



# Composition de l'huile essentielle italienne de mandarine

## La pureté des essences d'agrumes Note XXIV

GIOVANNI DUGO\*, MICHEL ROUZET\*\*, ANTONNELLA VERZERA\*,  
A. COTRONEO\* et IRINA F. MERENDA\*

*Cette étude chromatographique de l'huile essentielle de mandarine porte sur quatre campagnes de récolte dans le Sud de l'Italie. Elle devrait permettre un meilleur contrôle de pureté des huiles.*

Dans une note précédente (3) nous avons rapporté les résultats d'une recherche effectuée par chromatographie gazeuse à haute résolution sur 170 échantillons d'huile essentielle pure industrielle de mandarine, obtenue au cours des années 1982/83 et 1983/84 à partir de fruits provenant des zones de production de Sicile et de Calabre. On a pu observer des différences quantitatives entre la composition des essences produites par le système de production «pelatrice» et des

essences produites par les «torchi» ainsi qu'entre la composition des essences produites au début de la saison de production (fruits pas encore mûrs, mandarines «vertes»), et des essences produites dans la seconde moitié de l'année (mandarines «rouges», mûres).

Les valeurs moyennes, relatives à la même période des deux années, autant pour chaque composant en particulier que pour les classes de substances se sont révélées toujours très proches et souvent pratiquement équivalentes.

Les résultats obtenus ont permis, en outre, de mettre au point une méthode à même de déceler les additions de terpènes d'huile essentielle d'orange douce aux huiles essentielles de mandarine, même à raison de 3 p.100 (5).

Nous reportons dans cette note les résultats obtenus à partir de 96 échantillons d'huile essentielle(\*) de mandarine produite pendant les années

1984/85 et 1985/86 et nous les comparons à ceux des années 1982/83 et 1983/84. Cette étude portera donc sur 4 campagnes successives et au total sur 266 échantillons.

### Partie expérimentale

Toutes les huiles essentielles analysées dans la première partie de cette étude ont été produites pendant la période octobre 1984 - janvier 1985 - et octobre 1985 - janvier 1986 par le système de production «pelatrice» ou avec les «torchi», à partir de fruits provenant des provinces de Messine, Catane, Palerme et Reggio Calabria. On connaît la date et le système de production pour chaque échantillon, bien qu'il ne soit possible de déterminer la zone de provenance des fruits que pour une partie de ceux-ci étant donné que les autres produits de mandarine ne proviennent pas d'une seule zone de production.

Le mois et le système de production sont reportés dans le tableau 1.

Chaque échantillon analysé est représentatif d'au moins 50 kg d'essence et l'ensemble de tous les échantillons représente donc environ 50 quintaux d'essence. L'étude porte donc sur des échantillons obtenus par des méthodes industrielles et non sur des échantillons de laboratoire.

La composition quantitative de chaque échantillon a été établie avec

\*Département Pharmaco-chimique, Faculté de Pharmacie, Université de Messine

\*\*Faculté de Pharmacie, 1 rue Gaston Veil, 44000 Nantes.

\*Dans ce texte nous utiliserons indifféremment les mots «huile essentielle» ou «essences» pour nous conformer à la fois aux habitudes des Pharmacopées française et italienne.

# La mandarine

la méthode de normalisation interne décrite par l'ISO (4). On utilise le pourcentage relatif des surfaces de pic déterminées par l'intégrateur qui est couplé au chromatographe en phase gazeuse.

Les analyses par chromatographie gazeuse ont été faites, en utilisant un appareil Carlo Erba pour chromatographie gazeuse série Mega mod. 51600, avec des colonnes capillaires

en verre de SE 52, dans les mêmes conditions que précédemment pour l'essence de citron (3).

En outre, quelques échantillons d'huile essentielle ont été fractionnés en groupes de substances (1) sur colonne d'alumine neutre en utilisant comme éluants l'hexane, des mélanges hexane-éther éthylique, et de l'éther éthylique. Les fractions ainsi obtenues ont été analysées par

chromatographie gazeuse dans les mêmes conditions que pour les essences non traitées.

## Résultats

Dans la figure 1, on reporte le chromatogramme (a) de la fraction volatile d'une essence de mandarine et les chromatogrammes (b-c-d-e) des frac-

**Tableau 1. Composition moyenne mensuelle de chacun des composés pour les essences analysées (années 1982/83, 1983/84, 1984/85, 1985/86)**

	Octobre				Novembre				Décembre				Janvier				Février	
	Pelatrice		Torchi		Pelatrice		Torchi		Pelatrice		Torchi		Pelatrice		Torchi		Torchi	
	$\bar{X}$	s																
$\alpha$ -thujène	0,900	0,043	0,939	0,053	0,876	0,039	0,888	0,039	0,813	0,062	0,872	0,034	0,812	0,053	0,806	0,053	0,783	0,015
$\alpha$ -pinène	2,371	0,077	2,480	0,101	2,325	0,084	2,369	0,086	2,179	0,127	2,332	0,066	2,198	0,093	2,216	0,098	2,143	0,038
Camphène	0,018	0,002	0,019	0,001	0,018	0,002	0,018	0,002	0,016	0,002	0,018	0,002	0,016	0,002	0,017	0,001	0,017	0,001
Sabinène	0,265	0,015	0,266	0,013	0,255	0,009	0,251	0,008	0,282	0,026	0,258	0,020	0,248	0,003	0,250	0,009	0,248	0,001
$\beta$ -pinène	1,739	0,086	1,754	0,096	1,694	0,071	1,652	0,061	1,639	0,118	1,675	0,113	1,603	0,048	1,546	0,092	1,487	0,014
Myrcène	1,706	0,046	1,720	0,051	1,661	0,049	1,698	0,041	1,697	0,078	1,678	0,066	1,653	0,045	1,734	0,039	1,741	0,006
Octanal	0,166	0,015	0,172	0,015	0,157	0,023	0,159	0,021	0,109	0,030	0,119	0,027	0,091	0,019	0,090	0,022	0,079	0,003
$\alpha$ -phellandréne	0,057	0,006	0,059	0,007	0,059	0,009	0,059	0,009	0,038	0,012	0,054	0,018	0,055	0,012	0,033	0,011	0,026	0,001
$\alpha$ -terpinène	0,447	0,046	0,464	0,027	0,447	0,027	0,449	0,019	0,411	0,038	0,424	0,033	0,397	0,034	0,390	0,026	0,370	0,002
$\rho$ -cymène	0,304	0,090	0,312	0,149	0,374	0,186	0,283	0,135	0,428	0,061	0,461	0,231	0,463	0,116	0,381	0,106	0,323	0,023
Limonène	68,064	1,145	68,466	1,365	68,843	1,139	69,770	0,933	70,359	1,814	70,226	1,136	72,033	1,403	72,212	1,493	73,428	0,369
cis- $\beta$ -ocimène	0,001	0,002	0,002	0,002	0,001	0,001	0,002	0,002	0,002	0,002	0,001	0,001	0,002	0,002	0,002	0,001	0,001	0,001
trans- $\beta$ -ocimène	0,024	0,005	0,021	0,003	0,020	0,003	0,018	0,003	0,019	0,001	0,019	0,005	0,016	0,002	0,016	0,002	0,015	0,001
$\gamma$ -terpinène	20,819	0,799	20,396	0,997	20,444	0,741	19,750	0,651	19,302	1,419	19,382	0,853	18,199	1,149	18,083	1,205	17,412	0,202
cis-hydrate de sabinène	0,041	0,008	0,024	0,004	0,037	0,012	0,023	0,005	0,017	0,005	0,018	0,008	0,011	0,004	0,009	0,003	0,006	0,000
Octanol	0,002	0,003	0,001	0,002	0,005	0,003	0,001	0,002	0,003	0,002	0,002	0,002	0,002	0,001	0,003	0,004	0,002	0,000
Terpinolène	0,914	0,040	0,902	0,039	0,885	0,029	0,865	0,028	0,855	0,047	0,836	0,041	0,772	0,032	0,803	0,045	0,762	0,009
trans-hydrate de sabinène	0,079	0,014	0,045	0,006	0,061	0,010	0,039	0,008	0,025	0,013	0,028	0,011	0,018	0,005	0,012	0,004	0,007	0,001
Linalol	0,152	0,021	0,127	0,017	0,136	0,021	0,106	0,015	0,096	0,027	0,093	0,021	0,066	0,018	0,056	0,011	0,045	0,008
Nonanal	0,030	0,003	0,031	0,003	0,028	0,003	0,028	0,003	0,019	0,007	0,024	0,007	0,021	0,003	0,016	0,005	0,011	0,002
Citronellal	0,030	0,004	0,030	0,003	0,034	0,005	0,033	0,005	0,028	0,005	0,031	0,006	0,031	0,004	0,024	0,004	0,020	0,003
Terpinène-4-ol	0,052	0,010	0,047	0,009	0,049	0,008	0,038	0,010	0,029	0,008	0,027	0,008	0,018	0,005	0,018	0,005	0,015	0,003
$\alpha$ -terpinéol	0,208	0,024	0,149	0,017	0,188	0,026	0,127	0,024	0,103	0,029	0,092	0,021	0,063	0,016	0,058	0,015	0,044	0,006
Décanal	0,086	0,008	0,089	0,008	0,090	0,007	0,092	0,009	0,082	0,010	0,082	0,014	0,080	0,006	0,073	0,013	0,064	0,010
Nérol + citronellol	0,026	0,003	0,022	0,005	0,022	0,005	0,019	0,004	0,019	0,004	0,017	0,003	0,013	0,004	0,013	0,003	0,010	0,002
Nérol	0,013	0,010	0,007	0,004	0,014	0,011	0,004	0,003	0,006	0,007	0,004	0,004	0,006	0,001	0,001	0,001	tr	tr
Géranol	0,002	0,003	0,001	0,002	0,001	0,002	0,001	0,001	0,002	0,003	0,000	0,001	0,000	0,000	0,000	0,000	tr	tr
Géranial	0,046	0,010	0,041	0,008	0,043	0,008	0,036	0,005	0,033	0,008	0,032	0,015	0,026	0,005	0,022	0,007	0,022	0,001
Un alcool	0,011	0,003	0,010	0,002	0,011	0,002	0,009	0,001	0,008	0,002	0,008	0,004	0,006	0,001	0,005	0,002	0,006	0,001
Un alcool	0,009	0,002	0,007	0,002	0,007	0,001	0,007	0,001	0,004	0,002	0,004	0,001	0,003	0,000	0,003	0,001	0,002	0,001
Thymol	0,073	0,013	0,061	0,014	0,064	0,017	0,045	0,013	0,045	0,012	0,040	0,010	0,028	0,014	0,022	0,008	0,019	0,002
Undecanal	0,008	0,003	0,009	0,002	0,009	0,002	0,009	0,002	0,007	0,001	0,008	0,003	0,007	0,001	0,008	0,002	0,006	0,001
Méthyl-N-anthranilate de méthyle	0,532	0,070	0,484	0,071	0,468	0,066	0,415	0,076	0,441	0,053	0,397	0,071	0,336	0,029	0,360	0,034	0,313	0,023
Un composé carbonylé	0,024	0,002	0,024	0,003	0,025	0,001	0,025	0,002	0,024	0,002	0,023	0,002	0,024	0,001	0,024	0,003	0,019	0,001
Caryophyllène	0,106	0,009	0,102	0,012	0,098	0,008	0,096	0,011	0,099	0,011	0,091	0,012	0,079	0,003	0,087	0,008	0,074	0,008
Humulène	0,010	0,002	0,010	0,002	0,011	0,002	0,010	0,002	0,009	0,002	0,009	0,001	0,008	0,001	0,009	0,002	0,008	0,001
Un composé oxygéné	0,019	0,003	0,017	0,003	0,021	0,003	0,020	0,004	0,022	0,003	0,019	0,004	0,020	0,004	0,023	0,005	0,023	0,003
Un sesquiterpène	0,044	0,005	0,042	0,006	0,045	0,005	0,044	0,006	0,039	0,007	0,043	0,007	0,042	0,010	0,035	0,004	0,032	0,002
Farnésène	0,186	0,042	0,179	0,046	0,129	0,013	0,129	0,032	0,164	0,030	0,143	0,038	0,101	0,010	0,128	0,049	0,128	0,002
Synensal	0,304	0,046	0,316	0,064	0,266	0,045	0,295	0,055	0,244	0,028	0,260	0,038	0,211	0,049	0,220	0,038	0,199	0,017

**Tableau 2. Composition moyenne mensuelle par classes de substances pour les essences analysées (années 1982/83, 1983/84, 1984/85, 1985/86)**

	Octobre				Novembre				Décembre				Janvier				Février	
	Pelatrice		Torchi		Pelatrice		Torchi		Pelatrice		Torchi		Pelatrice		Torchi		Torchi	
	$\bar{X}$	s																
Monoterpènes	97,630	0,330	97,801	0,252	97,903	0,249	98,073	0,265	98,041	0,413	98,237	0,245	98,464	0,126	98,488	0,215	98,753	0,061
Sesquiterpènes	0,346	0,047	0,334	0,058	0,283	0,020	0,278	0,041	0,311	0,027	0,286	0,047	0,229	0,017	0,259	0,054	0,241	0,012
Hydrocarbures	97,976	0,313	98,135	0,210	98,186	0,238	98,351	0,247	98,352	0,407	98,523	0,239	98,693	0,111	98,748	0,223	98,994	0,049
Composés carbonylés	0,708	0,060	0,719	0,080	0,666	0,053	0,680	0,073	0,553	0,077	0,585	0,079	0,497	0,077	0,477	0,076	0,419	0,013
Alcools	0,643	0,065	0,484	0,049	0,571	0,087	0,404	0,060	0,341	0,090	0,321	0,067	0,221	0,065	0,193	0,038	0,150	0,018
Esters	0,532	0,070	0,484	0,071	0,468	0,066	0,415	0,076	0,441	0,053	0,397	0,071	0,336	0,029	0,360	0,034	0,313	0,023
Composés oxygénés	1,902	0,137	1,704	0,159	1,727	0,118	1,519	0,151	1,356	0,174	1,322	0,149	1,074	0,115	1,054	0,125	0,904	0,021
Composés oxygénés/Hydrocarbures	0,019	0,001	0,017	0,002	0,018	0,001	0,015	0,002	0,014	0,002	0,013	0,002	0,011	0,001	0,011	0,001	0,009	0,001



**PRODUITS D'ORIGINE  
 VEGETALE**

- SEMBURI
- SOHAKUHI
- TOFUPRO
- GAMMA ORYZANOL,  
 ETC...

**PRODUITS D'ORIGINE  
 ANIMALE**

- SILKALL 100
- SILKPRO
- CHITIN POWDER
- MILKPRO, ETC...

**PRODUITS D'ORIGINE  
 MINERALE**

- SILKALL CA, TI, ZN, TL
- SPHERICA
- SPHERITITAN
- SERICITE, ETC...

**PRODUITS DIVERS**

- SUNVEIL
- COSMOL
- DNA
- ATP Na<sub>2</sub>, ETC...

FRANCE : Distributeur exclusif

SOCIETE NOUVELLE

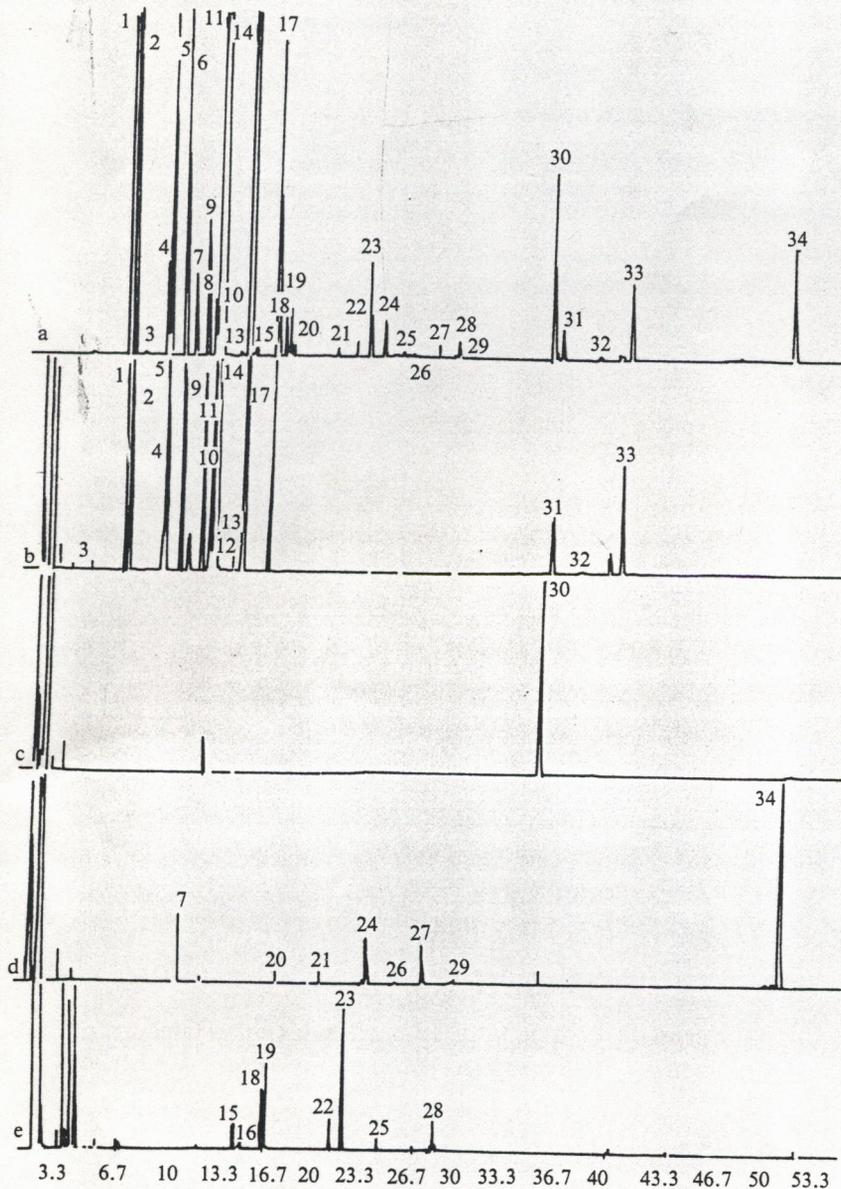
**SACI**

Tél. (1) 42 60 12 83

Fax (1) 42 61 42 79

Télex SNSACI 212 652 F

9, rue Richepanse, 75008 Paris



**Figure 1.** Chromatogramme d'une huile essentielle de mandarine et des fractions obtenues par la séparation sur colonne d'alumine neutre.

A) Huile essentielle ; B) Terpènes ; C) Esters ; D) Composés carbonylés ; E) Alcools.  
 1)  $\alpha$ -thujène, 2)  $\alpha$ -pinène 3) Camphène 4) Sabinène 5)  $\beta$ -pinène 6) Myrcène 7) Octanal  
 8)  $\alpha$ -phellandrène 9)  $\alpha$ -terpinène 10) p-cymène 11) Limonène 12) cis- $\beta$ -ocimène 13) trans- $\beta$ -ocimène 14) terpinène 15) cis-hydrate de sabinène 16) Octanol 17) Terpinolène  
 18) trans-hydrate de sabinène 19) Linalol 20) Nonanal 21) Citronellal 22) Terpinène-4-ol  
 23) Terpinéol 24) Décanal 25) Nérol 26) Néral 27) Géranial 28) Thymol 29) Undecanal

tions obtenues par la séparation sur alumine; comme on le voit d'après les indications reportées dans la figure, il a été possible d'identifier 34 composants et d'attribuer, grâce à la séparation sur alumine, la classe d'appartenance de ces 34 composants (classe des terpènes, des esters, des composés carbonylés, des alcools...). Par ailleurs il a été possible d'attri-

buer des classes d'appartenance à 5 autres composants non encore identifiés.

Les résultats relatifs à tous les échantillons analysés ont été subdivisés, pour chacune des saisons, par mois de production et pour chaque mois selon le système de production de l'essence (Torchi et Pelatrice). Pour chacun des constituants, on a calculé la moyenne

## La mandarine

(x) et la déviation standard (s). Les résultats pour les années 1984/1985 et 1985/1986 ne sont pas rapportés ici faute de place, mais ont été intégrés avec ceux des années 1982/1984 et sont rassemblés dans le tableau n°1. Par ailleurs, pour chaque échantillon, on a calculé la teneur totale de ces constituants, non plus individuellement, mais regroupés en classe chimique (monoterpènes, sesquiterpènes, hydrocarbures, composés carbonylés etc...). Les valeurs obtenues ont également été intégrées avec celles des années 1982/1983 et 1983/1984 et on obtient le tableau n°2.

Il faut rappeler que toutes ces valeurs se réfèrent à la fraction volatile de l'huile essentielle et ne tiennent pas compte du résidu non volatil qui constitue généralement de 2,5 à 3,5 % de la masse de l'huile essentielle.

Nous avons pu remarquer que les concentrations moyennes de chaque constituant chimique restent relativement constantes d'une année à l'autre et que leur évolution au cours des mois est généralement comparable pour les quatre campagnes de récolte. Ceci peut-être visualisé plus facilement en traduisant les valeurs chiffrées des tableaux 1 et 2 sous forme de graphique ; ceux-ci font l'objet des figures 2 à 7.

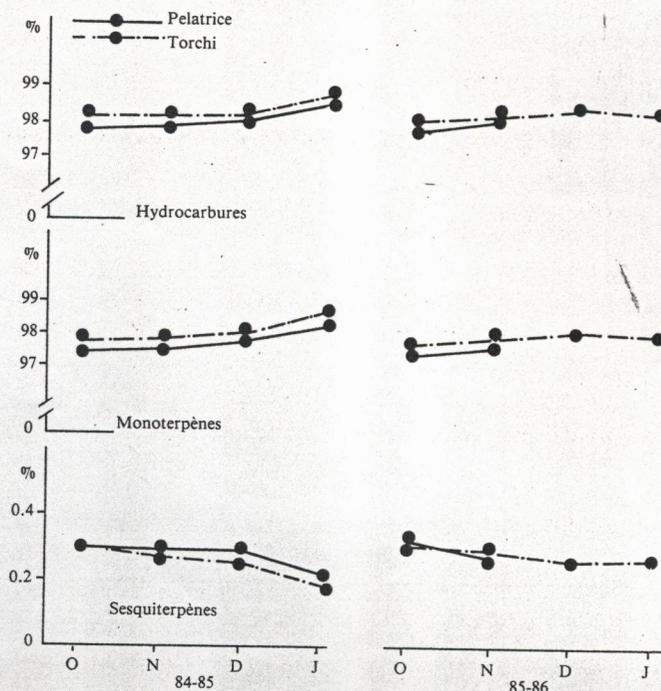
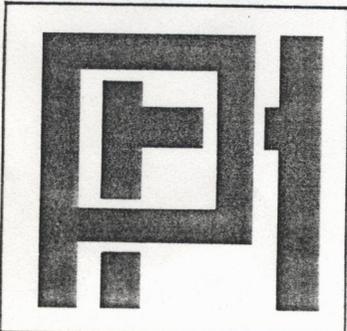


Figure 2. Comparaison des résultats relatifs aux hydrocarbures, monoterpènes et sesquiterpènes pour les huiles de mandarine pendant les quatre saisons de production (1982/83, 1983/84, 1984/85, 1985/86).

# PROD'HYG

LABORATOIRES



Distributeur Exclusif :



Dehydtag Cospha

## COSMÉTIQUE - PHARMACIE

### MATIÈRES PREMIÈRES

**Esters gras.**

Prodhbases - Prodhphores -  
Hydrophores.

**Huiles hydrogénées.**

Hydrobases

**Huiles minérales.**

**Huiles végétales.**

**Perhydrosqualenes.**

Animal Synthétique Végétal

**Extraits végétaux.**

### SPÉCIALITÉS

**Amincissants :** Adipol - Cellulinol.

Extrait total de lierre grim pant.

Extrait d'algues marines.

**Facteurs d'hydratation :** Facteur hydratant PH.

Prodhyluronate 50.

**Bases pour rouges à lèvres :**

Abietate de glycerol Labiobase Ricino-cetyle

**Bases auto-émulsionnables pour crème et laits :**

E/H et H/E Prodhycrèmes.

**Produits anti-radicaux libres :** LINOLÉATE de TOCOPHÉROL

Z.I. des Marais - 78310 COIGNIERES - Tél. : (1) 34 61 77 57 - Télex : 699 007 - Télécopie : (1) 34 61 23 87.

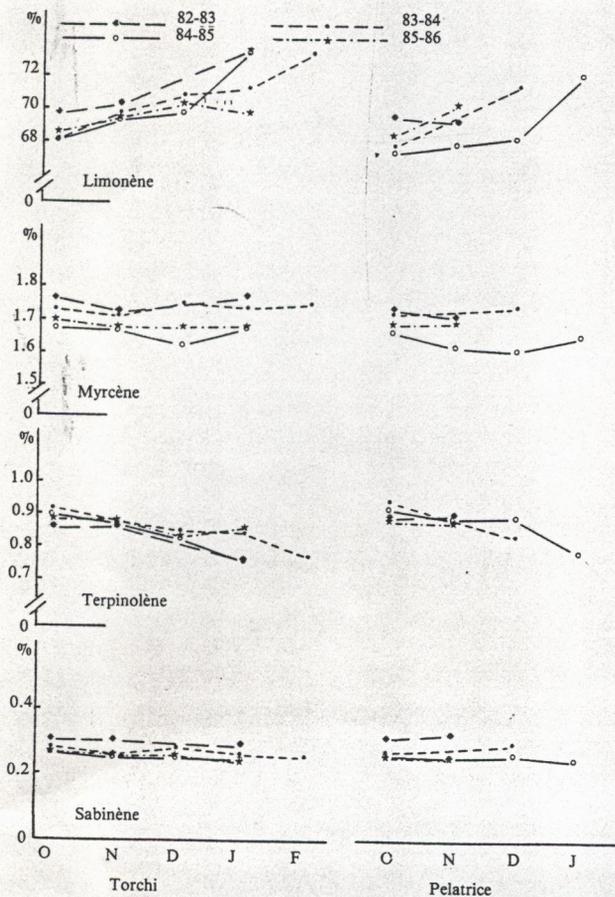


Figure 3. Comparaison des résultats relatifs au limonène, myrcène, terpinolène et sabinène pour les huiles de mandarine pendant les quatre saisons de production (1982/83, 1983/84, 1984/85, 1985/86).

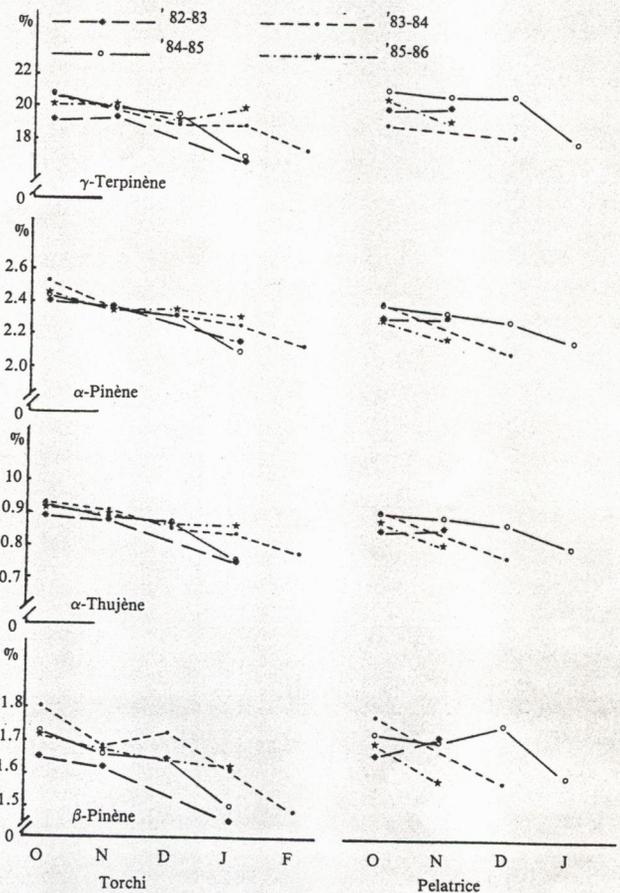


Figure 4. Comparaison des résultats relatifs au  $\gamma$ -terpinène,  $\alpha$ -pinène,  $\alpha$ -thujène,  $\beta$ -pinène pour les huiles de mandarine pendant les quatre saisons de production (1982/83, 1983/84, 1984/85, 1985/86).

On peut remarquer les très grands parallélismes des variations au cours des quatre années de production examinées sauf peut-être pour l'année 1985/1986 pour les composés oxygénés en général et pour quelques composés carbonyles en particulier.

Au cours de cette année-là, les composés oxygénés subissent une diminution des valeurs moyennes moins évidente que pendant les autres années ; pour le citronellal, le nonanal et le décanal, la diminution ne se vérifie pas ou on constate même une légère augmentation. Il est probable que le phénomène est imputable au fait que dans la deuxième moitié de l'année, le pourcentage des fruits provenant de Calabre ait été prépondérant par rapport au pourcentage des fruits provenant de Sicile.

On a constaté que les mandarines calabraises donnent une huile essentielle plus riche en composés oxygénés que celles qui sont produites en Sicile. La prépondérance lors de notre étude de 1985/1986 de fruits en provenance de Calabre a supprimé la baisse de

la teneur en composés oxygénés observés lors des autres années de récolte.

L'examen de la figure n°2 montre que les valeurs moyennes mensuelles des hydrocarbures totaux oscillent entre 97,0 et 99 et ont tendance à augmenter d'octobre à février. Les sesquiterpènes totaux varient entre 0,23 et 0,34 mais contrairement aux monoterpènes totaux, ils présentent des valeurs moyennes plus élevées au début des saisons de production.

Si l'on compare les deux systèmes de production des essences on constate que les teneurs en hydrocarbures totaux et en monoterpènes sont plus élevées avec les Torchi qu'avec les Pelatrices. Par contre ceci est inversé pour les sesquiterpènes.

Les figures 3 et 4 permettent de constater que les monoterpènes n'ont pas individuellement le même comportement. Le limonène qui, pondéralement, est le composant le plus important de l'huile essentielle de mandarine, tend à augmenter au cours de la saison de production ; c'est lui qui

est responsable de la progression que nous avons signalée pour les monoterpènes totaux. Par contre le myrcène et le sabinène ont des concentrations moyennes à peu près constantes. Pour d'autres monoterpènes comme le terpinolène, le  $\gamma$  terpinène, l' $\alpha$  pinène, le  $\delta$  thuyène et le  $\delta$  pinène les teneurs ont au contraire plus ou moins fortement tendance à diminuer pendant la période de production.

La figure 5 représente les variations de concentration des composés oxygénés dans leur ensemble et des composés carbonyles, esters et alcool. Les composés oxygénés totaux avec des concentrations qui vont de 0,9 à 1,9 voient leur teneur diminuer pratiquement de moitié entre le début et la fin de la saison.

Les composés carbonyles, les esters et les alcools ont un comportement analogue, peut-être plus prononcé pour les alcools que pour les composés carbonyles.

Si l'on compare les modes de production des huiles essentielles on peut noter que les concentrations en com-

UN JOURNAL  
MIEUX FAIT  
EST MIEUX LU



Bénéficiez  
d'une information prioritaire.  
**INFORMATIONS CHIMIE  
HEBDO**

Chaque lundi sélectionne,  
analyse, commente les faits  
significatifs de la chimie et des  
secteurs industriels qui l'influencent.

Une équipe de spécialistes de  
la chimie et de l'économie qui parle  
le langage de ses lecteurs.  
Notre organisation est fondée sur un  
ensemble de publications spécialisées  
dans les secteurs de la chimie et  
des industries connexes.

Depuis près de 30 ans, notre équipe  
suit, analyse les faits économiques  
et techniques les plus significatifs  
pour en tirer, en les commentant,  
l'essentiel.

editions

SETE 5. RUE JULES-LEFEBVRE 75009 PARIS  
TEL. (1) 48.74.53.70  
TELEX EDISETE 650896 F  
TELECOPIEUR (1) 48.74.30.28  
Service Abonnements : Poste 434

## La mandarine

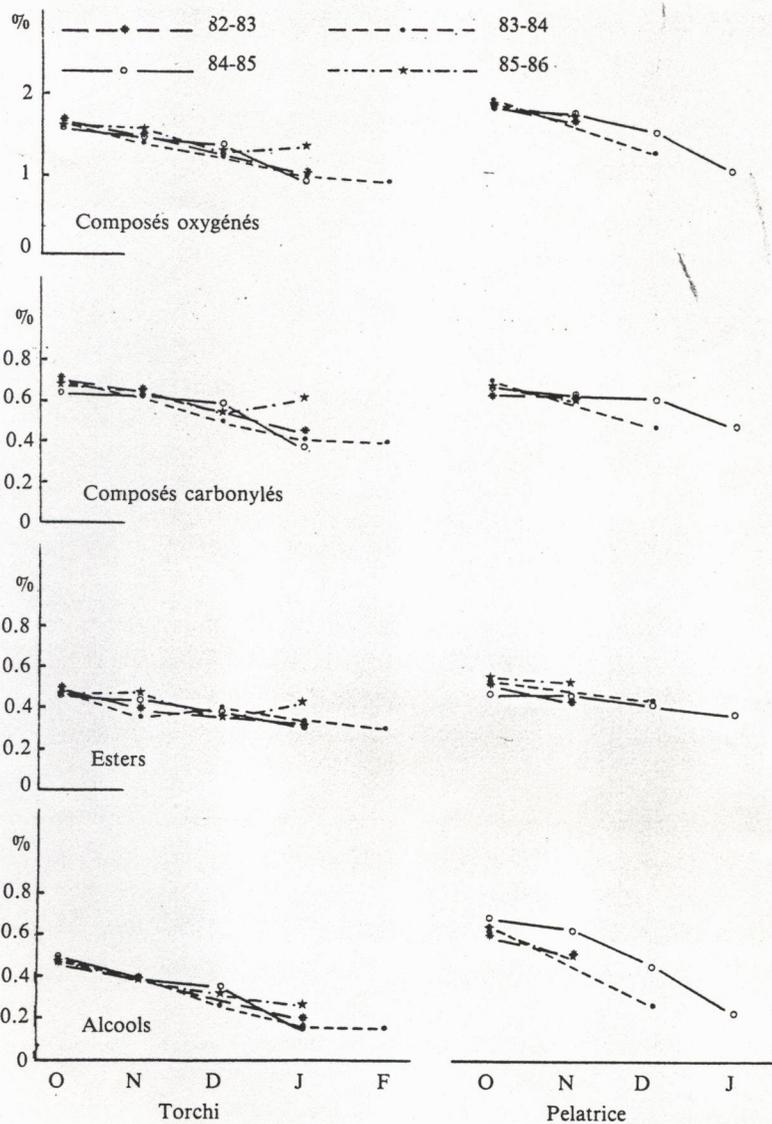


Figure 5. Comparaison des résultats relatifs à des composés oxygénés, des composés carbonylés, des esters et des alcools pour les huiles de mandarine pendant les quatre saisons de production (1982/83, 1983/84, 1984/85, 1985/86).

posés oxygénés totaux, en esters et alcool sont en moyenne plus élevées avec les systèmes Pelatrice qu'avec le système Torchi. Ceci est inversé pour les composés carbonylés, ceci est imputable à la technologie d'extraction; dans le système Torchi il n'y a pas de recyclage de la phase aqueuse comme cela se produit dans le système Pelatrice. Ceci provoque une soustraction constante des composés les plus hydrosolubles comme les composants oxygénés en général et les alcools en particulier.

La figure 6 regroupe les courbes de variation de quelques composés carbonylés. On remarque que la concen-

tration du synsénal a tendance à diminuer au cours de la saison alors que le comportement des autres constituants carbonylés, contenus en quantité mineure dans l'essence de mandarine, ont des comportements plus irréguliers et en particulier d'une année à l'autre.

Pour les alcools (figure 7), on remarque une diminution plus ou moins prononcée des concentrations moyennes pendant toute la période de production.

L'ensemble de ces résultats est en conformité avec ce que nous avons observé précédemment (6). Les huiles essentielles obtenues en début de sai-

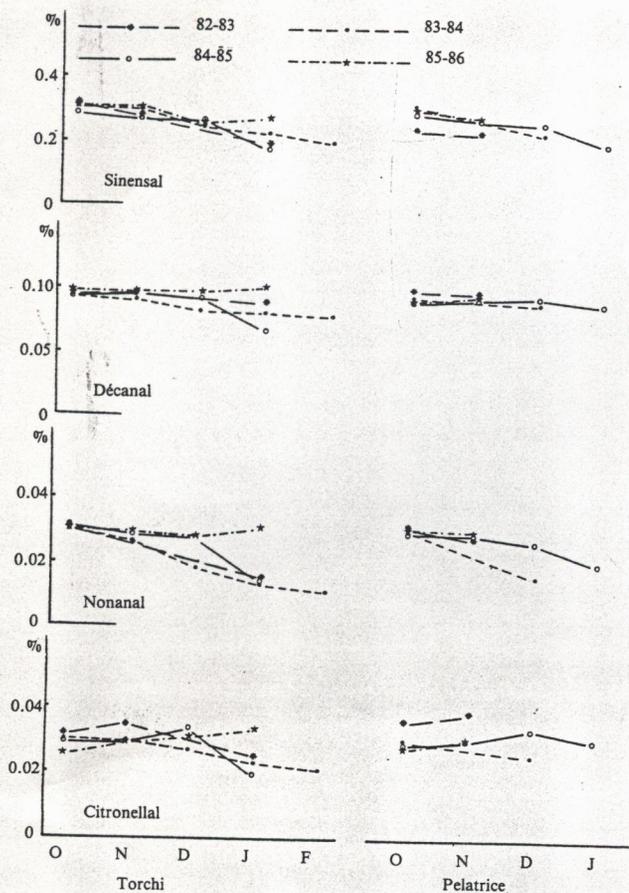


Figure 6. Comparaison des résultats relatifs au synsensal, décanal, nonanal et citronellal pour les huiles de mandarine pendant les quatre saisons de production (1982/83, 1983/84, 1984/85, 1985/86).

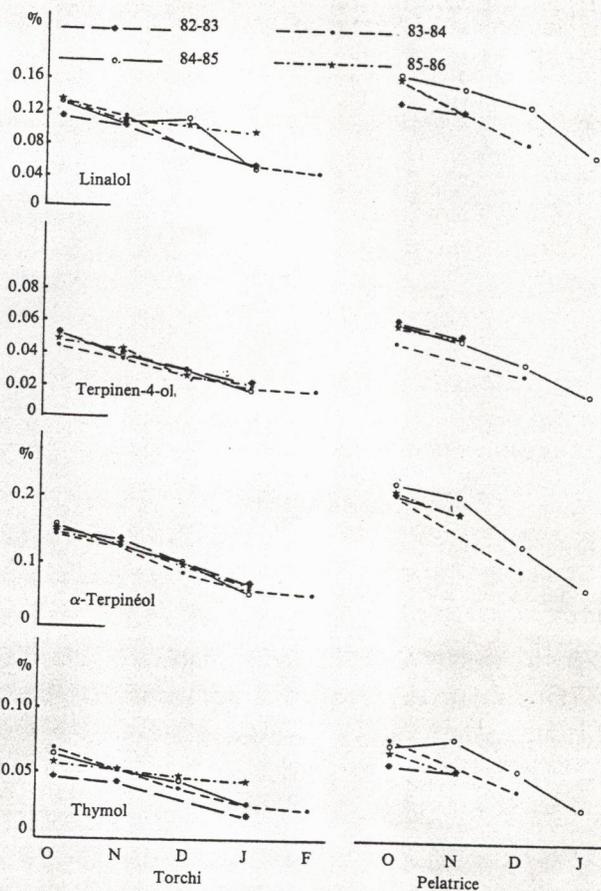


Figure 7. Comparaison des résultats relatifs au linalol, terpinène-4-ol, α-terpinéol et thymol pour les huiles de mandarine pendant les quatre saisons de production (1982/83, 1983/84, 1984/85, 1985/86).

son à partir de mandarines peu mûres, (fruits encore verts) et celles que l'on obtient en fin de saison à partir de fruits rouges car beaucoup plus mûrs, ont des compositions chimiques assez différentes.

Les essences de début de saison ont davantage de composés oxygénés totaux, et de sesquiterpènes, mais ont moins de monoterpènes totaux et en particulier moins de limonène (voir figure 3). Ceci permet d'expliquer pourquoi les rapports de concentration entre le limonène et tous les autres composants de l'huile essentielle sont très différents au début et à la fin de la saison de production.

## Conclusion

Les résultats de nos travaux d'analyse portant sur 4 campagnes de production et sur 266 échantillons au total peuvent être utilisés comme critère fondamental de pureté pour les huiles essentielles de mandarine. Ils peuvent servir, au cours d'analyse de contrôle

de la qualité pour prouver la pureté d'un échantillon inconnu.

Ce qui nous paraît important c'est qu'il convient de considérer les rapports qui peuvent exister entre certains paramètres.

Par exemple un échantillon qui contiendrait 19 % de  $\gamma$ -terpinène, 0,15 % d' $\alpha$ -terpinéol et 73 % de limonène ne peut être considéré comme pur bien que ces valeurs entrent dans les limites de concentration acceptée dans le « Profil chromatographique ». En effet il est extrêmement improbable que 19 % de  $\gamma$ -terpinène et 0,15 % d' $\alpha$ -terpinéol puissent coexister avec 73 % de limonène ; en effet quand les huiles essentielles de mandarine présentent des valeurs aussi élevées en  $\alpha$ -terpinéol et en  $\gamma$ -terpinène elles ne peuvent contenir que 68 à 69 % de limonène (voir figure 8). En fait l'échantillon analysé doit être un mélange de mandarine avec environ 10 % d'huile essentielle ou de terpène d'orange ce qui provoque l'augmentation de la concentration en limo-

nène. L'exemple qui vient d'être donné pourrait être multiplié, il est possible d'utiliser d'autres rapports entre d'autres constituants chimiques et la fiabilité des résultats en sera augmentée. Nous travaillons en ce sens actuellement. Nous pensons donc pouvoir prochainement publier une méthode de contrôle de qualité qui ne sera peut-être pas utilisable en analyse de routine mais qui devrait donner à l'utilisateur industriel la certitude qu'il a employé une huile essentielle pure et non adulterée.

Ceci n'enlève rien à l'intérêt qui est porté au « profil chromatographique » que l'on ajoute maintenant à toutes les monographies modernes consacrées aux huiles essentielles. Ces « profils » sont basés sur des limites inférieure et supérieure de concentration pour certains constituants convenablement choisis. Ces « profils » constituent une nouvelle caractéristique des huiles essentielles, utilisables lors de chaque analyse de routine et qui permet de garantir un niveau de qualité convenable.

## La mandarine

L'utilisation de rapports entre constituants qui découlent de l'étude que nous présentons ici permettra une analyse plus fine et un meilleur contrôle de la pureté de l'huile essentielle de mandarine d'origine italienne.

### Remerciements

Les auteurs désirent remercier la Maison Simone Gatto de Galati (Messine) et Monsieur Gianvincenzo Licandro de la Panagrum de Milazzo pour la collaboration fournie tout au cours de cette recherche.

### Bibliographie

1. A. Cotroneo, A. Trozzi et A. Di Giacomo : *Essenze Derivati Agrumari*, 55, 20 (1985)
2. G. Dugo, G. Licandro, A. Cotroneo et Giacomo Dugo : *Essenze Derivati Agrumari*, 53, 173 (1983)
3. G. Dugo, A. Cotroneo, G. Licandro et A. Verzera : *Essenze Derivati Agrumari*, 54, 62 (1984)
4. ISO 7609-1985 ou AFNOR NF T 75-401 - Analyse par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire. Méthode générale.
5. A. Verzera, A. Cotroneo, F. Salvo et G. Dugo, *Riv. It. Scien. Alim.* 16-331 (1987).

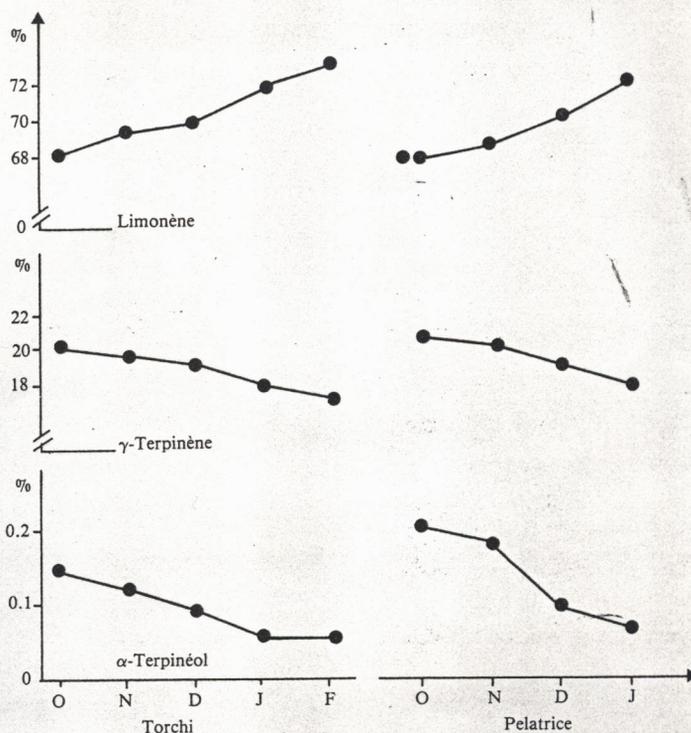
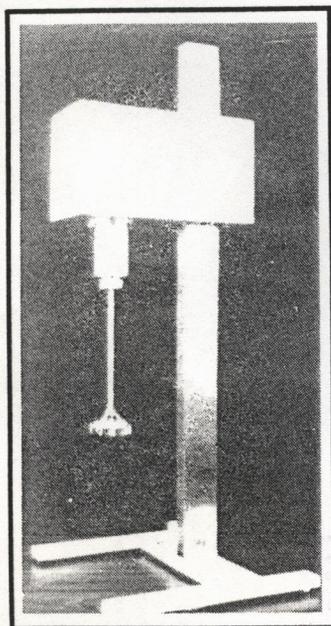


Figure 8. Rapports entre les progressions de limonène, de  $\gamma$ -terpène et d' $\alpha$ -terpinéol pour les huiles de mandarine des années 1982/83, 1984/85, 1985/86.

# MORITZ



## TURBO LAB 2000

Agitateur de laboratoire pour :

- MELANGES
- EMULSIONS
- DISPERSIONS
- DISSOLUTIONS

Extrapolation de l'échelon laboratoire à l'échelon industriel assuré.

7, avenue des Pommerots - 78400 CHATOU - France

Tél. (1) 39 52 56 56 - Télex MORITZ 696997 F - Télécopie (1) 39 52 50 40