles essentielles des principaux
agrumes sont données par le tableau suivant : (2)

L'origine biogénétique des composés volatils des fruits de citrus
a été étudié méticuleusement par ATTWAY et collaborateurs (1966)
sur les huiles des feuilles , des fleurs et des fruits et quelques
types d'arbres de citron . Ils conclurent que seul le linalol
était le constituant majoritaire dans la plupart des essences de
ces feuilles . Tout comme il a été aussi signalé dans les mêmes
proportions dans l'huile d'écorces immatures d'oranger d'Hamelin
et du mandarinier de Dancy . Ils remarquèrent cependant que sa
concentration dans l'huile diminuait avec la maturité du fruit de
62 à 4% et cela à compter du 1^{er} mois au 11^{er} mois de la
floraison alors que la concentration du limonène augmentait de 21
à 87% dans l'huile . (10)

Pour l'oranger de valencia immature , le linalol est présent
dans l'écorce de 20 à 30% mais cette concentration régresse
proportionnellement au taux du limonène . Même

Composition Chimiques Des principales essences d'agrumes.

THE AMOUNTS OF THE PRINCIPAL CONSTITUENTS IN CITRUS PEEL OILS

Fractions	Orange		Mandarin		Grapefruit (% oil)	Lemon		Lime		
	Valencia (% oil)	Medit. (% oil) ^b	Satsuma (% oil) ^c	Dancy (% oil)		U.S.A. (% oil)	Sicily (% oil)	Cold-pressed (% oil)	Distilled (% oil) ^d	
Monoterpenes	89-91	91	98	-	88	81-85	-	69	77	
Sesquiterpenes	-	0.07	-	-	-	0.04	-	-	1.9	
Oxygenated compounds	-	3.2	-	-	-	-	4-14	-	17	
Aldehydes	1.8 ^e	0.7	-	-	1.2-1.8	-	3.6	-	-	
Citral ^f	0.05-0.2	-	-	-	0.06	1.9-2.6	-	3.1-5.3	0.3	
Free alcohols	0.9 ^g	-	-	-	0.3-1.3	1-2	-	-	-	
Esters	2.9 ^h	-	-	-	3-4	-	-	-	-	
Constituents:	(% oil)				(% oil)	(% terpenes) ⁱ	(% oil)	(% oil)	(% oil)	
Limonene	83-93	65-68	94	87-93	93-95	72-80	70	64	60	
α-Pinene	0.5	2.7	0.8	1	1.6	2	3	1.2	0.8	
β-Pinene	1	1.2	-	0.4	-	7-13	14	8.3	0.8	
Myrcene	2	1.3	2	1.2	1.9	2	2	-	0.8	
γ-Terpinene	0.1	9-17	-	3.4	0.5	10	10	22	0.6	
p-Cymene	-	1-8	2.8	0.4	0.4	-	0.6	1.9	12	
Heptanal	(% oil)	(% aldehydes)	(% terpenesless fraction) ^j		(% oil)	(% aldehydes) ^k	(% aldehydes) ^k	(% oxygen compounds) ^l		
Octanal	-	3	-	-	-	4	1	-	-	
Nonanal	2.8	39	0.04	4	0.6	16-35	4	3	0.03	
Decanal	-	5	-	-	-	7	6	3	-	
Undecanal	-	42	0.04	5	-	43-54	3	1	0.09	
Dodecanal	-	2	-	0.4	-	4	2	-	1	
Citral	-	8	-	0.5	-	9	-	-	-	
Octanol	(% oil)	(% terpenesless fraction) ^j			(% oil) ^e	(% terpenesless fraction)	(% alcohols and esters) ^m	(% oxygen compounds) ^l		
Decanol	-	2	0.09	-	0.8	1-2	-	-	0.01	
Geraniol	-	1	0.04	-	-	1-2	-	-	0.06	
Linalool	5.3	26	0.25	2	4.2	0.4	0-3	7-20	2-3	0.1
Nerol	-	-	-	-	-	-	-	-	15-18	-
α-Terpineol	0.5	8	1.1	2	0.9	0.2	2-5	8-22	-	5.9
4-Terpinenol	0.2	-	0.1	-	0.3	0.1	-	2-19	-	1.6
Thymol	-	-	0.08	-	0.2	-	-	-	-	-
Octyl acetate	-	1	-	1	-	-	1-3	-	1	-
Nonyl acetate	-	2	-	-	-	-	3-4	-	4-13	-
Citronellyl acetate	-	-	-	4	-	-	-	0-2	4-10	-
Geranyl acetate	-	2	0.003	4	-	-	1	9-44	-	0.3
Linalyl acetate	-	2	-	-	-	-	2-3	0.2	-	-
Neryl acetate	-	-	-	3	-	-	-	29-54	-	Fenchol
Methyl N-methyl-anthranilate	-	-	0.85	-	-	-	-	-	-	1,4-Cineole
β-Elemene	-	-	-	25	-	-	-	-	-	1,8-Cineole
β-Sesquiphellandrene	-	-	-	17	-	-	-	-	-	-

92

9

observation pour le pomelo dont le taux a regressé de 5 à 0,4% dans l'huile . (10)

Ces considérations deviennent primordiales lorsque l'intérêt commercial converge vers tel ou tel composé et devient tributaire du choix de la saison de collecte et d'extraction .

CHAPITRE-3-

3- LA DETERPENATION

3-1- INTRODUCTION

La majeure partie des huiles essentielles est constituée par un mélange d'hydrocarbures (terpènes , sesquiterpènes , etc..) , de composés oxygénés (alcools , esters , aldéhydes , cétones , lactones , phénols , etc...) et un faible pourcentage de résidus non volatils visqueux ou solides (paraffine , cires , etc..) .

Parmi ces constituants , les composés oxygénés sont les principaux porteurs d'odeurs , les terpènes et les sesquiterpènes contribuent à un degré moindre à l'odeur et à l'essence contenue dans l'huile . Les substances oxygénées possèdent en plus l'avantage d'avoir une meilleure solubilité dans les alcools dilués . (12)

Les terpènes et les sesquiterpènes étant des composés insaturés , ils s'oxydent et se résignent facilement au contact de l'air et de la lumière ou aux mauvaises conditions de stockage ce qui conduit à la détérioration de l'essence et à la diminution de leur solubilité dans les alcools . Par conséquent , l'industrie des huiles essentielles concentre ses efforts pour fournir aux consommateurs des huiles essentielles concentrées , deterpenées et desesquiterpenées , enrichies en composés oxygénés(12) mais dont les procédés d'obtention sont tenus secrets par les fabricants .(10) et (12)

3-2- DEFINITION D'UNE HUILE ESSENTIELLE CONCENTREE

L'huile essentielle concentrée est une huile dont seulement une partie des hydrocarbures a été éliminée . Généralement par simple distillation fractionnée sous vide . (12)

3-3- DEFINITION D'UNE HUILE ESSENTIELLE DETERPENEES ET DESESQUITERPENEES

C'est une huile dont la majeure partie des composés terpéniques et sesquiterpéniques ont été éliminés, soit par distillation fractionnée sous vide ou par extraction à l'alcool (12). Sur le marché on parle généralement d'huile 20, 30, jusqu'à 50 fois concentrée car la distillation ne pouvant pas être poussée au delà par crainte de l'oxydation de l'huile essentielle

3-4- METHODES DE DETERPENATION

Les méthodes de séparation sont basées sur deux propriétés physiques à savoir : point d'ébullition et la solubilité dans l'alcool. (12)

3-4-1- POINT D'EBULLITION

Les points d'ébullition des terpenes varient dans la plupart des cas entre 150°C et 180°C à pression atmosphérique ; Ceux des sesquiterpenes entre 240°C et 280°C. Les points d'ébullition d'un grand nombre de composés oxygénés (alcools, terpeniques, aldehydes, esters, etc...) se situent entre ceux des terpènes et des sesquiterpènes à l'exception des phénols, quelques aldehydes aromatiques, alcools sesquiterpeniques et esters, etc..., dont les points d'ébullition sont comparables à ceux des sesquiterpènes. (12)

3-4-2- SOLUBILITE DANS L'ALCOOL

Les terpenes sont en général peu solubles du fait de leur faible polarité et donc faible affinité pour l'alcool, les paraffines et

les sesquiterpènes pratiquement insolubles dans l'alcool . Les composés oxygénés possèdent en général une meilleure solubilité : les alcools , aldéhydes , cétones , phénols sont les plus solubles les esters et les phénols-esters le sont relativement moins .

Le procédé de déterpénation diffère selon la composition de chaque huile essentielle . En général elle est basée sur : (12)

* Extraction des composés oxygénés les plus solubles dans l'alcool dilué et autres solvants

* Elimination des terpènes , sesquiterpènes et paraffines par distillation fractionnée sous vide

3-4-3- EXTRACTION A L'ALCOOL ETHYLIQUE DILUE 60 à 70%

Elle est basée sur la faible solubilité des hydrocarbures terpéniques et sesterpéniques dans l'alcool éthylique . Plusieurs extractions sont nécessaires (15 à 20 fois) . Les solutions alcooliques obtenues sont récupérées et l'alcool est distillé sous vide . L'huile déterpénée est le résidu . (12) et (04)

3-4-4- EXTRACTION PAR DEUX SOLVANTS COMBINES

Utilisée lorsqu'on doit traiter de grandes quantités d'huiles et généralement dans des appareils fonctionnant en continu . L'huile est traitée en même temps avec deux solvants immiscibles l'un à l'autre .

L'un de ces solvants , généralement l'éther de pétrole , solubilise les hydrocarbures et l'autre , généralement le méthanol , solubilise les terpènes oxygénés

Après la distillation des solvants à partir des solutions obtenues deux fractions sont récupérées . L'une consiste en l'huile

déterpénée et l'autre fraction contenant les hydrocarbures
terpéniques .

Cette dernière est utilisée pour parfumer les savons . (04)

CHAPITRE-4-

4- DISTILLATION

Si la théorie classique prévoit des méthodes de calculs pour la distillation des mélanges simples, elle reste limitée dans le cas des mélanges complexes.

Le principe général d'une séparation se base sur des essais dans des appareils de laboratoire ou semi-industriel et de consigner les résultats à des fins analytiques.

Dans le cas où les mélanges sont composés de constituants ayant un large intervalle de température d'ébullition, il peut s'avérer nécessaire de procéder à une série de fractionnement.

Aussi pour une huile essentielle, dont les composés peuvent avoir des températures d'ébullition qui varient entre 150 et 180°C (monoterpenes) et 240 à 280°C (sesquiterpenes) et des valeurs intermédiaires pour les composés oxygénés, la distillation fractionnée est souvent préconisée.

Par conséquent la déterpénation qui consiste en la séparation de la fraction la plus volatile qu'est la famille des monoterpenes est couramment menée par distillation fractionnée.

D'autre part, le vide peut déplacer certaines données thermodynamiques et donc améliorer les conditions de distillation. En particulier la température d'ébullition est abaissée ce qui évite la détérioration par surchauffe de la matière traitée.

Un aperçu de l'abaissement de la température d'ébullition de certains composés des huiles essentielles d'agrumes pour un abaissement de la pression de 760 à 5 mm Hg est illustré par le tableau (3).

TABLEAU (3)

P (mmHg)	A (°C)	B (°C)	C (°C)	D (°C)	E (°C)	F (°C)	G (°C)
800	173.51	-	200.15	219.44	175	156.72	232.08
700	168.24	225.10	195.05	214.35	-	151.55	227.20
600	-	219.10	189.50	-	-	145.88	220.80
500	-	211.90	182.90	-	-	139.23	213.30
400	-	203.20	175.00	-	-	131.23	204.25
300	-	192.85	165.40	-	-	121.55	193.20
200	-	178.40	163.10	-	-	108.98	179
100	-	158.60	134	-	-	89.48	156.90
90	-	155.60	131.30	-	-	86.87	153.85
80	-	152.20	128.35	-	108.3	83.72	150.20
70	-	148.70	125	-	-	80.46	146.50
60	98.40	144.70	121.40	-	-	76.76	142.30
50	93.60	134.40	117.20	136.70	-	72.51	137.40
40	87.60	127.30	111.90	131.50	81.30	67.15	131.40
30	79.40	118.40	105.40	124.90	-	60.50	123.80
20	74	112.15	97.20	116.80	68.2	52.25	114.60
15	66.60	104.40	91.49	111.10	-	46.46	107.80
10	62.60	100.10	84.40	104	53.8	39.25	99.60
8	57.77	94.90	80.55	100.20	-	35.31	95.20
6	-	91.65	75.80	95.30	-	30.39	89.40
5	-	87.60	72.80	92.40	40.40	27.35	86.20
4	-	-	69.10	-	-	23.64	82

A : MYRCENE

B : CITRAL

C : LINALOOL

D : α -TERPINEOL

E : LIMONENE

F : α -PINENE

G : CARVONE

4-1 DISTILLATION FRACTIONNEE SOUS PRESSION REDUITE

La distillation fractionnée consiste en une suite de distillations élémentaires réalisées dans un appareil unique .

Le principe qui régit la distillation sous pression réduite est le même que celui de la distillation atmosphérique .

Dans une colonne à distiller généralement garnie , la vapeur montante croise un ruissellement de liquide condensé . Un contact intime entre la vapeur ascendante et le liquide descendant a lieu en tout point de la colonne et procède ainsi à un échange de chaleur et de composition .

L'intérêt de travailler à la pression réduite consiste à abaisser la température du mélange afin de :

- * Pouvoir distiller les composés dont le point d'ébullition à la pression atmosphérique est élevé , pour lesquels l'apport calorifique , à l'aide des moyens habituels serait insuffisant sous la pression atmosphérique .

C'est ainsi que pour une pression de 25 mm Hg , l'abaissement du point d'ébullition de la plupart des liquides est de l'ordre de 100 à 125°C .

- * Distiller les composés qui sont instables à pression atmosphérique , soit parcequ'ils se dégradent thermiquement , soit parcequ'ils s'oxydent à l'air .

- * En général les différences de volatilités entre deux composés peuvent augmenter lorsqu'on abaisse la pression , donc augmente l'efficacité de la séparation . (17)

4-1-1 - CARACTERISTIQUES D'UN APPAREIL A DISTILLER

Parmi les principales caractéristiques d'un appareil à distiller de laboratoire le plus marquant est le pouvoir séparateur (ou efficacité) qui dépend de plusieurs facteurs :

* Ceux qui constituent les qualités intrinsèques de la colonne : sa géométrie , son remplissage et son isolation .

* Ceux qui appartiennent aux conditions expérimentales : la température , la pression , etc ... (17)

NATURE DE LA COLONNE

La hauteur et la géométrie intérieur de la colonne , l'existence ou non d'un corps de remplissage et s'il en existe un , sa nature jouent un rôle essentiel .

Le pouvoir séparateur intrinsèque d'une colonne à garnissage est généralement exprimé en **H E P T** (hauteur équivalente à un plateau théorique) , calculée à partir de la relation suivante :

$$H E P T = \frac{H}{N}$$

ou :

H : hauteur de la colonne

N : nombre de plateaux théoriques de la colonne , établi au reflux total dans des conditions expérimentales définies

Cette relation nous montre que la **H E P T** est inversement proportionnelle au nombre de plateaux théoriques . Donc plus elle est élevée , plus le pouvoir séparateur intrinsèque de la colonne est faible .

Le tableau ci-dessous donne pour chaque type de colonne la valeur moyenne de H E P T .

TABLEAU (3')

nature	H E P T (cm)
colonne vigreux	20
colonne dufton	20
colonne garnie :	
anneaux de raschig 5 . 5 mm	10
helice en verre 4 . 4 mm	4,5
anneau de fenske 3,2 mm	4
garniture multiknit	3,5
anneaux heli-pack 0,89 . 1,77 . 1,77 mm	1,5

La qualité de l'isolation thermique a une influence sur le pouvoir séparateur . Pour une géométrie et un remplissage déterminés , la colonne la plus efficace est adiabatique ; Dans une telle colonne les échanges calorifiques n'ont lieu qu'entre la vapeur montante et le liquide descendant , sans condensations parasites contre les parois froides . (17)

4-1-2- REPERAGE DE LA NATURE DU DISTILLAT- CHANGEMENT DE FRACTION

Un des problèmes majeurs de la distillation est de savoir quand il faudra changer le récipient récepteur du distillat afin d'avoir un distillat de pureté satisfaisante .(17)

Deux techniques sont utilisées :

4-1-2-1- METHODE ANALYTIQUE

la méthode consiste à prélever régulièrement une quantité de distillat neuf et suivre l'évolution de sa composition en utilisant la chromatographie , spectroscopie I R , UV , etc...

Cette méthode est rapide , précise et nécessite peu de distillat

mais en pratique difficile à réaliser. (17)

4-1-2-2-OBSERVATION DE LA TEMPERATURE EN TETE DE COLONNE

Il est très difficile de suivre l'évolution de la composition du distillat , on peut séparer les fractions en se basant sur la température en tête de colonne .

Cela est possible si la mesure de cette dernière est précise ($dT \text{ inf à } 0,1^{\circ}\text{C}$) et si la pression est rigoureusement maintenue constante et s'il existe une documentation suffisante concernant les composés .

Dans le cas ou on ne connaît pas les points d'ébullition de chaque composé , la distillation est menée lentement et le changement du récepteur du distillat se fait à chaque fois que la température arrive à un palier ou quitte un palier . S'il y'a doute , on multiplie le nombre de changement puis on réunit les fractions identiques après analyse de chacune d'elle .(17)

4-2- TECHNIQUE DE LA COUCHE MINCE

Le principe de la couche mince repose sur l'étalement d'une phase liquide en film de faible épaisseur sur une surface solide tout en provoquant le déplacement de ce liquide , soit par l'action de la pesanteur , soit par l'action d'appareils mécaniques divers .

La surface solide chaude supportant le film permet d'induire un phénomène de transfert thermique dans le liquide en écoulement , tandis que la surface libre du film offre la possibilité d'un transfert de matière entre le liquide et son environnement immédiat , nécessairement gazeux .

Cette technique est utilisée dans des appareils dits à film

tombant constitués essentiellement par une surface cylindrique chauffée sur laquelle ruisselle le produit à distiller , et une surface cylindrique coaxiale refroidie proche de la paroi chaude permettant de recueillir le distillat .

Les principes qui régissent cette technique s'analysent par une approche en deux paramètres : la géométrie et la mécanique d'écoulement .(15)

4-2-1- GEOMETRIE DES FILMS

La principale caractéristique des liquides mis sous la forme de films est le rapport surface / volume élevé ; Ces valeurs sont généralement comprises entre 500 et 2000 m^2/m^3 . Elles sont intéressantes du côté de la paroi supportant le film pour les échanges thermiques et du côté de la surface libre pour les échanges de matières .(15)

4-2-2- MECANIQUE DES ECOULEMENTS DES FILMS

La principale propriété des écoulements en film est l'homogénéité du liquide . Pour les films ruisselants appelés aussi films en chute libre , l'homogénéité du film , bien qu'elle soit influencée par le régime d'écoulement , est bien meilleure que dans la plupart des cas où le liquide est traité en masse . De plus , il est possible d'induire par des moyens mécaniques appropriés , un mouvement forcé dans les liquides répartis en couche mince , ces films mécaniquement agités sont alors le siège d'une forte turbulence , ce qui améliore encore l'homogénéité du liquide traité .

La mécanique d'écoulement en film est également intéressante pour

les coefficients de transfert de chaleur et de matière .
L'amélioration du transfert de chaleur entre la paroi et le liquide est due à la turbulence dans le film , alors que pour les transferts de matières entre le liquide et le gaz , c'est le renouvellement de surface permanent , qui se produit principalement , dans les films mécaniquement agités , ceci permet un meilleur échange de matière .

Le temps de séjour est relativement court dans les appareils à film tombant . Ce paramètre constitue l'un des avantages mis à profit lors du traitement des produits organiques thermodégradables . (15)

4-2-3- APPLICATIONS AUX PROCÉDES INDUSTRIELS

Les applications de la technique de la couche mince sont nombreuses et variées. Elle est utilisée pour la concentration des solutions aqueuses de l'acide mélanique , utilisée aussi comme bouilleur dans des installations de distillation de produits organiques thermodégradables , comme procédé de cristallisation et de séchage avec récupération du solvant et enfin comme procédé de rectification continue . (16)

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE-5-

1- INTRODUCTION

Le but recherché dans cette étude est de déterminer les conditions physiques permettant de séparer au mieux la famille des monoterpènes et d'aboutir à une fraction enrichie en composés oxygénés à vocation commerciale et ceci à partir d'une huile essentielle d'agrumes .

Nous avons choisi de procéder à des analyses par C P G et CG/S M afin d'approcher la composition de l'huile essentielle et évaluer ainsi sa teneur relative en monoterpènes ainsi que celle des fractions séparées ultérieurement .

La distillation fractionnée choisie comme première méthode de séparation permettra d'évaluer dans quelles conditions elle permet d'obtenir des produits de qualité .

Des essais par évaporation à film agité réalisés dans un appareil de laboratoire pourront prouver l'intérêt de cette technique jusqu'alors limitée à d'autres types de mélanges et définir les conditions à améliorer pour aboutir à des produits de haute qualité .

Nos différents essais ont été effectués sur une huile essentielle d'orange douce de l'ENAJUC de BOUFARIK obtenue par expression à froid .

2- ANALYSE DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DOUCE DE BOUFARIK

2-1- PROPRIETE ORGANOLEPTIQUES ET PHYSICO-CHIMIQUES DE L'HUILE ESSENTIELLE

Avant de déterminer les propriétés physico-chimiques de l'huile , il est nécessaire de procéder à l'élimination de l'eau par sulfate de sodium anhydre selon la norme AFNOR (NFT 75 =110) .

Les différentes analyses physico-chimiques menées selon les normes AFNOR ont été regroupées dans le tableau (4)

tableau (4) : Propriétés organoleptiques et physico-chimiques de l'huile essentielle

PROPRIETES ORGANOLEPTIQUES			
ODEUR	ASPECT		COULEUR
caractéristique du zeste d'orange	liquide mobile , limpide		jaune orangé
PROPRIETES PHYSIQUES			
DENSITE 20 d (g/cm ³) 20	INDICE DE REFRACTION n 20 D	POUVOIR ROTATOIRE 25°C (α) D	VISCOSITE (m ² /s)
0,8455	1,4748	+ 94°	1330,00
PROPRIETES CHIMIQUES			
POINT D'ECLAIR (°C)		RESIDU D'EVAPORATION	
50		5%	

On remarque selon le tableau ci-dessus que la densité est relativement faible , proche de celle des monoterpènes ainsi que l'indice de réfraction . ces valeurs nous amènent à dire que la

composition de l'huile est en majorité monoterpénique .

2-2- ANALYSE QUALITATIVE ET QUANTITATIVE DE L'HUILE ESSENTIELLE

Les différentes analyses qualitatives et quantitatives ont été effectuées selon les conditions suivantes

* Analyse par chromatographie couplée à un spectre de masse (GC/MS)

. L'appareil chromatographique de type GCHP5890A couplé à un spectromètre de masse HP5971A .

. La colonne est une colonne capillaire HP5 (méthyle silicone) de longueur 25m , de diamètre intérieur 0,2mm et d'épaisseur 0,33µm

. Température de la colonne 100°C en isotherme pendant 08mn puis programmation de température à raison de 02°C/mn jusqu'à 250°C.

. La température de l'injecteur est de 240°C

. Gaz vecteur (He) : 01ml/mn

* Analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG)

. Type de chromatographie : phase gazeuse FISON instruments de série 9000 GC muni d'un détecteur FID

. La colonne chromatographique est une colonne capillaire DB1 à phase stationnaire méthyle silicone de longueur 30m , de diamètre intérieur 0,25mm .

. Température du détecteur : 250°C

. Température de l'injecteur : 240°C

. Température de la colonne : programmation de températures de 50°C à 170°C à raison de 02°C/mn .

. Débit du gaz vecteur (He) : 02ml/mn .

2-3- RESULTATS OBTENUS

L'analyse de certaines substances étalons par CPG et celle de l'huile essentielle par CG/MS a permis d'identifier certains composés notamment par comparaison des spectres de masse obtenus avec ceux de la banque de données du CG/MS du CRD (BOUMERDES)
Ainsi en regroupant les différents résultats obtenus et en complétant avec ceux des travaux antérieurs (6) .

Nous proposons sur le tableau (5) , la composition chimique de l'huile essentielle qui doit cependant être confirmée par des analyses complémentaires .

ECHANT HUILE BRUTE QUANTITEE INJECTEE 0.1UL AT=2 DILUTION 50UL/250UL ACETONE

CHANNEL A INJECT 13/05/95 10:51:03 STORED TO BIN # 3

11 1

11 0

2.22
3.72

6.19

6.41 (1)

(2)

7.65

(3)

8.43

11.31

11.68

11.10

13.19

13.70

15.36

15.65

16.59

19.14

20.46

21.40

22.19

22.49

24.36

24.76

28.41

34.67

35.86

36.77

36.38

37.74

38.61

41.51

43.62

43.27

46.10

45.32

Chromatogramme de l'huile brute obtenu
par C.P.G.

13/05/95 10:51:03

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3 BIN 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.017	3.22	316 01
2	0.166	3.72	3106 01
3	0.012	6.19	221 02
4	0.506	6.41	9460 03
5	0.509	7.65	9505 01
6	1.893	8.43	35353 01
7	95.44	11.1	1782867 01
8	0.03	11.31	554 01
9	0.024	11.68	452 01
10	0.068	13.19	1271 01
11	0.178	13.7	3333 01
12	0.015	15.36	277 02
13	0.017	15.65	324 03
14	0.034	16.59	636 01
15	0.038	19.14	718 01
16	0.149	20.46	2787 01
17	0.013	21.4	235 01
18	0.019	22.19	350 02
19	0.015	22.49	276 03
20	0.013	24.36	235 02
21	0.026	24.76	489 03
22	0.01	28.41	194 01
23	0.021	34.67	397 01
24	0.027	35.86	496 01
25	0.018	36.38	344 01
26	0.023	36.77	432 01
27	0.022	37.74	410 01
28	0.017	38.61	318 01
29	0.012	41.51	225 01
30	0.021	42.47	396 02
31	0.395	43.27	7380 02
32	0.21	43.62	3929 03
33	0.027	45.32	509 01
34	0.013	46.1	250 01

TOTAL 100.

1848045

Le tableau (5) regroupe tous les composés contenus dans l'huile essentielle .

N°	NOM
1	α pinene
2	myrcene
3	β pinene
4	d limonene
5	γ terpinene
6	terpinolene
7	octanal
8	linalool
9	citral
10	α terpineol
11	decanal
12	carveol
13	carvone
14	geramial
15	2,4 decadienal (E,E)
16	tetradecanal
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10-trimethyl
18	bicyclo(4,1,0)hept-2-ène-3,7,7-trimethyl
19	propanoic acid,2-met-3,7-dimet-2,6-octadie
20	alpha cubebène
21	cyclohexane-1-ethenyl-1-met-2,4-bis(1-métet)
22	bicyclo(3,2,1)oct-2-ène-3-met-4-méthylène
23	bicyclo(7,2,0)undec-4-ène-4,11,11-trimet-5-methyl
24	(1H)cyclopenta(1,3)cyclopropa(1,2)benzene
25	1,6,10dodecatriene-7,11dimet-3-méthylène
26	decahydro-4a-met-1méthylène-7-(1-met)naphtalène
27	(1H)cycloprop(e)azulene,decahydro-1,1,7trimet-4
28	1,2,3,4,4a,5,6,8a,-octahydro-naphtalène
29	1,2,3,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimet-1-naphtalène
30	patchoulène
31	2,6,9,11-dodecatrenal-2,6,10-trimet (E,E,E)
32	2(3H)naphtalène-4-4a-5,6,7,8-hexahydro

Les premiers composés existent en proportions relativement importantes et ont déjà été signalé par la bibliographie .

Les pics suivants existent en proportions relativement faible à l'exception du pic N°27 , et sont probablement à structure sesquiterpénique selon leur formule brute.

Ainsi dans la suite de notre étude on s'intéressera aux 17 premiers pics qui représentent la majorité des composés de l'huile. La composition relative de l'huile essentielle a été estimée selon le % en aire obtenu dans les chromatogrammes (CPG), ainsi la teneur en relative en monoterpènes ou en composés oxygénés sera obtenue en sommant les % en aire correspondant à ces composés. Pour notre échantillon nous obtenons une teneur relative en pourcentage en limonène de 95,44%, en composés oxygénés de 0,472% et en composés monoterpéniques de 98,402%.

CHAPITRE-6-

3- DETERPENATION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DOUCE DE BOUFARIK PAR DISTILLATION FRACTIONNEE

La distillation fractionnée a été menée sur un appareil de laboratoire dont le schéma est représenté en figure (1).

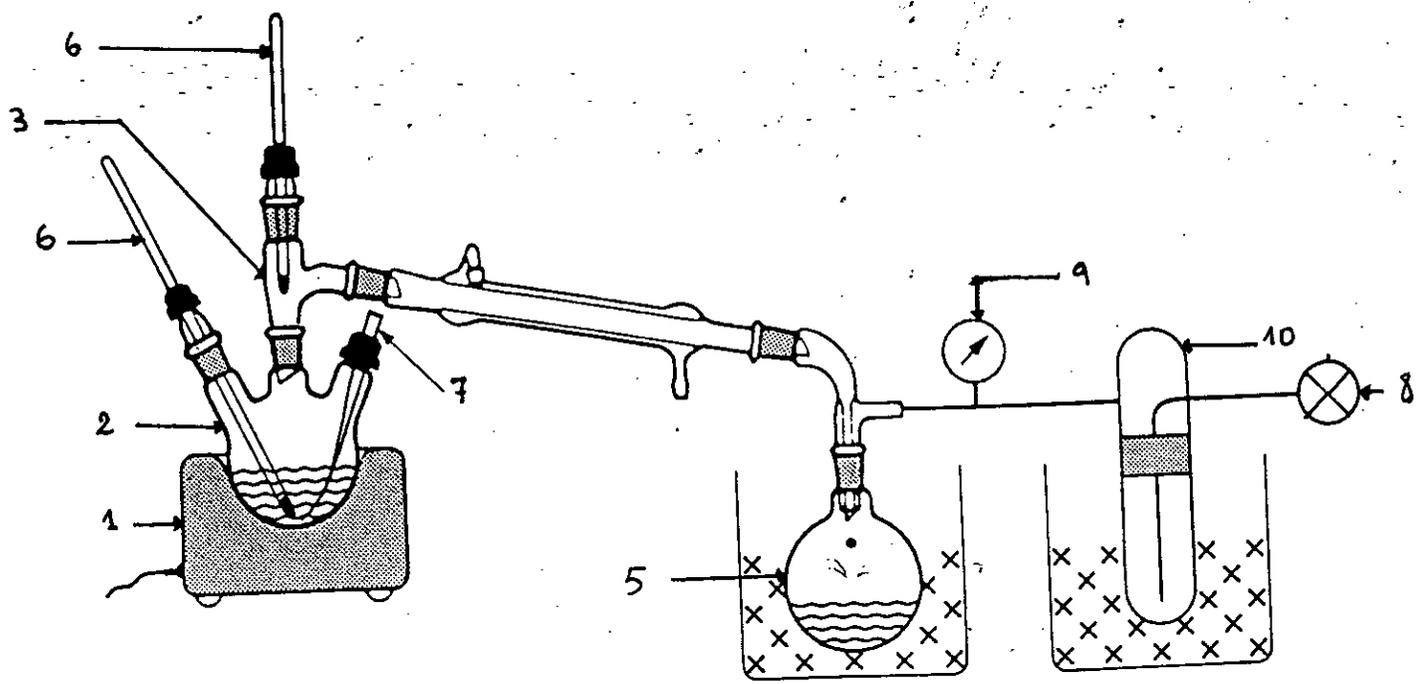
3-1- DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE

L'appareillage utilisé est composé de :

- .1.* un chauffe ballon muni d'un système régulateur .
- .2.* un bouilleur à 03 cols pour la charge
- .3.* une colonne vigreux et adiabatique munie d'un réfrigérant et dont la tête de la colonne est en col de cygne
- .4.* un séparateur rotatif de fraction (appelé parfois pis de vache)
- .5.* 04 ballons récepteurs
- .6.* 02 thermomètres : un en tête de colonne permettant de mesurer les températures des vapeurs condensées , l'autre au fond du bouilleur
- .7.* un capillaire d'air pour assurer une ébullition régulière
- .8.* une pompe à vide primaire
- .9.* un manomètre à mercure
- .10* un piège à vapeur plongeant dans un bain de glace

Une masse d'huile essentielle d'orange de Boufarik ayant été distillée , les fractions sont collectées en suivant l'évolution de la température de vapeur .

Les limites du matériel nous permettant d'avoir 04 fractions uniquement , il s'est avéré nécessaire quelques fois de poursuivre la collecte dans la même fraction même avec variation de quelques



Colonne VIGREUX

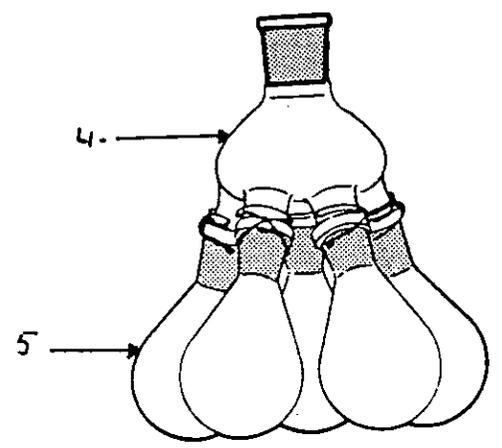
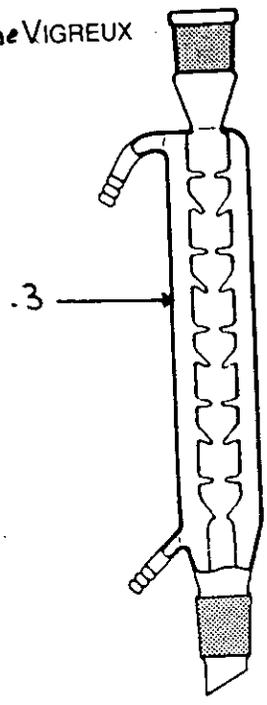


figure .1. : Schéma de l'appareillage de la distillation fractionnée.

degrés de température .

Les résultats ainsi obtenus sont consignés aux tableaux (6 et 7)

Les différentes fractions obtenues sont pesées et analysées par C P G et GC/MS . Les résultats sont regroupés dans les tableaux (de 1 à 8) et illustrés par les chromatogrammes donnés en annexes

3-2- RESULTATS EXPERIMENTAUX

3-2-1- EXPERIENCE 1

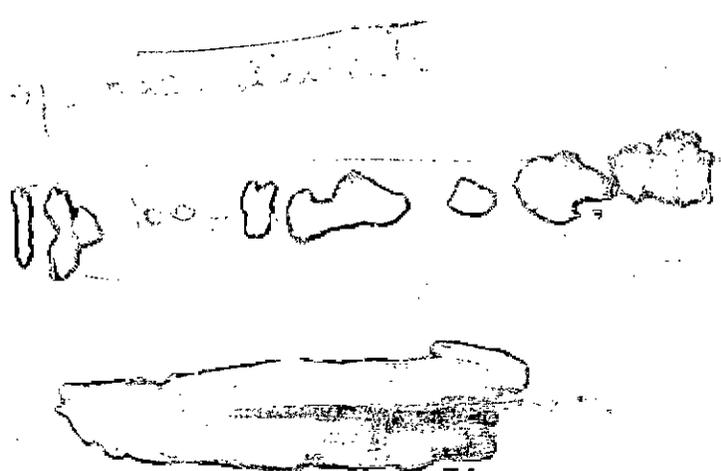
La température de l'eau de refroidissement est de : 16°C

TABLEAU (6) :

N° FRCT	NATURE	PRES mmHg	T°BOUIL °C	T°VAPEUR °C	QTE grs	ASPCT	PERTE %	REND η %
0	HUILE BRUTE	5	19-35	18-21	25,6605	JAUNE ORANG	-	-
D1	1°DIST	5	35-44	21,5-23	1,2911	INCOL	41,72	20,54
D2	2°DIST	5	46-52	24-25	6,9468	INCOL		
D3	3°DIST	5	53-62	25,5-26	1,3423	INCOL		
R	RESIDU	-	-	-	5,3739	ORANG		20,8
					TOTAL			
					14,9541			

$$\text{PERTE} = \frac{\text{Masse de l'huile brute} - (\sum \text{Masse distillat} + \text{Masse résidu})}{\text{Masse de l'huile brute}}$$

$$\text{RENDEMENT} = \frac{\text{Masse résidu} + \sum \text{Masse distillat}}{\text{Masse de l'huile brute}}$$



3-2-2- EXPERIENCE 2

Afin de réduire les pertes , la température de l'eau de refroidissement est abaissée à 02°C

TABLEAU (7)

N° FRCT	NATURE	PRES mmHg	T°BOUIL °C	T°VAPEUR °C	QTE grs	ASPCT	PERTE %	REND η %
0	HUILE BRUTE	5	21-35,5	21-22,5	33,6064	JAUNE ORANG	-	-
D1	1°DIST	5	36-38	23-23,5	9,8601	INCOL	28,43	12,91
D2	2°DIST	5	38-39,5	24-24,5	4,1092	INCOL		
D3	3°DIST	5	40-42,5	26-28	5,7441	INCOL		
R	RESIDU	-	-	-	4,3382	ORANG		
					TOTAL			
					24,0516			

L'amélioration du refroidissement (t° du bain de 16°C à 02°C) a permis de minimiser les pertes ; Le pourcentage en pertes est abaissé de 41,72% à 28,43% . En effet les températures d'ébullition de certains terpènes étant relativement basses à 5mmHg cela entraîne une mauvaise condensation et donc entraînent ces vapeurs vers la pompe

Ces résultats sont résumés dans les tableaux (8 et 9) illustrant la variation des pourcentages relatifs en terpènes , composés oxygénés et limonène dans les différentes fractions

TABLEAU (8) DE L'EXPERIENCE N°1

NATURE DE LA FRACTION	D1	D2	D3	R
% EN LIMONENE DANS LA FRACTION	96,381	96,736	96,491	91,05
% EN TERPENES DANS LA FRACTION	99,297	98,463	99,046	92,005
% EN COMPOSES OXYGENES DANS LA FRACTION	0,295	0,126	0,048	2,853

TABLEAU (9) DE L'EXPERIENCE N°2

NATURE DE LA FRACTION	D1	D2	D3	R
% EN LIMONENE DANS LA FRACTION	96,559	90,717	85,267	76,854
% EN TERPENES DANS LA FRACTION	98,690	91,660	85,985	77,517
% EN COMPOSES OXYGENES DANS LA FRACTION	0,322	0,322	3,484	5,962

Ces résultats ont permis d'abaisser le pourcentage en limonène dans la fraction résiduelle de 95,05% à 76,854%.

Nous remarquons que les températures du bouilleur sont plus élevées pour l'expérience N°1 par rapport à l'expérience N°2.

Ceci se reflète sur la composition en terpènes des différents distillats.

En effet un chauffage trop brusque entraîne une distillation rapide de la majorité des terpènes dont les températures d'ébullition sont proches.

Ainsi leur pourcentage reste élevé même dans le résidu, tandis que le pourcentage en composés oxygénés est relativement élevé même dans le premier distillat (D1).

Un chauffage modéré permet un fractionnement progressif, le pourcentage en terpènes résiduels est abaissé à 76,854%, le pourcentage en composés oxygénés augmente progressivement au cours de la distillation jusqu'à 5,962%.

L'inconvénient principal de la distillation fractionnée c'est que la séparation demeure incomplète particulièrement pour les composés oxygénés objets de notre intérêt.

Ainsi les composés oxygénés à basse température d'ébullition sont entraînés dans les fractions distillats, tandis que les composés oxygénés à haute température d'ébullition restent dans le résidu.

Il est souvent alors conseillé de procéder à une série de fractionnement successifs afin d'améliorer la séparation mais implique un contact répété avec la chauffe et donc un risque de dégradation supplémentaire .

CHAPITRE-7-

4- DETERPENATION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DOUCE DE BOUFARIK DANS UN ÉVAPORATEUR A FILM TOMBANT AGITE

4-1- DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE

L'appareillage utilisé est un évaporateur à couche mince UIC de type KDL4 comme l'illustre la figure (2)

Il est composé des éléments suivants :

1-une colonne en verre qui sert d'évaporateur

2-un moteur électrique d'agitation

3-un récipient de dosage

4-un piège à froid

5-un bain thermostaté

6-une pompe à vide

7-un manomètre à mercure

8-un ballon de collecte du résidu

9-un ballon de collecte du distillat

1-La colonne cylindrique verticale en verre est chauffée extérieurement par un fluide chauffant circulant dans une enveloppe coaxiale .

A l'intérieur de la colonne , un rotor concentrique sert à répartir le fluide d'alimentation en nappe sur la surface chauffante à l'aide des racleurs qui n'entrent pas en contact avec la surface chauffante .

Une autre paroi interne permettant de faire circuler l'eau de réfrigération (condenseur)

3-Le récipient de dosage utilisé permet l'alimentation à des débits très faibles en mélange à séparer par le biais d'un petit

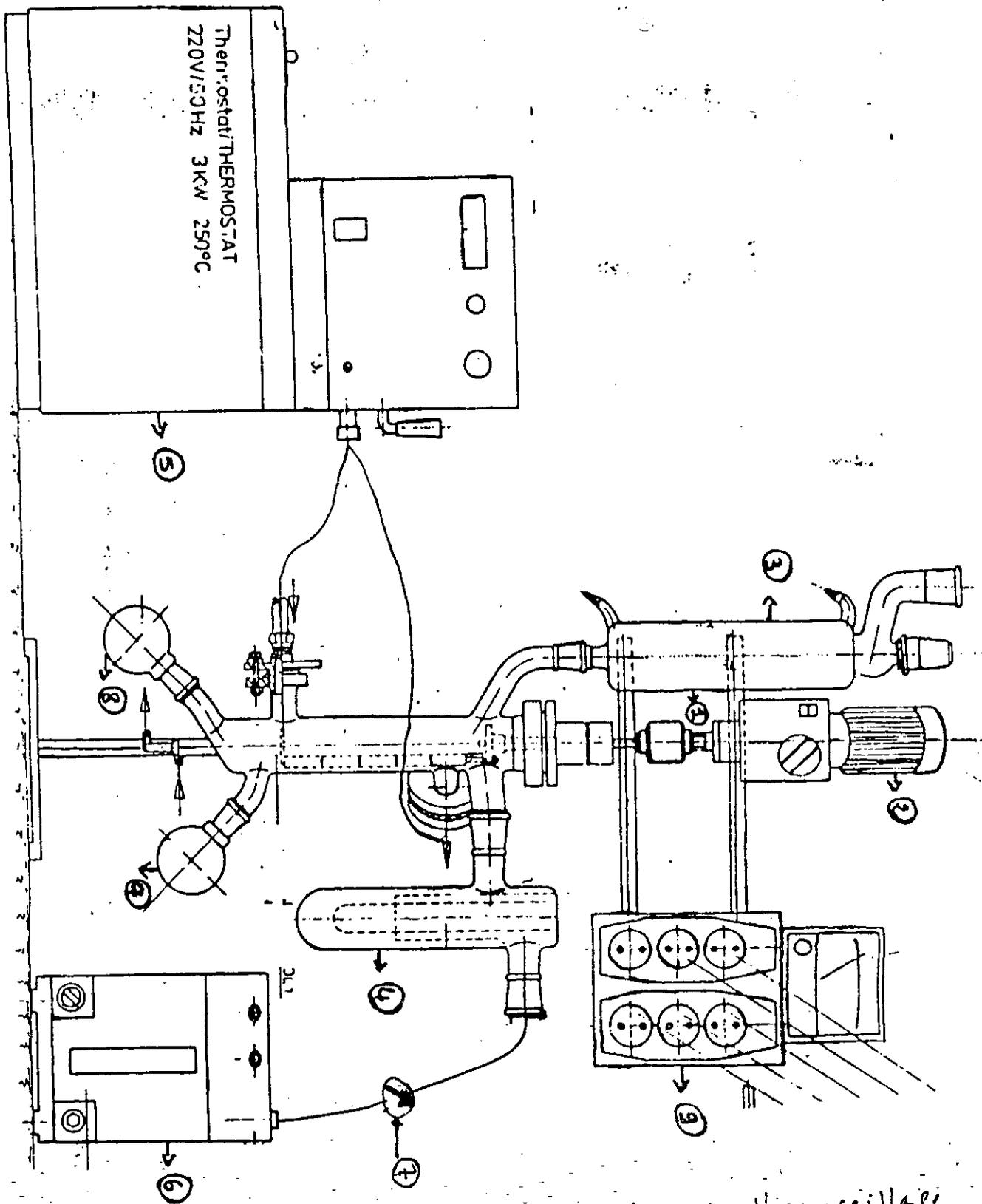


Figure 2. Schéma de l'appareillage de l'évaporateur à film tombant apité.

robinet

4-Le piège à vapeur est plongé dans un bain de glace afin de pouvoir récupérer les vapeurs qui pourraient passer dans la pompe à vide

5-Le bain thermostaté est chauffé grâce à un rubant chauffant et est muni d'un système de régulation. Une pompe à eau intégrée permet de faire circuler l'eau de chauffe dans l'enveloppe coaxiale de la colonne

6- La pompe à vide est une pompe primaire qui permet de faire un vide de 05 mm Hg

7-Le manomètre à mercure est placé juste à la sortie de l'appareil à distiller afin que la pression mesurée soit la plus proche possible de celle régnant dans la colonne et s'assurer qu'elle reste constante durant toute l'expérience

8-Les vapeurs condensées s'écoulent de la paroi froide vers le ballon distillat (9) et les composés non condensés s'écoulent le long de la paroi chaude vers le ballon de résidu (8) .

4-2- CHOIX DES CONDITIONS OPERATOIRES

L'installation permet de faire varier plusieurs paramètres :

- * le débit de la charge
- * la pression du système
- * la température du système
- * la vitesse d'agitation

Une étude antérieure (6) et une étude en cours (20) ont permis de conclure que la séparation est d'autant plus efficace que les débits sont faibles . La distillation

étant régie par les phénomènes d'évaporation , elle est améliorée lorsque l'épaisseur du film est faible .

Nous avons fixé donc un débit de 01 ml/mn aussi faible que nous le permet le récipient doseur pour toute la suite des expériences .

La pression de 05 mm de mercure a été fixée afin de comparer les résultats obtenus à ceux de la distillation fractionnée .

Ces travaux ont également porté sur l'influence de la température de chauffe et la vitesse d'agitation

Cette dernière ne semble pas avoir d'influence sur la vitesse de distillation et a été fixe à 200 tr/mn

4-3- RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les travaux antérieurs (6) ont défini une température optimale qui est de 58°C

Nous avons choisis des température se rapprochant de cette valeur et fixés à 35, 40, 45 et 50°C . Pour améliorer la séparation , nous avons opté pour une série de distillations successives ou à chaque fois on prélève 02 grammes de distillat et 02 grammes de résidu pour l'analyse CPG . Une certaine masse du résidu (R1) obtenue par la distillation à 35°C sera redistillée à 40°C . De même le résidu (R2) aussi obtenu sera distillé à 45°C donnant le résidu (R3) .

Les résultats de la distillation sont regroupés dans le tableau (10) et l'analyse des fractions par CPG et GC/MS dans les tableaux (9 à 13) et illustrés par les chromatogrammes en annexes .

TABLEAU (10)

Masse de l'huile brute = 76,095 grammes

NATURE DE LA FRACTION	PRESSION (mmHg)	T° DU BAIN (°C)	QUANTITE (gr)	ASPECT	PERTE (%)	REND (%)
D1 R1	5	35	15,3882 30,6717	INCOL JAUNE ORANGE	39,47	40,31
D2 R2	5	40	9,0169 10,0874	INCOL ORANGE PALE	33,55	13,25
D3 R3	5	45	- 5,076	- LIQUID VISQUE DE COUL ORANGE	36,98	6,67

Les rendements sont calculés par rapport à l'huile brute

$$\text{Rendement} = \frac{\text{Masse de (Ri)}}{\text{Masse de l'huile brute}} \cdot 100 = 1,3$$

Nous remarquons qu'à la température de 45°C nous n'avons pas récupéré de distillat (D3). Compte tenu des pertes provoquées par l'effet de la pompe et l'aspect de l'huile devenue visqueuse, il nous est apparu évident que tous les composés monoterpéniques ont été distillés à cette température de 45°C ; Ceci ajouté à la crainte de voir l'huile se dégrader, nous a décidé à ne pas continuer l'expérience à 50°C.

Les résultats succincts de la CPG sont regroupés dans le tableau (11) illustrant la variation des pourcentages relatifs en terpènes, en composés oxygénés et en limonène dans les différentes fractions.

TABEAU (11)

TEMPERATURE (°C)	35	40	45
% EN LIMONENE DANS LE DISTILLAT	97,432	97,529	-
% EN LIMONENE DANS LE RESIDU	95,507	82,416	25,193
% EN TERPENES DANS LE DISTILLAT	98,937	98,438	-
% EN TERPENES DANS LE RESIDU	97,159	83,355	25,706
% EN COMPOSES OXYGENES DANS LE DISTILLAT	0,381	0,896	-
% EN COMPOSES OXYGENES DANS LE RESIDU	1,032	5,793	9,165

Le choix d'une distillation en série s'est avérée bénéfique puisque nous constatons une amélioration du % en composés oxygénés pour la troisième distillation (R3), de même le pourcentage en terpènes est abaissé à 25,706 % pour un rendement final de 6,67 %.

La bibliographie (8) donne un rendement d'environ 02% pour la même déterpénation sans préciser le procédé.

Des travaux récents (19) pour la déterpénation par extraction par solvant ont permis d'abaisser en pourcentage de limonène de 96,08% à 79,91% et une augmentation du pourcentage en composés oxygénés de 0,87% à 02,78% pour une huile 20 fois concentrée.

Il serait utile de préciser que l'extraction par solvant nécessite

une distillation de la phase alcoolique afin d'évaporer l'alcool .
 L'analyse d'un échantillon commercialisé déterpéné indique un pourcentage en limonène de 94,61% et en terpènes de 96,75% et de densité 0,8940 .

Le tableau (12) ci-dessous donne les pourcentages en limonènes , en terpènes , en composés oxygénés pour l'huile brute , l'huile obtenue par fractionnement et par la technique de la couche mince et l'échantillon commercial déterpéné , ainsi que leur rendement

TABLEAU (12)

	HUILE BRUTE	HUILE OBTENUE PAR FRACTIO	HUILE OBTENUE PAR COUCHE MINCE	ECHANTI COMMERC DETERPE
% EN LIMONENE	95,44	76,854	25,193	94,61
% EN TERPENES	98,402	77,517	25,706	96,75
% EN COMPOSES OXYGENES	0,472	5,962	9,165	
RENDEMENT	--	12,91	6,67	

Les résultats visant à obtenir des fractions enrichies en composés oxygénés ont permis de comparer la méthode classique de déterpénation à savoir la distillation fractionnée et la méthode proposée au cours de notre travail à savoir la technique de la couche mince .

CONCLUSION

Les deux échantillons les plus représentatifs présentent les caractéristiques suivantes

TABLEAU (13)

	HUILE OBTENUE PAR FRACTIONNEMENT	HUILE OBTENUE PAR LA TECHNIQUE DE LA COUCHE MINCE
% EN LIMONENE	76,854	25,193
% EN TERPENES	77,854	25,706
% EN COMPOSES OXYGENES	5,962	9,165
DENSITE	0,8733	0,8810
INDICE DE REFRACTION	1,4900	1,4900

Outre l'amélioration du pourcentage en composés oxygénés , ces échantillons présentent des caractéristiques physico-chimiques qui restent dans les limites imposées par les normes et donc commercialisables .

CONCLUSION

Le marché florissant des huiles essentielles propose une multitude de produits de qualité variable selon l'utilisation ultérieure .

Ces mélanges plus ou moins complexes trouvent de nombreuses applications dans diverses préparations aussi bien pharmaceutique cosmétique , qu'alimentaire et donc nécessitent une bonne stabilité au stockage et une bonne conservation .

Les différentes réactions de dégradation dont ils peuvent être le siège sont dues en grande partie aux insaturations des composés terpéniques .

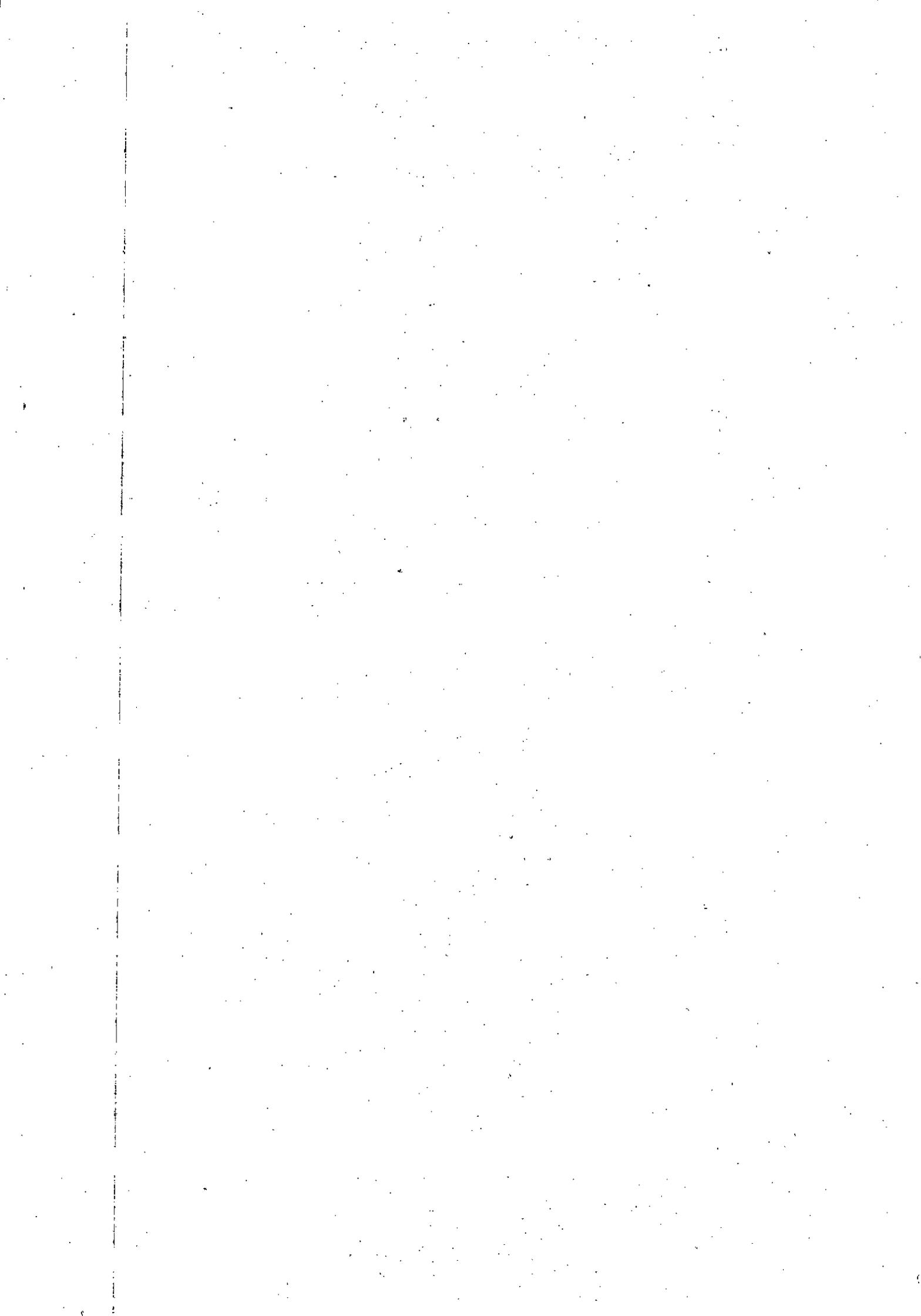
L'utilité de la déterpénation d'une huile essentielle s'impose donc , afin de conserver la qualité de l'arome et d'éviter l'apparition de composés secondaires qui peuvent être toxiques et altèrent l'odeur .

Les procédés classiques de déterpénation cités par la bibliographie semblent être la distillation fractionnée et l'extraction par solvant , même si les procédés industriels restent secrets .

Le but recherché étant l'amélioration de la qualité de l'arome et donc du pourcentage en composés oxygénés ; Il s'agit de choisir une technique qui transforme le moins possible la composition de l'huile essentielle .

La technique de la couche mince présente l'avantage d'offrir un rapport S/V important et donc permet de limiter les temps de distillation et donc les temps de séjour dans l'appareillage .

Par comparaison avec la distillation fractionnée ou les produits



sont dans le bouilleur au contact de la chaleur tout le long de la distillation.

Les résultats obtenus dans notre étude sont résumés dans le tableau N°13 et prouvent l'intérêt certain pour la technique de la couche mince. Les fractions ainsi obtenues ayant été enrichies jusqu'à 9,165% en composés oxygénés par rapport à un taux initial de 0,472%.

TABLEAU (13)

	HUILE OBTENUE PAR FRACTIONNEMENT	HUILE OBTENUE PAR LA TECHNIQUE DE LA COUCHE MINCE
% EN LIMONENE	76,854	25,193
% EN TERPENES	77,854	25,706
% EN COMPOSES OXYGENES	5,962	9,165
DENSITE	0,8733	0,8810
INDICE DE REFRACTION	1,49	1,49

Il semblerait donc que ce procédé peut faire l'objet de travaux intéressants afin d'en développer l'utilisation dans le domaine de la distillation des substances aromatiques.

BIBLIOGRAPHIE

- 1-T. BERNARD, INFORMATION CHIMIE, N°298 OCT, 1988
- 2-N. AMIOUD, PROJET DE FIN D'ETUDE, INIA, 1994/1995
- 3-N. KERRI, PROJET DE FIN D'ETUDE, ENP, JUIN 1990
- 4-F. CARRE, PRECIS DE TECHNOLOGIE ET DE CHIMIE INDUSTRIELLE
TOME 3, PARIS: LIBRAIRIE J.B. BAILLIERE ET FILS, 1933
- 5-P. ARNAUD, COURS DE CHIMIE ORGANIQUE , 2° EDITION
PARIS: GAUTHIERVILLARS, 1985
- 6-ADLI, PROJET DE FIN D'ETUDE , ENP , JUIN 1994
- 7-H. TATUS, INDUSTRIE MODERNE DES PARFUMS , EDITION PARIS
J.B. BAILLIERE ET FILS, 1932
- 8-SWITZ, CITRUS AU MAROC, EDITION MAC GRAW HILL, 1979
- 9-A. DENOËL, MATIERE MEDICALE VEGETALE, EDITION MAC GRAW HILL, 1980
- 10-J.F. KEFFORD, THE CHEMICAL CONSTITUANTS OF CITRUS FRUITS ,
EDITION ACADEMIC PRESS NEW YORK AND LONDON, 1970
- 11-E. GUENTHER, THE ESSENTIAL OILS, TOME 3, EDITION ROBERT E KRIEGER,
1975
- 12-E. GUENTHER, THE ESSENTIAL OILS, TOME 1, EDITION ROBERT E KRIEGER,
1972
- 13-PERRY, CHIMICAL ENGINEER'S HANDBOOK, 5° EDITION MAC GRAW HILL,
- 14-BERG, PHYSICAL AND CHEMICAL METHODS, EDITION MAC GRAW HILL
NEW YORK , 1963
- 15-R. LEENAERTS, TECHNIQUE INDUSTRIELLE DE LA COUCHE MINCE, TECHNIQUE
DE L'INGENIEUR J2360
- 16-R. LEENAERTS, TECHNIQUE INDUSTRIELLE DE LA COUCHE MINCE, TECHNIQUE
DE L'INGENIEUR J2361

17-M. CHAVANNE, CHIMIE ORGANIQUE EXPERIMENTALE, JUIN 1986, EDITION
MODULO

18-A. A. SWIGAR, MONOTERPENES, ALDRICH CHEMICAL COMPANY , 1981

19-J. OWUSU-YAW, 1180 JOURNAL OF FOOD, SCIENCE -VOLUME 51, N°5, 1986

20-GADUER, MAGISTER EN COURS DE FINALISATION, ENP

ANNEXES

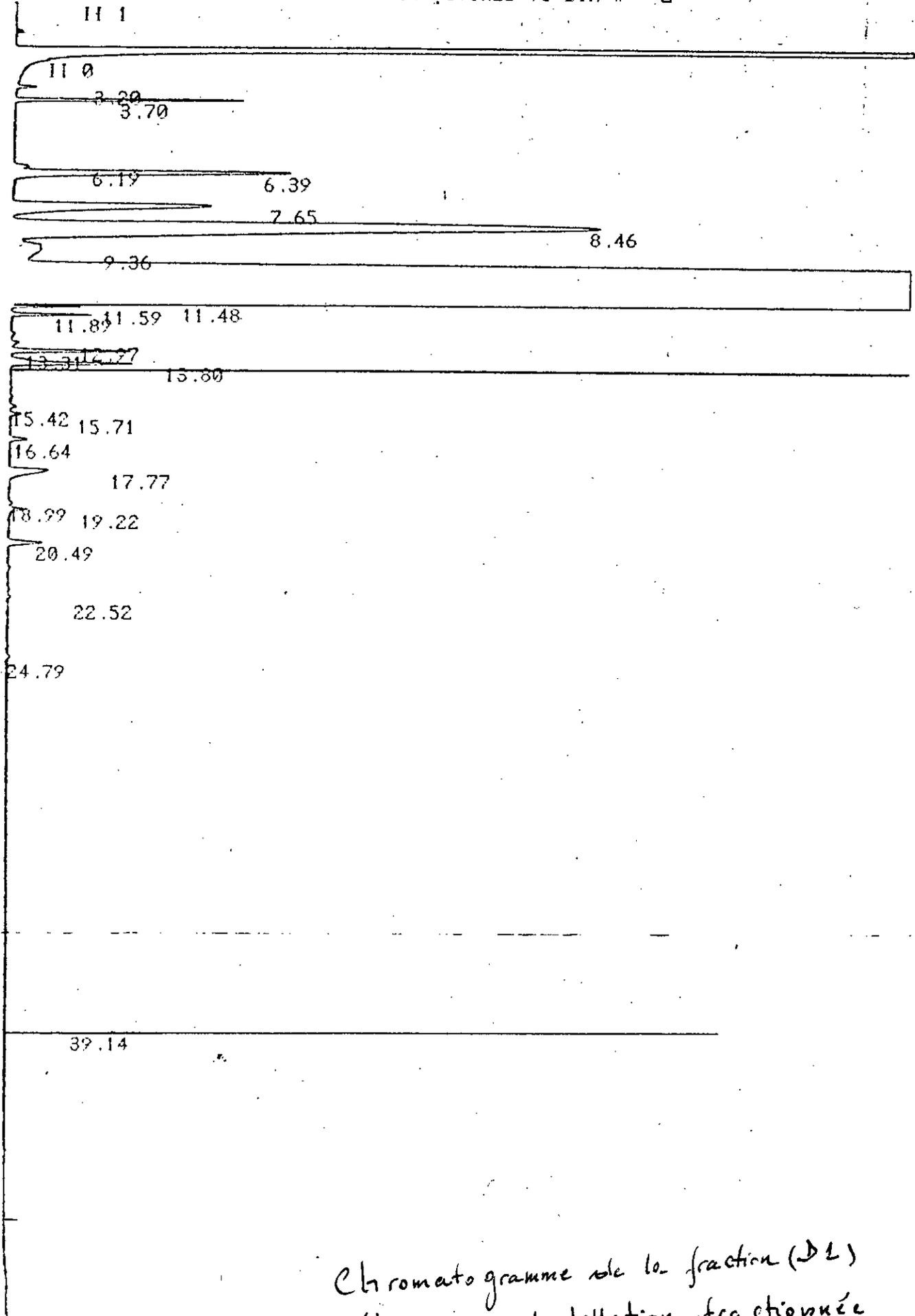
EXPERIENCE -1-

DISTILLAT -1-

Tableau [1] : Composition de la fraction distillat (D1) obtenue par distillation fractionnée et analysée par C.P.C.

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene	6,39	0,366
2	myrcene	7,65	0,428
3	β pinene	8,46	2,044
4	d limonene	11,48	96,381
5	γ terpinene	11,59	0,03
6	terpinolene	11,89	0,048
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal	9,36	0,139
8	linalool	13,31	0,098
9	citral	16,64	0,016
10	α terpineol		
11	decanal	20,49	0,037
12	carveol		
13	carvone	22,52	0,002
14	geranial	24,79	0,003
15	2,4 decadienal (E,E)		
16	tetradecanal		
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		

CHANNEL A INJECT 08/05/95 10:34:34 STORED TO BIN # 2



Chromatogram de la fraction (DL)
obtenue par distillation fractionnée
et analysé par C.P.G.

FILE	METHOD	RUN	INDEX	BIN
1.	0.	2	2	2
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.011	3.2	350	01
2	0.127	3.7	3888	01
3	0.015	6.19	458	02
4	0.366	6.39	11206	03
5	0.428	7.65	13119	02
6	2.044	8.46	62591	02
7	0.139	9.36	4265	02
8	96.381	11.48	2951700	02
9	0.03	11.59	927	03
10	0.048	11.89	1484	01
11	0.011	12.97	339	02
12	0.098	13.31	3008	03
13	0.118	13.8	3599	01
14	0.005	15.42	148	02
15	0.008	15.71	245	03
16	0.016	16.64	480	01
17	0.071	17.77	2179	01
18	0.003	18.99	91	02
19	0.013	19.22	407	03
20	0.037	20.49	1140	01
21	0.002	22.52	63	01
22	0.003	24.79	89	01
23	0.025	39.14	756	01

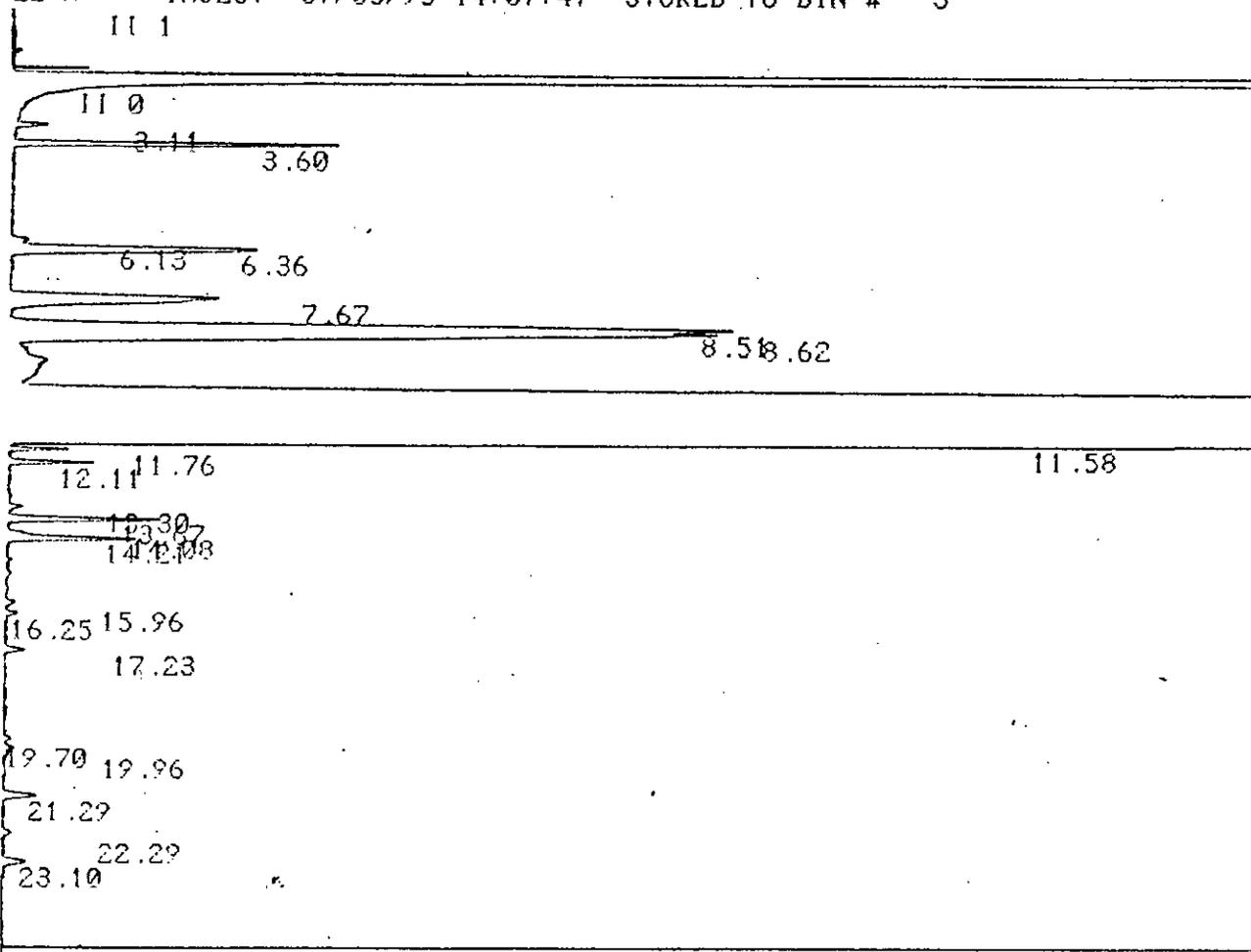
TOTAL 100. 3062532

tableau (2) : Composition de la fraction (D2) obtenue par distillation fractionnée et analysée par c.p.g.

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene	6,36	0,305
2	myrcene	7,67	0,378
3	β pinene	8,51	0,965
4	d limonene	11,58	96,736
5	γ terpinene	11,76	0,028
6	terpinolene	12,11	0,051
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal		
8	linalool	13,67	0,12
9	citral	16,25	0,006
10	α terpineol		
11	decanal		
12	carveol		
13	carvone		
14	geranial		
15	2,4 decadienal (E,E)		
16	tetradecanal		
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		

ESSAI 4 FR 2

CHANNEL A INJECT 07/05/95 14:07:47 STORED TO BIN # 3



Chromatogramme de la fraction 32 obtenu
par distillation fractionnée et analysé par C.P.G.

DATA SAVED TO BIN # 3

07/05/95 14:07:47

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3 BIN 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.021	3.11	502 01
2	0.209	3.6	4931 01
3	0.015	6.13	354 02
4	0.305	6.36	7192 03
5	0.378	7.67	8905 01
6	0.965	8.51	22731 02
7	0.944	8.62	22236 03
8	96.736	11.58	2278849 01
9	0.028	11.76	668 01
10	0.051	12.11	1197 01
11	0.009	13.3	222 01
12	0.12	13.67	2825 01
13	0.009	14.08	212 02
14	0.11	14.21	2580 03
15	0.007	15.96	154 01
16	0.006	16.25	152 01
17	0.014	17.23	341 01
18	0.006	19.7	134 02
19	0.007	19.96	169 03
20	0.031	21.29	722 01
21	0.008	22.29	186 01
22	0.021	23.1	488 01

TOTAL 100.

2355750

EXPERIENCE -1-

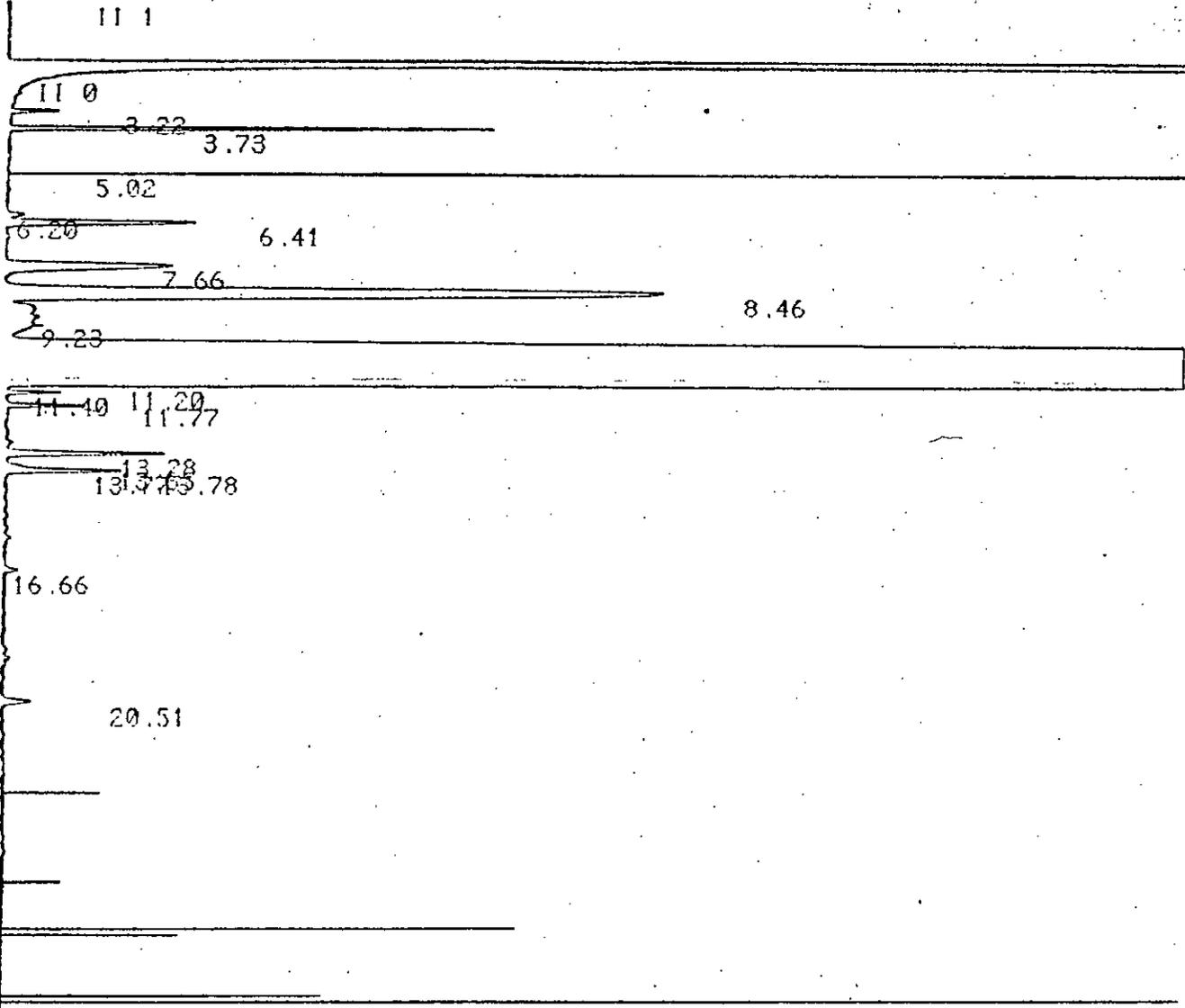
DISTILLAT -3-

tableau (3) : Composition de la fraction (A3) obtenue par distillation fractionnée et analysée par C.P.C.

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene	6,41	0,237
2	myrcene	7,66	0,322
3	β pinene	8,46	1,904
4	δ limonene	11,2	96,491
5	γ terpinene	11,4	0,034
6	terpinolene	11,77	0,058
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal	9,23	
8	linalool	13,65	0,008
9	citral	16,66	0,01
10	α terpineol		
11	decanal	20,51	0,03
12	carveol		
13	carvone		
14	geranial		
15	2,4 decadienal (E,E)		
16	tetradecanal		
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		

SAI FR3

CHANNEL A INJECT 07/05/95 15:12:15 STORED TO BIN # 4



Chromatogramme de la fraction D3 obtenue par distillation fractionnée et analysé par C.P.G.

07/05/95 15:12:15

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4 BIN 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.032	3.22	626	01
2	0.303	3.73	5875	01
3	0.051	5.02	984	01
4	0.016	6.2	310	02
5	0.237	6.41	4593	03
6	0.322	7.66	6242	01
7	1.904	8.46	36878	02
8	0.228	9.23	4411	02
9	96.491	11.2	1868863	03
10	0.034	11.4	658	01
11	0.058	11.77	1124	01
12	0.156	13.28	3015	01
13	0.008	13.65	164	02
14	0.072	13.77	1394	02
15	0.048	13.78	925	03
16	0.01	16.66	194	01

17 0.03 20.51 573 01

TOTAL 100. 1936829

RESIDU

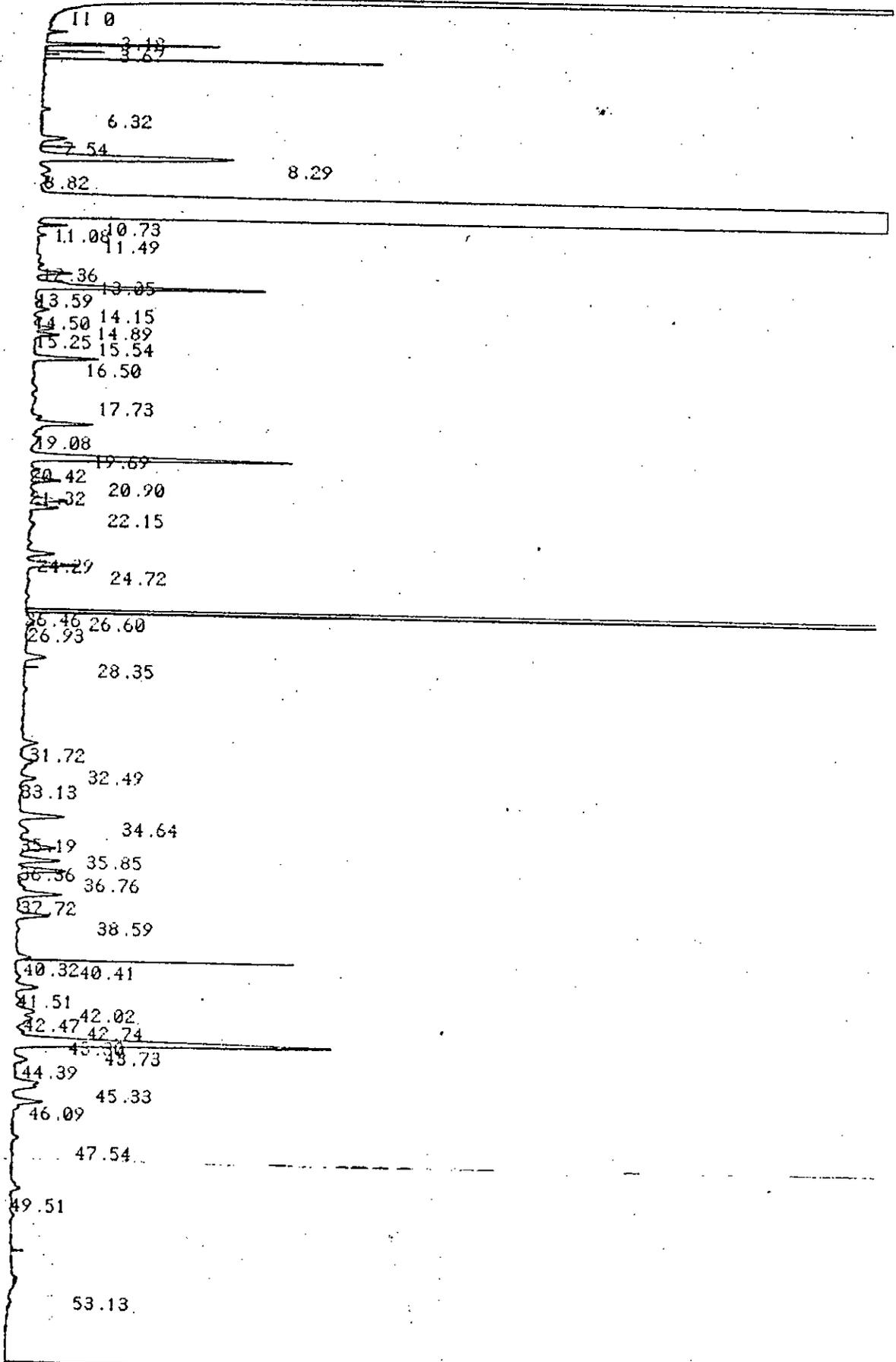
tableau (4): Composition de la fraction résidu obtenue par distillation fractionnée et analysée par C.P.G.

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene	6,32	0,014
2	myrcene	7,54	0,079
3	β pinene	8,29	0,893
4	d limonene	10,73	91,05
5	γ terpinene	11,08	0,051
6	terpinolene	11,49	0,011
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal	0,82	0,108
8	linalool	13,57	0,724
9	citral	16,50	0,18
10	α terpineol	19,08	0,288
11	decanal	20,42	0,986
12	carveol	21,32	0,111
13	carvone	22,15	0,296
14	geranial	24,29	0,090
15	2,4 decadienal (E,E)	28,35	0,074
16	tetradecanal	36,36	0,16
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl	49,51	0,041

NO DATA, CHANNEL A

ECHANT HUILE ESSAI 1/2 C.F

CHANNEL A INJECT 07/05/95 10:05:44 STORED TO BIN # 2



DATA SAVED TO BIN # 2

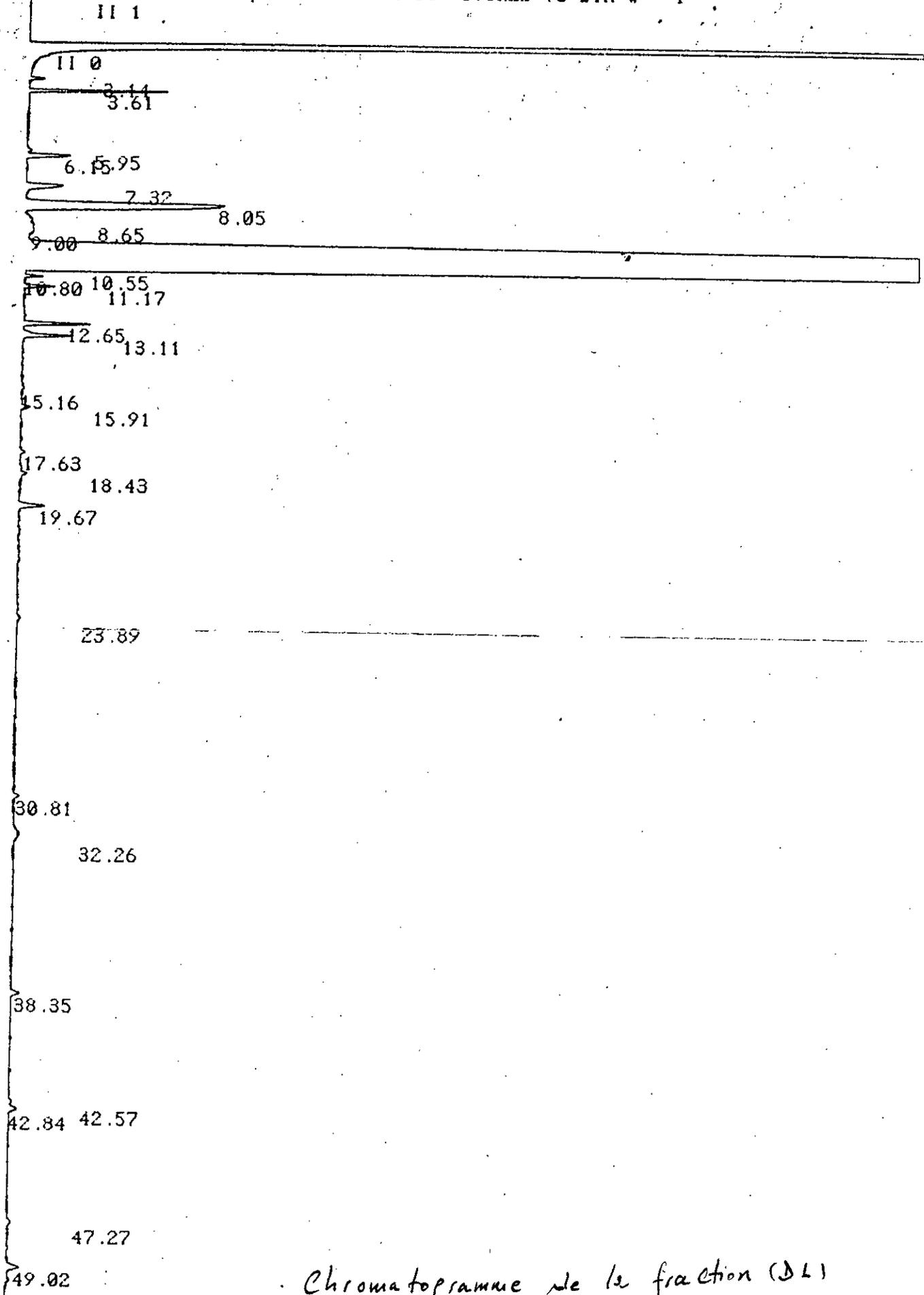
Chromatogramme de la fraction résidu
obtenue par distillation fractionnée et
analysé par C.P.G.

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.029	3.18	329	01
2	0.239	3.67	2674	01
3	0.014	6.32	158	01
4	0.079	7.54	881	01
5	0.893	8.29	9986	01
6	0.108	8.82	1212	02
7	91.05	10.73	1018509	03
8	0.051	11.08	572	01
9	0.011	11.49	124	01
10	0.04	12.36	442	02
11	0.099	13.05	1107	02
12	0.724	13.59	8099	03
13	0.013	14.15	151	02
14	0.045	14.5	507	02
15	0.019	14.89	215	02
16	0.07	15.25	781	02
17	0.07	15.54	782	03
18	0.18	16.5	2010	01
19	0.039	17.73	436	02
20	0.288	19.08	3227	02
21	0.056	19.69	626	02
22	0.986	20.42	11034	02
23	0.03	20.9	334	02
24	0.111	21.32	1242	02
25	0.296	22.15	3313	03
26	0.09	24.29	1011	02
27	0.177	24.72	1982	03
28	0.143	26.46	1604	01
29	0.146	26.6	1638	01
30	0.03	26.93	335	01
31	0.074	28.35	833	01
32	0.062	31.72	691	01
33	0.066	32.49	734	02
34	0.057	33.13	636	03
35	0.169	34.64	1890	01
36	0.046	35.19	520	02
37	0.219	35.85	2455	02
38	0.16	36.36	1791	02
39	0.18	36.76	2019	03
40	0.193	37.72	2159	01
41	0.126	38.59	1413	01
42	0.035	40.32	396	02
43	0.045	40.41	502	03
44	0.087	41.51	968	01
45	0.023	42.02	259	02
46	0.107	42.47	1196	02
47	0.109	42.74	1219	02
48	0.035	43.3	393	02
49	1.653	43.73	18487	03
50	0.05	44.39	555	01
51	0.179	45.33	2001	01
52	0.097	46.09	1083	01
53	0.023	47.54	259	01
54	0.041	49.51	454	01
55	0.035	53.13	389	01

TOTAL 100. 1118623

+ tableau (5):

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene	6,15	0,169
2	myrcene	7,32	0,204
3	β pinene	8,05	1,641
4	d limonene	10,55	96,559
5	γ terpinene	10,80	0,039
6	terpinolene	11,17	0,078
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal	9,0	0,07
8	linalool	13,11	0,176
9	citral		
10	α terpineol		
11	decanal		
12	carveol		
13	carvone		
14	geranial	23,89	0,011
15	2,4 decadienal (E,E)		
16	tetradecanal		
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl	49,02	0,065



Chromatogramme de la fraction (DL)
obtenue par distillation fractionnée et analysée
par C.P.G.

FILE 1. METHOD 0. RUN 1 INDEX 1 BIN 1

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.038	3.14	573	01
2	0.314	3.61	4795	01
3	0.011	5.95	170	02
4	0.169	6.15	2583	03
5	0.204	7.32	3117	01
6	1.641	8.05	25041	01
7	0.044	8.65	675	02
8	0.07	9.	1068	03
9	96.559	10.55	1473425	02
10	0.039	10.8	598	03
11	0.078	11.17	1188	01
12	0.211	12.65	3219	01
13	0.176	13.11	2681	01
14	0.008	15.16	125	01
15	0.025	15.91	385	01
16	0.012	17.63	178	01
17	0.019	18.43	284	01
18	0.106	19.67	1613	01
19	0.011	23.89	163	01
20	0.022	30.81	329	01
21	0.062	32.26	953	01
22	0.039	38.35	600	01
23	0.017	42.57	256	02
24	0.043	42.84	654	03
25	0.018	47.27	270	01
26	0.065	49.02	997	01

TOTAL

100.

1525940

EXPERIENCE -2-

DISTILLAT -2-

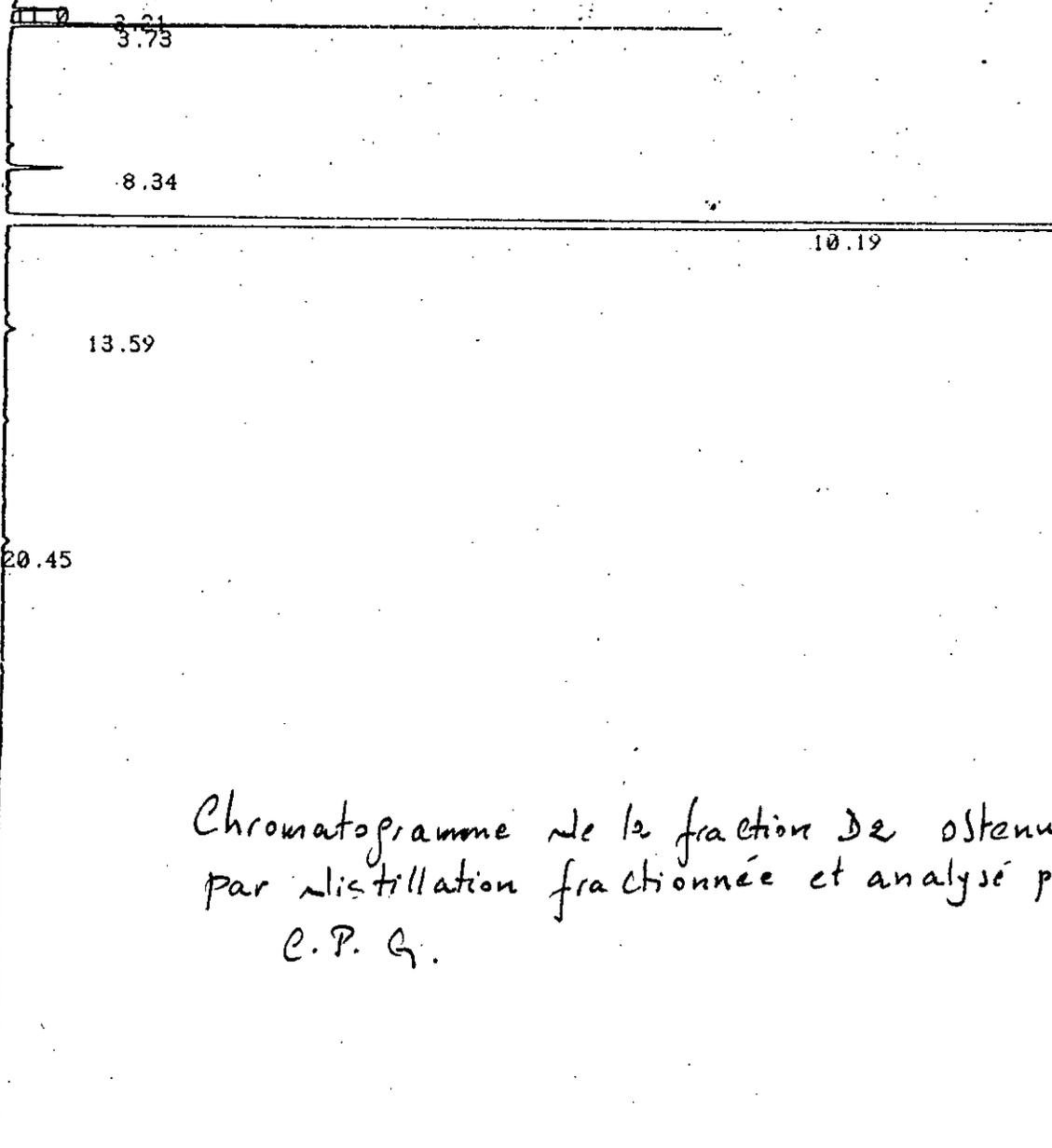
tableau (6):

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene		
2	myrcene		
3	β pinene	8,34	0,943
4	d limonene	10,19	90,717
5	γ terpinene		
6	terpinolene		
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal		
8	linalool	13,59	0,149
9	citral		
10	α terpineol		
11	decanal	20,45	0,173
12	carveol		
13	carvone		
14	geranial		
15	2,4 decadienal (E,E)		
16	tetradecanal		
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		

ESSA 1: 2 : FR: 2

CHANNEL A INJECT 06/05/95 15:38:24 STORED TO BIN # 5

M 1



Chromatogramme de la fraction de obtenu
par distillation fractionnée et analysé par
C.P. G.

DATA SAVED TO BIN # 5

06/05/95 15:38:24 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 5 INDEX 5 BIN 5

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.635	3.21	672 01
2	7.382	3.73	7809 01
3	0.943	8.34	998 01
4	90.717	10.19	95967 01
5	0.149	13.59	158 01
6	0.173	20.45	183 01

TOTAL 100. 105787

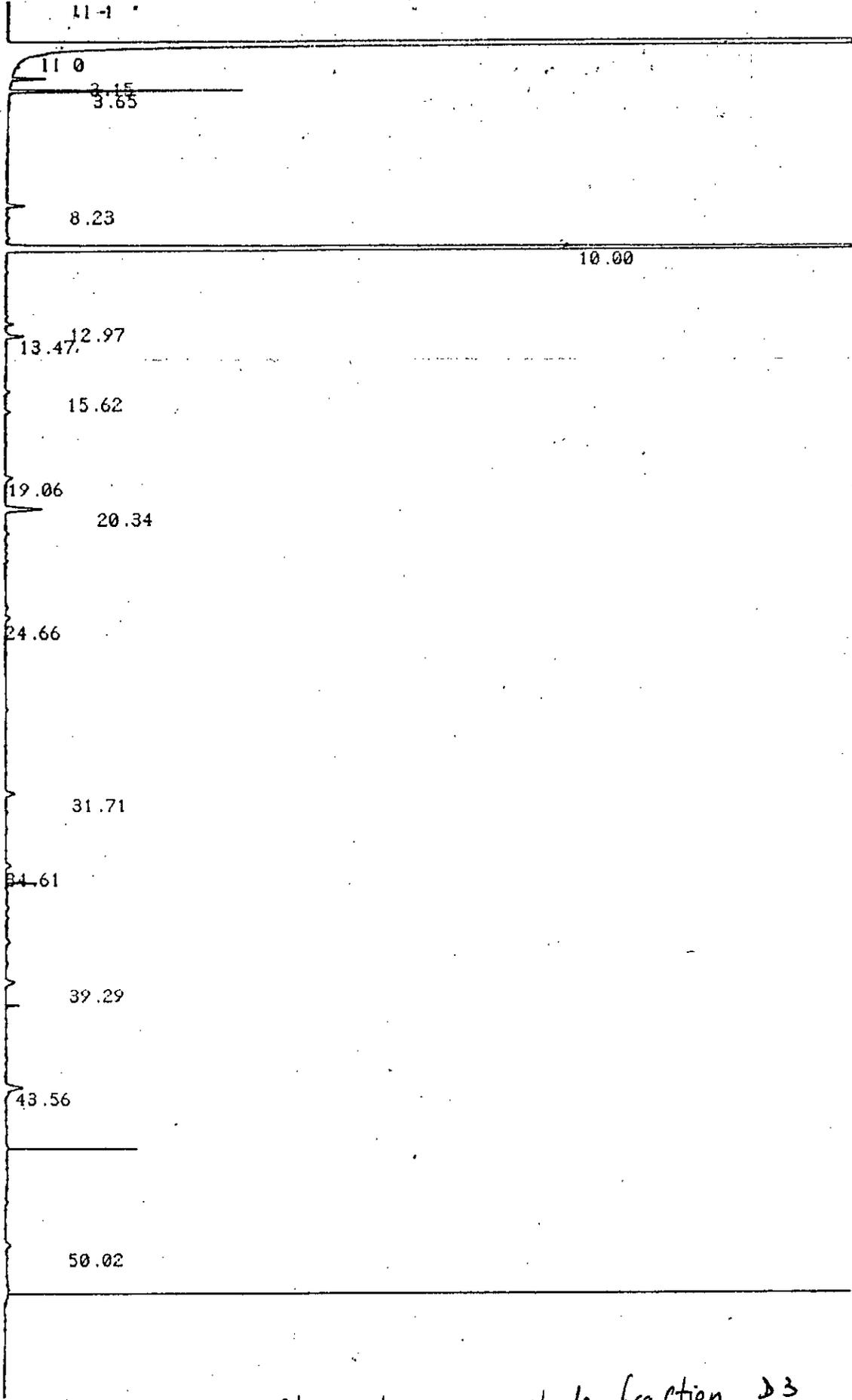
UNDETECTED CHROMATOGRAMS WILL BE REPLACED

EXPERIENCE -2-

DISTILLAT -3-

tableau (7):

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene		
2	myrcene		
3	β pinene	8,23	0,601
4	d limonene	10,0	85,267
5	γ terpinene		
6	terpinolene		
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal		
8	linalool	13,47	0,699
9	citral		
10	α terpineol	19,06	0,384
11	decanal	20,34	2,147
12	carveol		
13	carvone		
14	geranial	24,66	0,254
15	2,4 decadienal (E,E)		
16	tetradecanal		
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		



DATA SAVED TO BIN # 2

*Chromatogramme de la fraction D3
obtenue par distillation fractionnée
et analysé par C.P.G.*

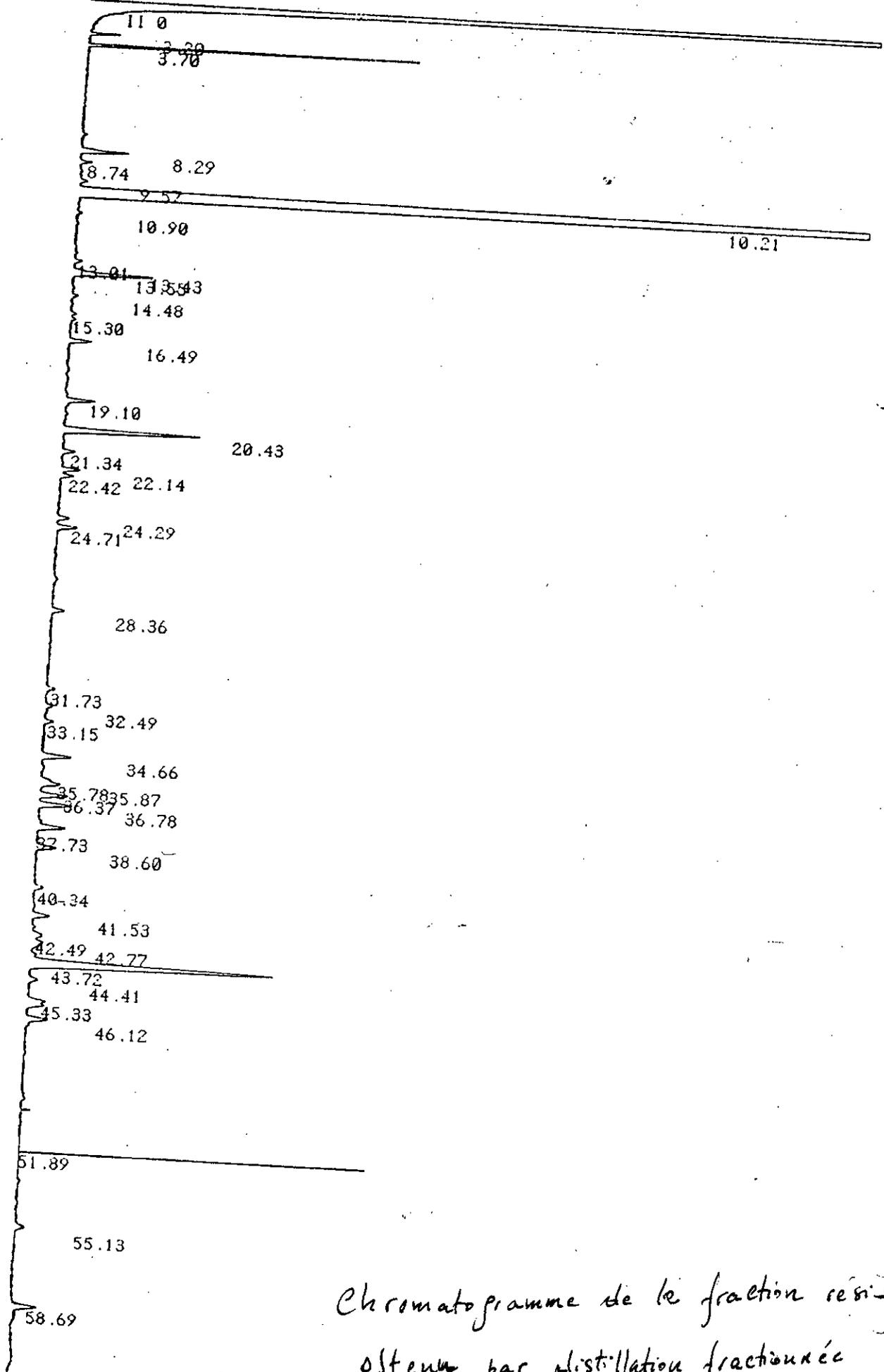
FILE	1	METHOD	0	RUN	2	INDEX	2	BIN	2
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC					
1	1.025	3.15	605	01					
2	6.022	3.65	3556	01					
3	0.691	8.23	408	01					
4	85.267	10.	50353	01					
5	0.33	12.97	195	01					
6	0.699	13.47	413	01					
7	0.237	15.62	140	01					
8	0.384	19.06	227	01					
9	2.147	20.34	1268	01					
10	0.254	24.66	150	01					
11	0.537	31.71	317	01					
12	0.301	34.61	178	01					
13	0.598	39.29	353	01					
14	1.146	43.56	677	01					
15	0.361	50.02	213	01					
TOTAL	100.		59053						

RESIDU

tableau (8):

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene		
2	myrcene		
3	β pinene	8,29	0,663
4	d limonene	10,21	76,854
5	γ terpinene		
6	terpinolene		
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal	8,74	0,115
8	linalool	13,55	1,155
9	citral	16,49	0,309
10	α terpineol	19,1	0,449
11	decanal	20,43	2,488
12	carveol	21,34	0,199
13	carvone	22,14	0,328
14	geranial	24,29	0,167
15	2,4 decadienal (E,E)	28,36	0,212
16	tetradecanal	36,37	0,54
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		

FR 4 *Residu.*
CHANNEL A INJECT 06/05/95 13:29:07 STORED TO BIN # 3
11 1



*Chromatogramme de la fraction résidu
obtenue par distillation fractionnée
et analysé par C.P.G.*

06/05/95 13:29:07

CH= "A" PS= 1.

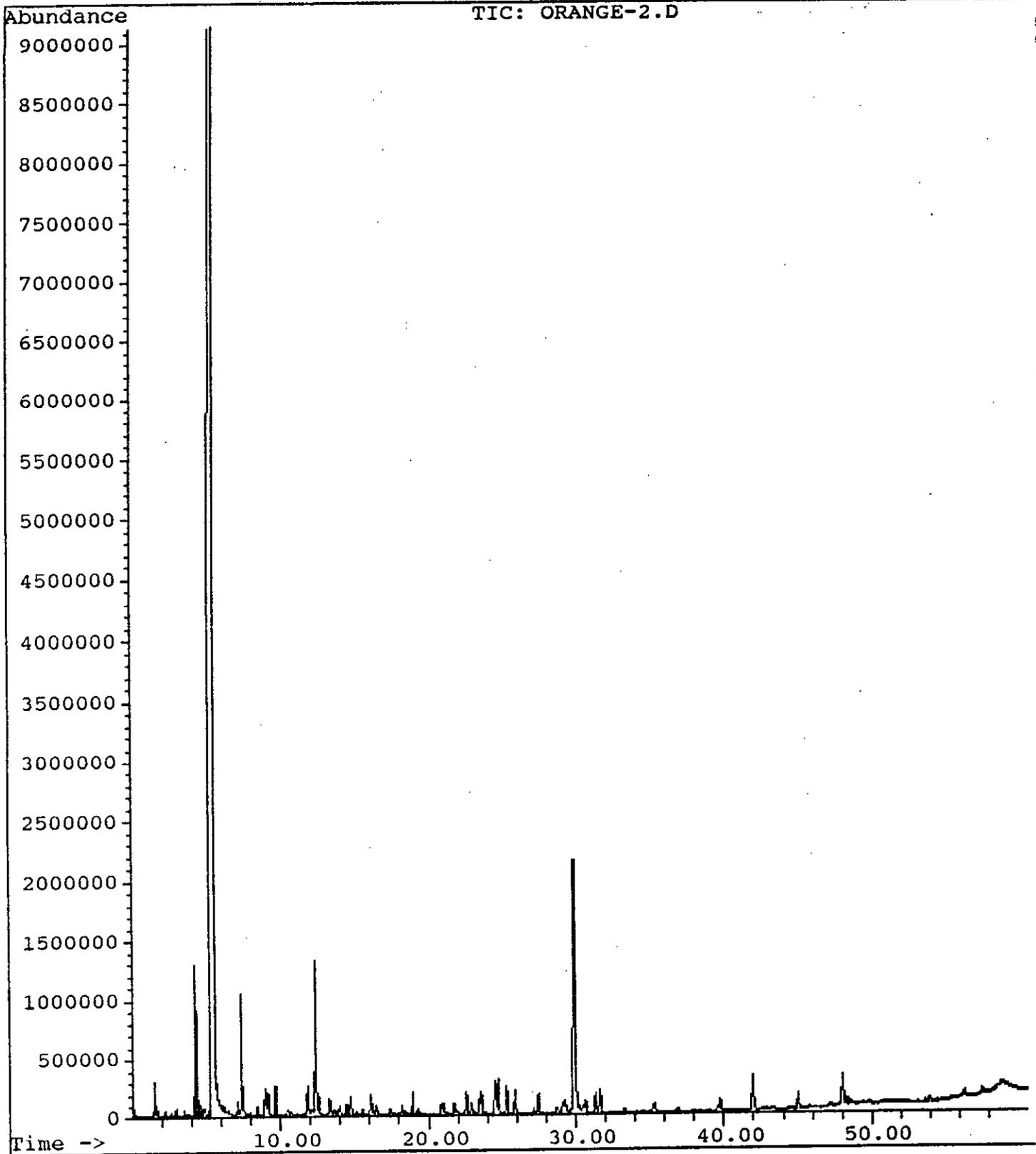
FILE	METHOD	RUN	INDEX	BIN
1.	0.	3	3	3
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.229	3.2	494	01
2	2.155	3.7	4646	01
3	0.663	8.29	1429	01
4	0.115	8.74	248	01
5	0.095	9.57	205	01
6	76.854	10.21	165695	01
7	0.042	10.9	90	01
8	0.072	13.01	155	01
9	0.089	13.43	191	02
10	1.155	13.55	2490	03
11	0.067	14.48	144	01
12	0.162	15.3	349	01
13	0.309	16.49	667	01
14	0.449	19.1	967	01
15	2.488	20.43	5363	01
16	0.199	21.34	428	01
17	0.328	22.14	707	02
18	0.202	22.42	436	03
19	0.167	24.29	360	01
20	0.344	24.71	741	01
21	0.212	28.36	457	01
22	0.146	31.73	314	01
23	0.089	32.49	192	01
24	0.146	33.15	314	01
25	0.586	34.66	1263	01
26	0.17	35.78	367	02
27	0.396	35.87	854	03
28	0.54	36.37	1164	01
29	0.628	36.78	1354	01
30	0.649	37.73	1400	01
31	0.339	38.6	730	01
32	0.153	40.34	329	01
33	0.322	41.53	695	01
34	0.288	42.49	621	02
35	0.38	42.77	820	02
36	6.646	43.72	14328	03
37	0.169	44.41	365	01
38	0.636	45.33	1371	01
39	0.405	46.12	873	01
40	0.193	51.89	417	01
41	0.209	55.13	451	01
42	0.516	58.69	1112	01

TOTAL

100.

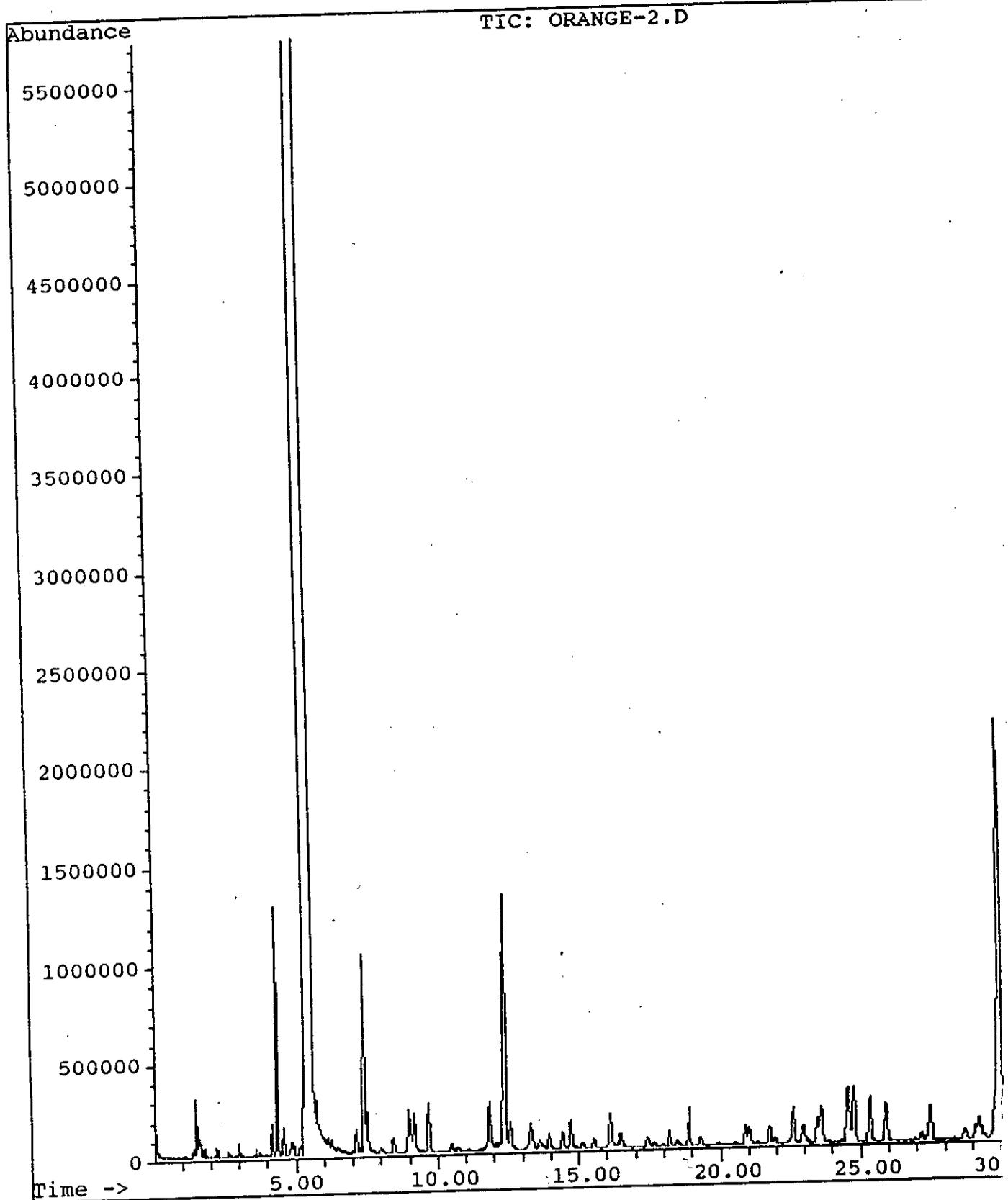
215596

File: D:\CHEMPC\DATA\ORANGE-2.D
Operator:
Date Acquired: 3 Jun 95 12:59 pm
Method File Name: DEFAULT.M
Sample Name: HUILE ESSENTIELLES
Misc Info: (Distillation fractionnée)
Bottle Number: 1



Chromatogramme de la fraction résidu (expérience 2)
obtenue par distillation fractionnée et analysée
par G.C/MS.

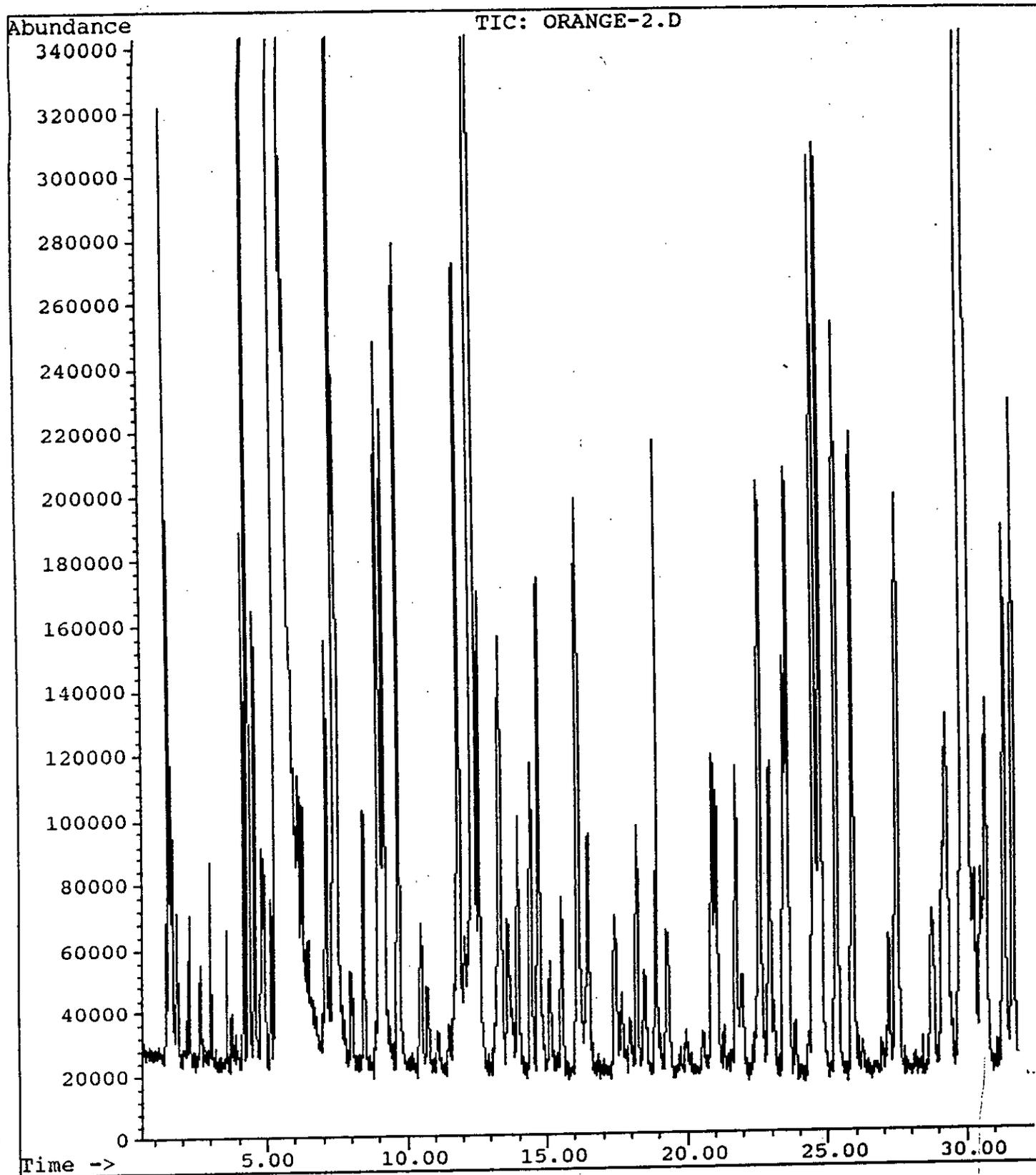
File: D:\CHEMPC\DATA\ORANGE-2.D
Opérateur:
Date Acquired: 3 Jun 95 12:59 pm
Method File Name: DEFAULT.M
Sample Name: HUILE ESSENTIELLES
Misc Info: (Distillation fractionnée)
Bottle Number: 1



Chromatogramme de la fraction résidu (expérience 2)
obtenue par distillation fractionnée et analysé par

GC/MS

File: D:\CHEMPC\DATA\ORANGE-2.D
Operator:
Date Acquired: 3 Jun 95 12:59 pm
Method File Name: DEFAULT.M
Sample Name: HUILE ESSENTIELLES
Misc Info: (Distillation fractionnée).
Bottle Number: 1



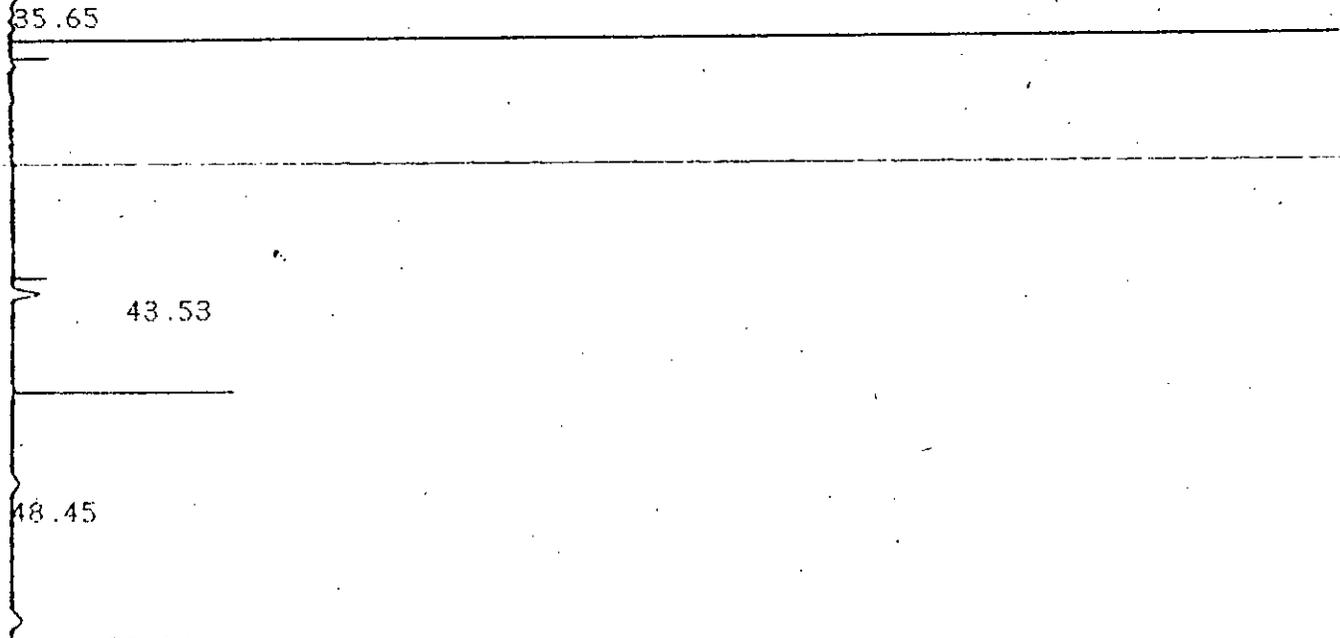
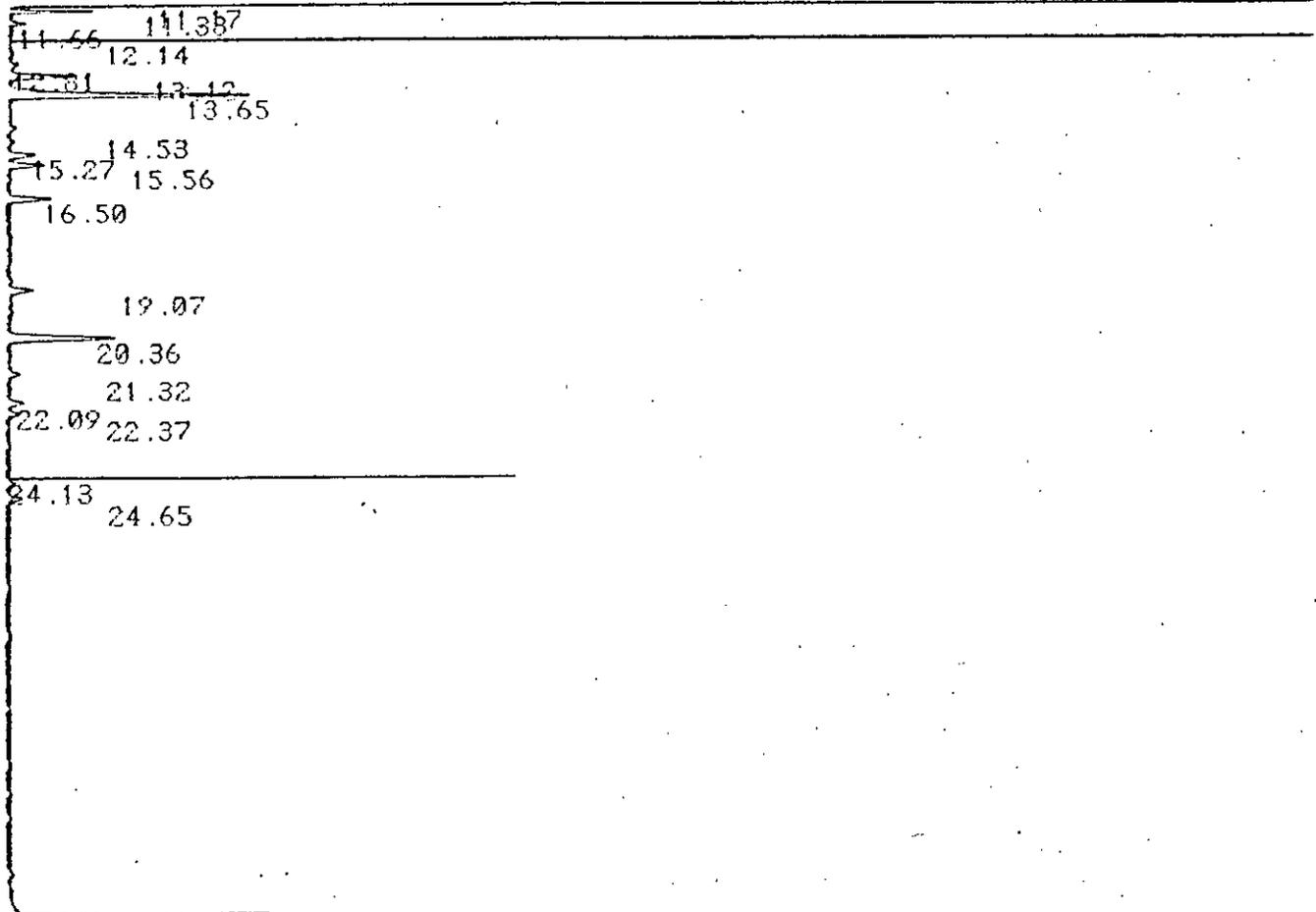
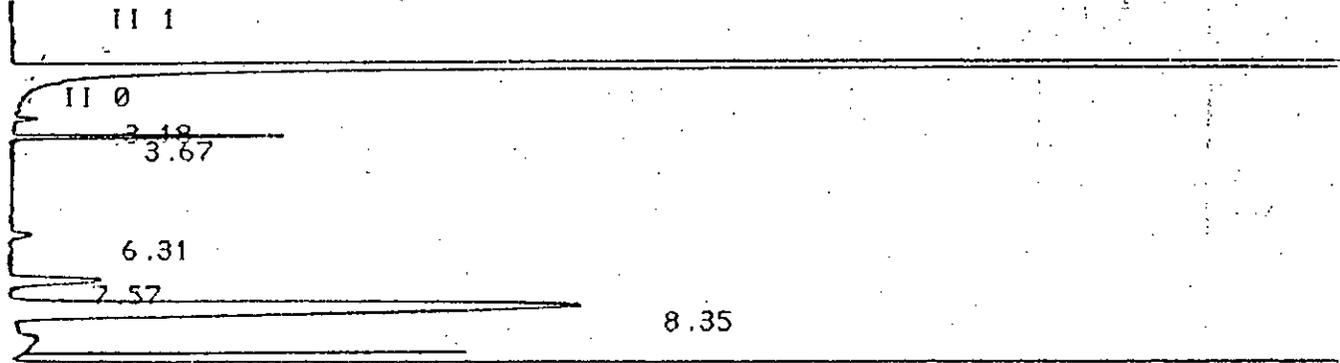
Chromatogramme de la fraction résidu (expérience)
obtenue par distillation fractionnée et analysé par
GC / 95

COUCHE MINCE

DISTILLAT -1-

+ tableau (9) :

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene	6,31	0,018
2	myrcene	7,57	0,134
3	β pinene	8,35	1,312
4	d limonene	11,17	97,432
5	γ terpinene	11,33	0,036
6	terpinolène	11,66	0,005
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal		
8	linalool	13,65	0,197
9	citral	16,50	0,033
10	α terpineol	17,07	0,018
11	decanal	20,36	0,10
12	carveol	21,32	0,008
13	carvone	22,09	0,01
14	geranial	24,13	0,015
15	2,4 decadienal (E,E)		
16	tetradecanal		
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		



FILE 1. METHOD 0. RUN 2 INDEX 2 BIN 2

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.01	3.18	253 01
2	0.124	3.67	3065 01
3	0.018	6.31	441 01
4	0.134	7.57	3303 01
5	1.312	8.35	32423 01
6	97.432	11.17	2407358 02
7	0.036	11.33	889 03
8	0.005	11.66	129 01
9	0.332	12.14	8205 01
10	0.003	12.81	82 01
11	0.045	13.12	1117 01
12	0.197	13.65	4871 01
13	0.006	14.53	137 01
14	0.021	15.27	515 01
15	0.026	15.56	633 01
16	0.033	16.5	821 01
17	0.018	19.07	450 01
18	0.1	20.36	2459 01
19	0.008	21.32	206 01
20	0.01	22.09	241 01
21	0.007	22.37	172 01
22	0.015	24.13	371 01
23	0.011	24.65	280 01
24	0.028	35.65	704 01

25	0.031	43.53	778 01
26	0.016	48.45	391 01
27	0.021	51.94	510 01

TOTAL 100. 2470804

D2

CHANNEL A INJECT 15/05/95 11:01:14 STORED TO BIN # 3
11 1

COUCHE MINCE

RESIDU -1-

tableau (10):

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene	6,35	0,055
2	myrcene	7,60	0,196
3	β pinene	8,37	1,357
4	d limonene	11,03	95,507
5	γ terpinene	11,27	0,037
6	terpinolene	11,65	0,007
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal		
8	linalool	13,72	0,348
9	citral	16,60	0,075
10	α terpineol	19,19	0,074
11	decanal	20,53	0,339
12	carveol	21,43	0,043
13	carvone	22,25	0,068
14	geranial	24,39	0,032
15	2,4 decadienal (E,E)	28,45	0,013
16	tetradecanal	36,43	0,052
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		

FR R1

CHANNEL A

INJECT 14/05/95 12:45:24 STORED TO BIN # 2

PI 1

0.0

3.67

6.35

7.60

8.37

11.65 11.27

11.03

13.17 12.83

13.72

14.61

15.65 15.38

16.60

18.93 19.19

19.77

20.53

20.98 21.43

22.25 22.51

24.39 24.81

27.11

28.47 28.45

31.84

32.58

33.24

34.73

35.95 35.87

36.84 36.43

37.80

38.70

40.42

41.60

42.58

43.77

44.47

45.41

46.17

FILE 1. METHOD 0. RUN 2 INDEX 2 BIN 2

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.018	3.16	510 01
2	0.171	3.67	2905 01
3	0.055	6.35	929 01
4	0.196	7.6	3319 01
5	1.357	8.37	23041 01
6	95.507	11.03	1621298 01
7	0.037	11.27	623 01
8	0.007	11.65	123 01
9	0.008	12.83	133 01
10	0.056	13.17	954 01
11	0.348	13.72	5901 01
12	0.019	14.61	317 01
13	0.04	15.38	686 02
14	0.041	15.65	698 03
15	0.075	16.6	1278 01
16	0.006	18.93	107 02
17	0.074	19.19	1251 03
18	0.008	19.77	135 01
19	0.339	20.53	5758 01
20	0.007	20.98	125 01
21	0.043	21.43	733 01
22	0.068	22.25	1149 02
23	0.035	22.51	593 03
24	0.032	24.39	546 01
25	0.063	24.81	1076 01
26	0.015	27.11	249 01
27	0.013	28.45	220 02
28	0.023	28.47	387 03
29	0.018	31.84	307 01
30	0.014	32.58	230 01
31	0.016	33.24	279 01
32	0.062	34.73	1052 01
33	0.032	35.87	538 02
34	0.058	35.95	987 03
35	0.052	36.43	885 01
36	0.051	36.84	866 01
37	0.078	37.8	1331 01
38	0.034	38.7	580 01
39	0.021	40.42	360 01
40	0.035	41.6	588 01
41	0.072	42.58	1218 02
42	0.666	43.77	11299 03
43	0.019	44.47	326 01
44	0.073	45.41	1245 01
45	0.037	46.17	626 01

TOTAL 100. 1697561

COUCHE MINCE

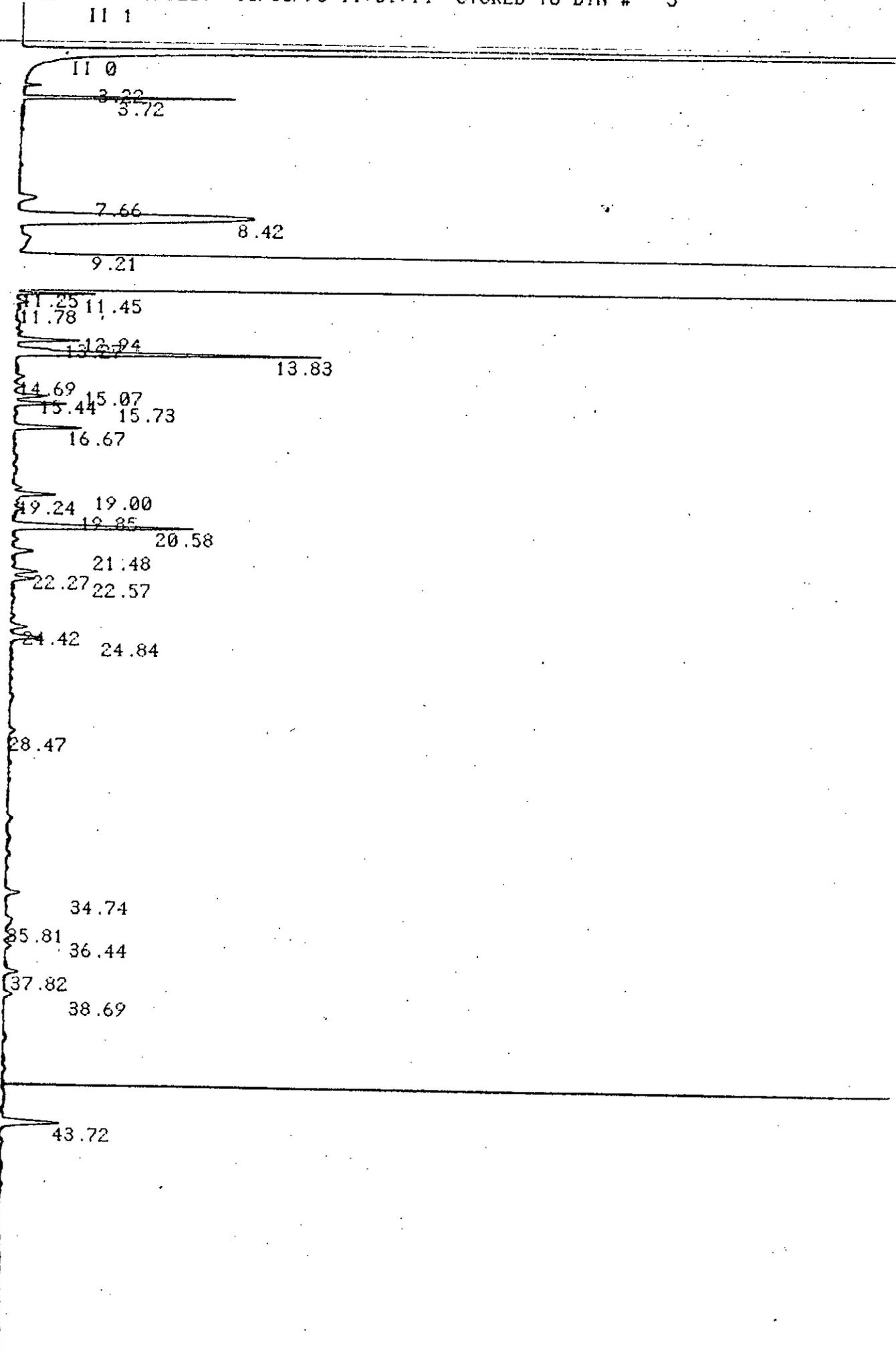
DISTILLAT -2-

tableau (11):

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene		
2	myrcene	7,66	0,037
3	β pinene	8,42	0,814
4	d limonene	11,25	97,529
5	γ terpinene	11,45	0,05
6	terpinolene	11,78	0,008
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal	9,21	0,031
8	linalool	13,83	0,403
9	citral	16,67	0,08
10	α terpineol	19,0	0,011
11	decanal	20,58	0,265
12	carveol	21,48	0,027
13	carvone	22,27	0,032
14	geranial	24,42	0,018
15	2,4 decadienal (E,E)	28,47	0,009
16	tetradecanal	36,44	0,02
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		

D2

CHANNEL A INJECT 15/05/95 11:01:14 STORED TO BIN # 3



FILE	1.	METHOD	0.	RUN	3	INDEX	3	BIN	3
PEAK#		AREA%	RT	AREA	BC				
1		0.012	3.22	287	01				
2		0.148	3.72	3642	01				
3		0.037	7.66	910	01				
4		0.814	8.42	20064	01				
5		0.031	9.21	766	02				
6		97.529	11.25	2404982	02				
7		0.05	11.45	1232	03				
8		0.008	11.78	192	01				
9		0.003	12.94	82	01				
10		0.068	13.27	1665	01				
11		0.403	13.83	9937	01				
12		0.006	14.69	151	01				
13		0.007	15.07	163	01				
14		0.039	15.44	952	02				
15		0.058	15.73	1427	03				
16		0.08	16.67	1971	01				
17		0.011	19.	261	02				
18		0.069	19.24	1713	02				
19		0.01	19.85	242	03				
20		0.265	20.58	6524	01				
21		0.027	21.48	666	01				
22		0.032	22.27	795	02				
23		0.029	22.57	705	03				
24		0.018	24.42	451	01				
25		0.04	24.84	979	01				
26		0.009	28.47	216	01				
27		0.023	34.74	577	01				
28		0.021	35.81	519	02				
29		0.02	36.44	499	03				
30		0.018	37.82	456	01				
31		0.014	38.69	335	01				
32		0.104	43.72	2565	01				

TOTAL 100. 2465926

COUCHE MINCE

RESIDU -2-

tableau (12) :

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene		
2	myrcene	7,61	0,038
3	β pinene	8,35	0,856
4	d limonene	10,63	82,416
5	γ terpinène	11,11	0,045
6	terpinolene		
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal	8,91	0,041
8	linalool	13,76	1,18
9	citral	16,65	0,392
10	α terpineol	19,29	0,455
11	decanal	20,69	2,225
12	carveol	21,50	0,305
13	carvone	22,34	0,488
14	geranial	24,46	0,189
15	2,4 decadienal (E,E)	28,51	0,167
16	tetradecanal	36,53	0,351
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		

FILE 1. METHOD 0. RUN 3 INDEX 3 BIN 3

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.012	3.22	287 01
2	0.148	3.72	3642 01
3	0.037	7.66	910 01
4	0.814	8.42	20064 01
5	0.031	9.21	766 02
6	97.529	11.25	2404982 02
7	0.05	11.45	1232 03
8	0.008	11.78	192 01
9	0.003	12.94	82 01
10	0.068	13.27	1665 01
11	0.403	13.83	9937 01
12	0.006	14.69	151 01
13	0.007	15.07	163 01
14	0.039	15.44	952 02
15	0.058	15.73	1427 03
16	0.08	16.67	1971 01
17	0.011	19.	261 02
18	0.069	19.24	1713 02
19	0.01	19.85	242 03
20	0.265	20.58	6524 01
21	0.027	21.48	666 01
22	0.032	22.27	795 02
23	0.029	22.57	705 03
24	0.018	24.42	451 01
25	0.04	24.84	979 01
26	0.009	28.47	216 01
27	0.023	34.74	577 01
28	0.021	35.81	519 02
29	0.02	36.44	499 03
30	0.018	37.82	456 01
31	0.014	38.69	335 01
32	0.104	43.72	2565 01

TOTAL 100. 2465926

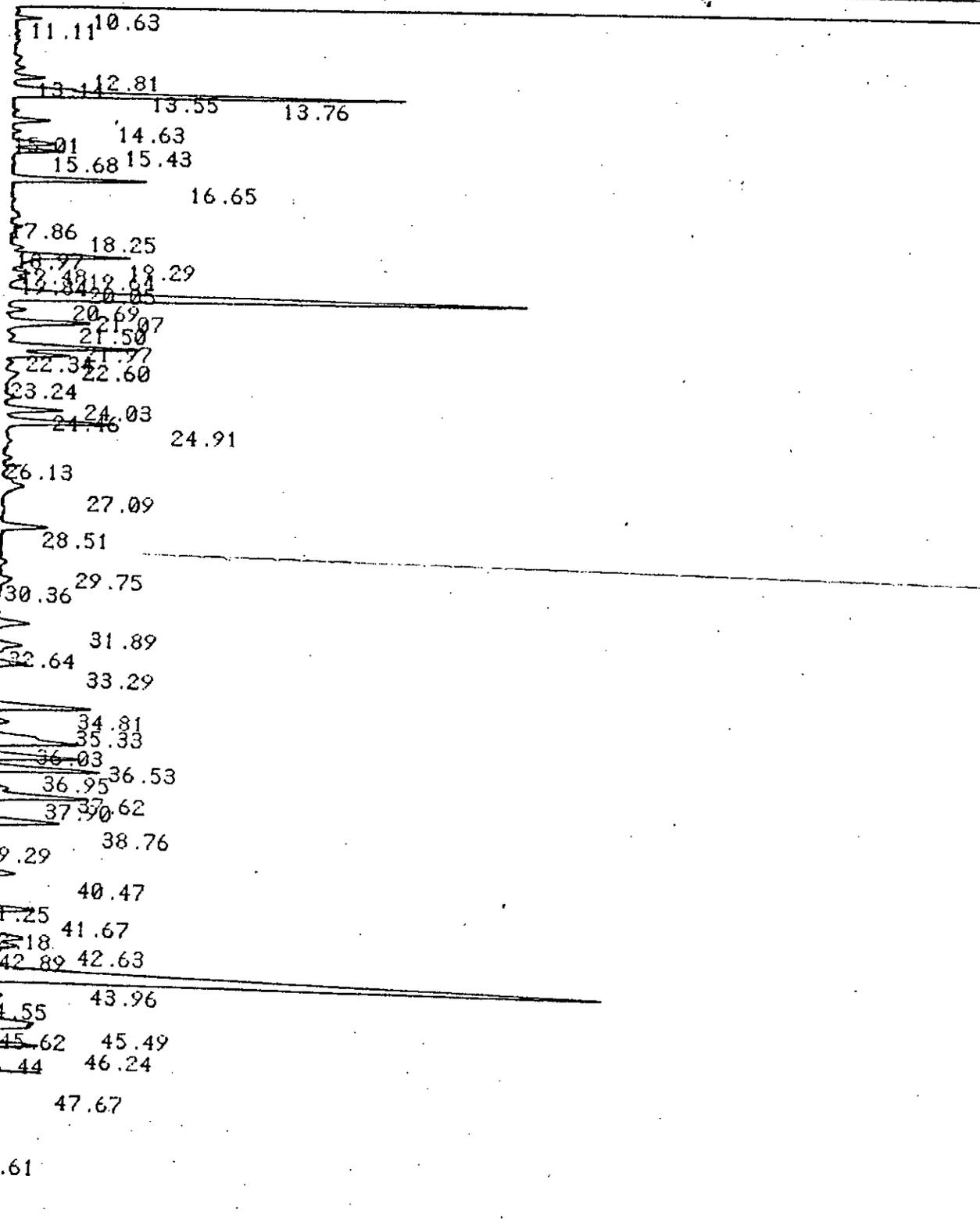
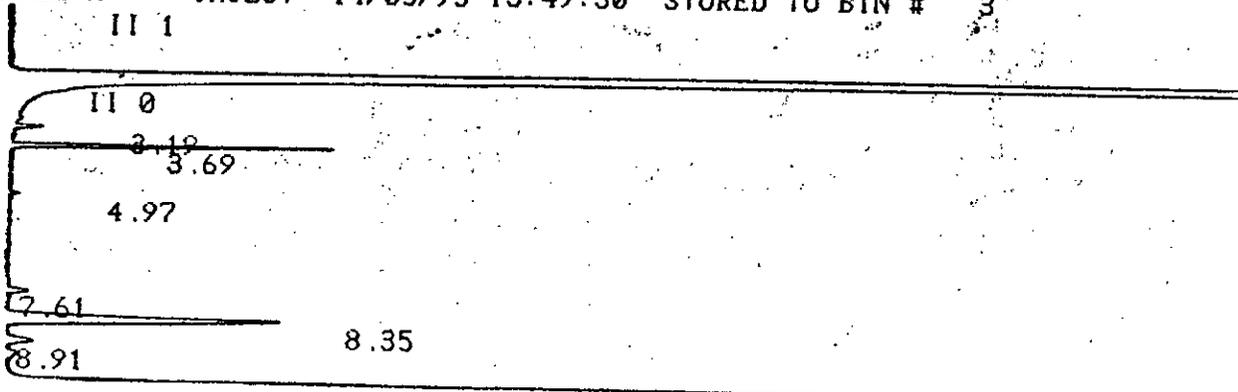
COUCHE MINCE

RESIDU -2-

tableau (12):

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene		
2	myrcene	7,61	0,038
3	β pinene	8,35	0,856
4	d limonene	10,63	82,416
5	γ terpinène	11,11	0,045
6	terpinolene		
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal	8,91	0,041
8	linalool	13,76	1,18
9	citral	16,65	0,392
10	α terpineol	19,29	0,455
11	decanal	20,69	2,225
12	carveol	21,50	0,305
13	carvone	22,34	0,488
14	geranial	24,46	0,189
15	2,4 decadienal (E,E)	28,51	0,167
16	tetradecanal	36,53	0,351
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		

CHANNEL A INJECT 14/05/95 13:49:30 STORED TO BIN # 3



DATA SAVED TO BIN # 3

COUCHE MINCE

RESIDU -3-

tableau (13) :

N° PIC	NOM	TR	% AIR
	MONOTERPENES		
1	α pinene		
2	myrcene		
3	β pinene	8,26	0,513
4	d limonene	10,02	25,193
5	γ terpinene		
6	terpinolene		
	COMPOSES OXYGENES		
7	octanal		
8	linalool		
9	citral	16,57	0,359
10	α terpineol	19,17	0,526
11	decanal	20,47	3,652
12	carveol	21,45	0,659
13	carvone	22,24	1,442
14	geranial	24,80	0,388
15	2,4 decadienal (E,E)	28,45	0,515
16	tetradecanal	36,44	1,624
17	2,4,9,11 dodecatrenal-2,6,10 trimethyl		

R3

CHANNEL A INJECT 14/05/95 15:03:53 STORED TO BIN # 4

11 1

11 0

3.22
3.73

8.26

10.02

14.57

15.41

16.57

19.17

20.47

21.45

22.24

24.80

28.45

34.73

35.94

36.44

36.84

37.54

37.80

38.69

40.42

41.57

42.57

43.75

44.49

45.39

46.17

47.61

48.69

49.25

52.74

DATA SAVED TO BIN # 4

14/05/95 15:03:53 CH= "A" PS= 1.

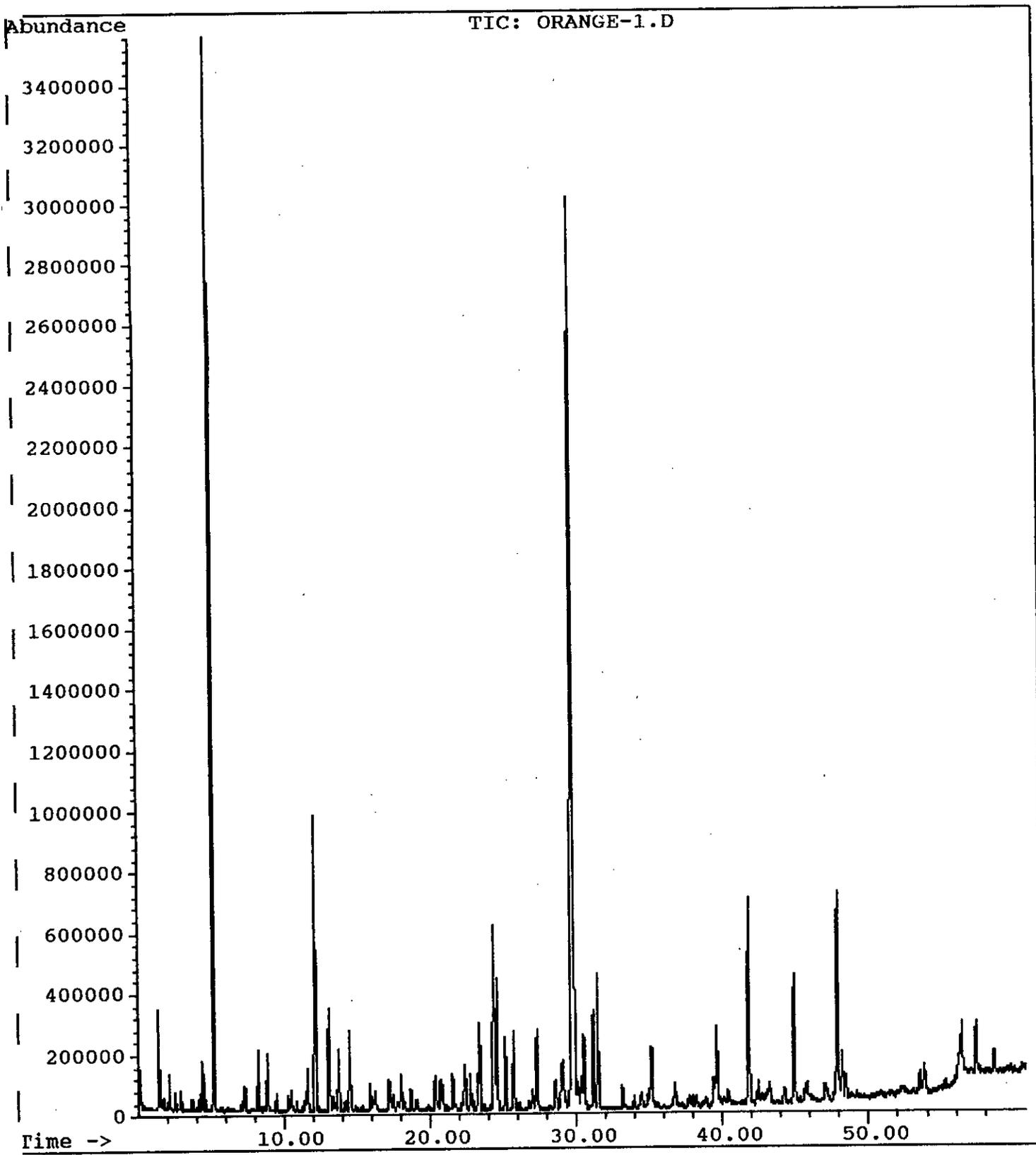
FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDFX 4 BIN 4

FILE 1. METHOD 0. RUN 4 INDEX 4 BIN 4

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	0.739	3.23	284 01
2	7.462	3.73	2867 01
3	0.513	8.26	197 01
4	25.193	10.02	9679 01
5	0.372	14.57	143 01
6	0.307	15.41	118 01
7	0.359	16.57	138 01
8	0.526	19.17	202 01
9	3.652	20.47	1403 01
10	0.659	21.45	253 01
11	1.442	22.24	554 01
12	0.388	24.8	149 01
13	0.515	28.45	198 01
14	0.916	34.73	352 01
15	2.668	35.94	1025 02
16	1.624	36.44	624 02
17	2.592	36.84	996 02
18	4.615	37.54	1773 02
19	2.775	37.8	1066 03
20	1.101	38.69	423 01
21	0.497	40.42	191 01
22	1.091	41.57	419 01
23	2.834	42.57	1089 02
24	23.748	43.75	9124 03
25	0.817	44.49	314 01
26	2.754	45.39	1058 01
27	1.346	46.17	517 01
28	0.552	47.61	212 01
29	3.722	49.25	1430 02
30	0.661	49.69	254 03
31	3.561	52.74	1368 01

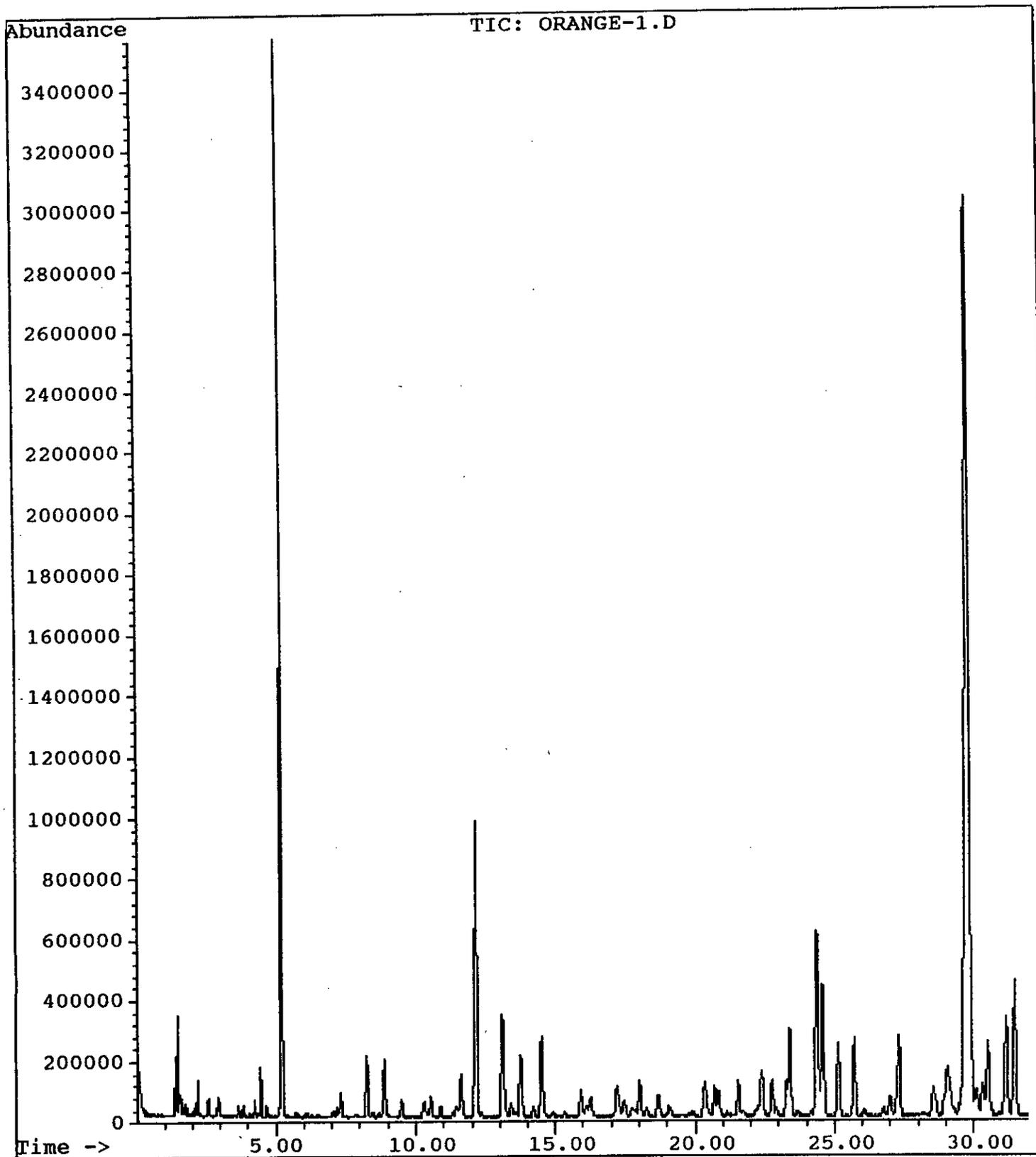
TOTAL 100. 38420

File: D:\CHEMPC\DATA\ORANGE-1.D
Operator:
Date Acquired: 4 Jun 95 8:46 am
Method File Name: DEFAULT.M
Sample Name: HUILE ESSENTIELLES
Misc Info: (Couche mince)
Bottle Number: 1



Chromatogramme de la fraction résidu R3
obtenue par la technique de la couche mince
et analysé par GC/MS

File: D:\CHEMPC\DATA\ORANGE-1.D
Operator:
Date Acquired: 4 Jun 95 8:46 am
Method File Name: DEFAULT.M
Sample Name: HUILE ESSENTIELLES
Misc Info: (Couche mince)
Bottle Number: 1



Chromatogramme de la fraction résidu R3 obtenu
par la technique de la couche mince et analysé
par G.C/95

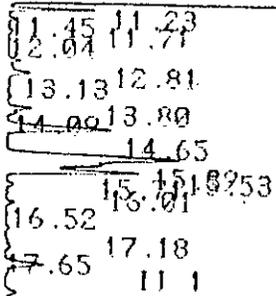
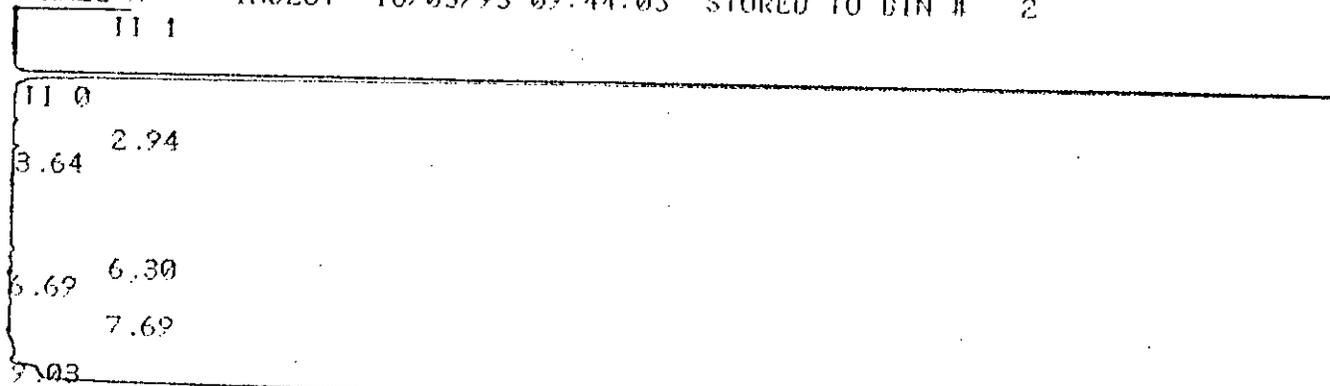
ETALONS EFFECTUES PAR CPG

Tableau donnant les TR des étalons effectués par C.P.G

TYPE D'ETALON	TR
d limonene	11,23
β pinene	9,04
α pinene	6,13
p cymene	10,49
camphene	6,79
α terpineol	22,44
citronellol	25,46
linalol	12,46

D. LIGNENE

CHANNEL A INJECT 16/05/95 09:44:05 STORED TO BIN # 2



DATA SAVED TO BIN # 2

CHANNEL A INJECT 16/05/95 11:41:24 STORED TO BIN # 5

11 1

11 0
2.97 2.39
3.48 3.4086
3.48 3.75
4.54 4.52

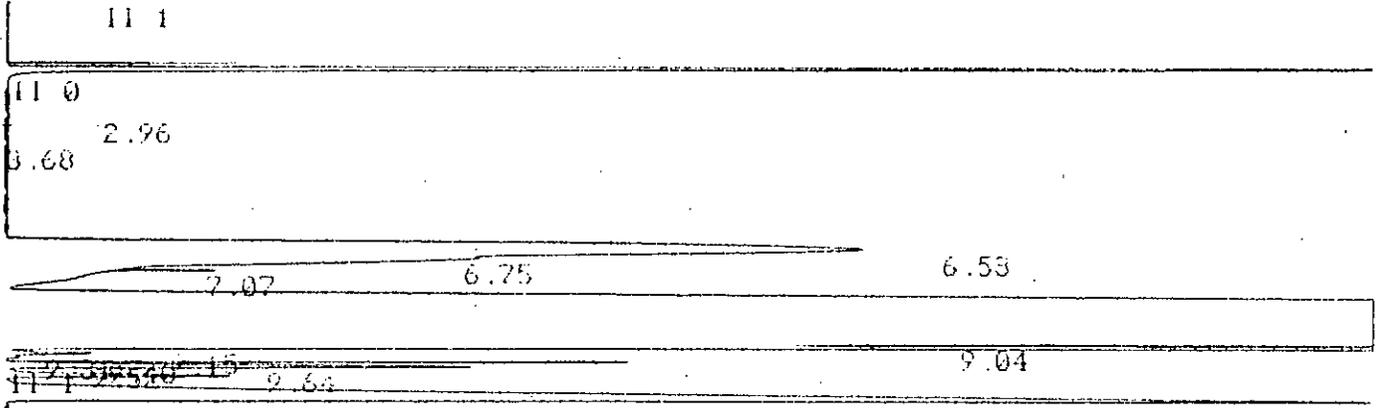
11 1 6.13

[The following section contains multiple lines of data that have been heavily obscured by horizontal scribbles and noise, making the individual values illegible.]

DATA SAVED TO BIN # 5

BIPINENE

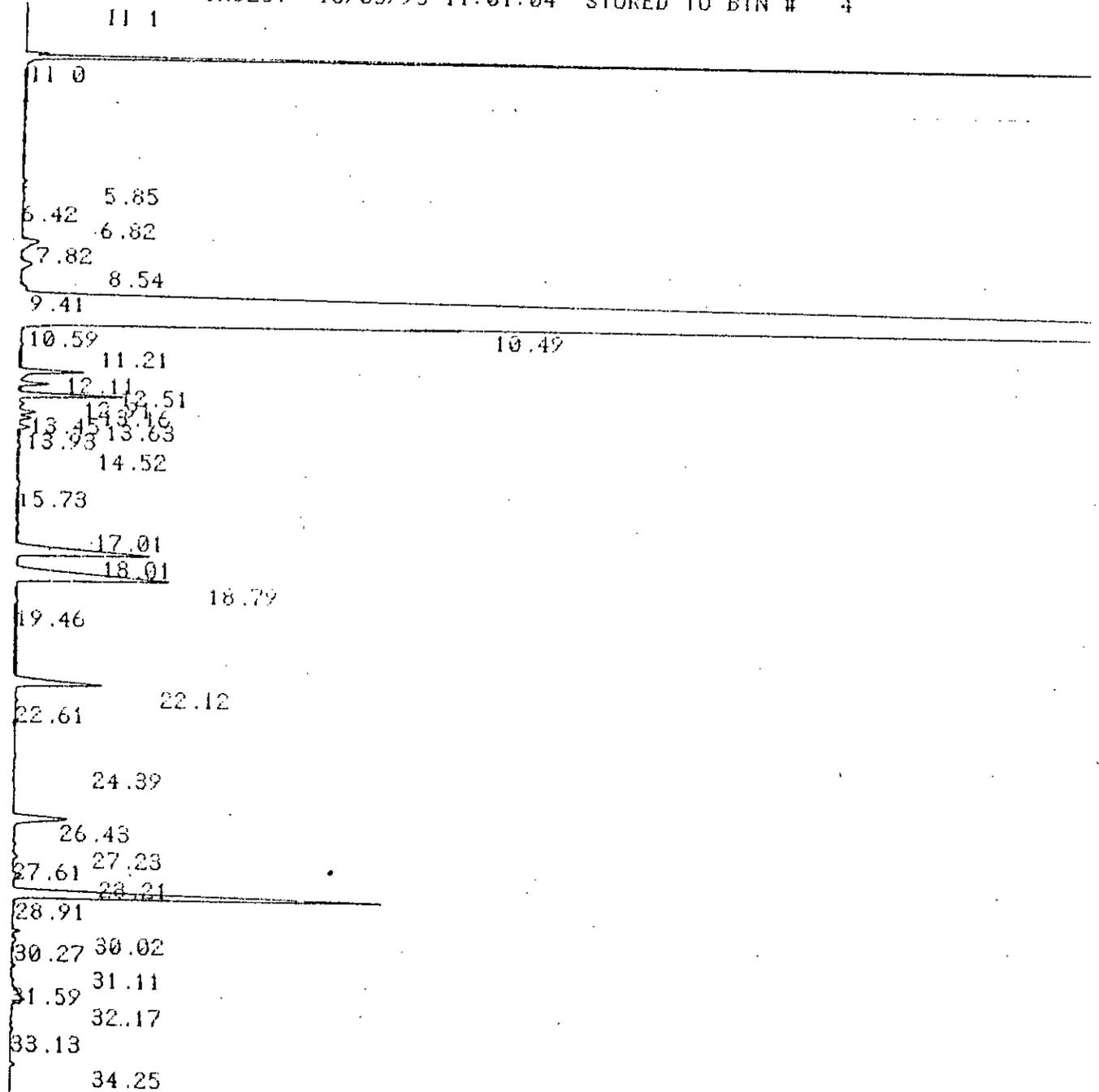
CHANNEL A INJECT 16/05/95 19:23:37 STORED TO BIN # 3



DATA SAVED TO BIN # 3

CYBENE

CHANNEL A INJECT 16/05/95 11:01:04 STORED TO BIN # 4



DATA SAVED TO BIN # 4

CHIFFERE

CHANNEL A INJECT 16/05/95 12:10:01 STORED TO BIN # 6

11 1

11 0

3.69 3.18

~~6.03 6.03~~
6.92 6.79

8.27 8.81

9.55

DATA SAVED TO BIN # 6

CHANNEL A INJECT 16/05/95 13:23:33 STORED TO BIN # 7

11 1

11 0

6.37 6.06

7.31 6.73

8.85 8.18

9.57 9.43

10.03

11.46

11.93

12.81 12.81

13.13 13.44

14.28

14.69

15.43 15.69

16.42 16.89

18.28

18.49

22.44

23.54 23.01

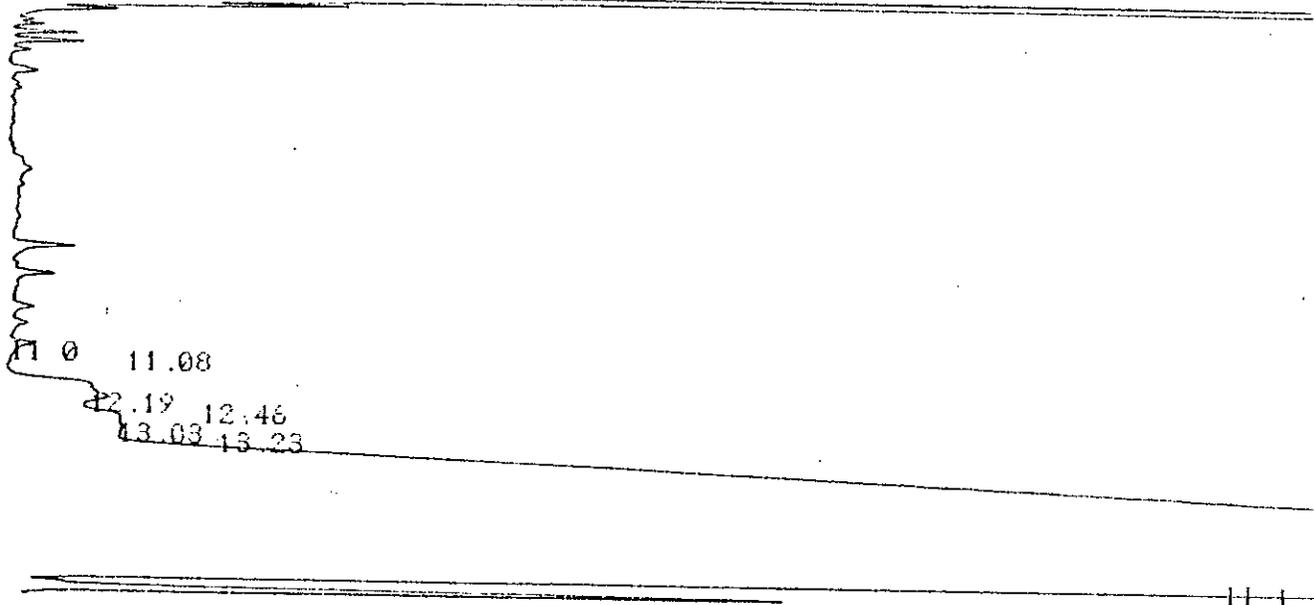
11 1

DATA SAVED TO BIN # 7

LINALOOL

CHANNEL A INJECT 16/05/95 13:58:57 STORED TO BIN # 8

11 1



DATA SAVED TO BIN # 8

CITRGNELI.GL

CHANNEL A INJECT 16/05/95 14:28:50 STORED TO BIN # 9

11 1

11 0

3.83 3.29

11 1

11 0

21.99

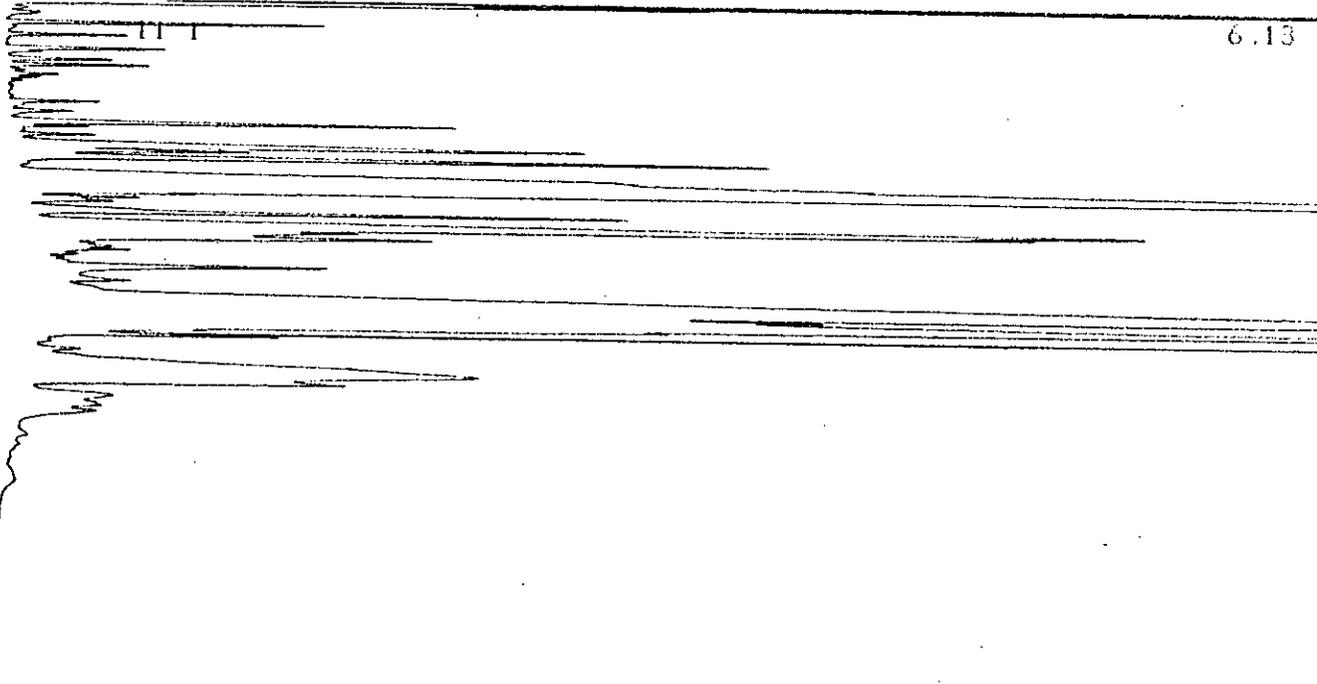
25.46

26.45

DATA SAVED TO BIN # 9

11 1

11 0
2.67 2.39
3.96 3.086
5.48 3.75
4.24 4.57
4.59 4.96



DATA SAVED TO BIN # 5