

# EAUX FLORALES

Production – contrôles analytiques



novembre 2010

Congrès PAM - HAMMAMET

Michel Derbesy



- Industriellement : Sous produit de l'obtention des huiles essentielles
- Fractions aromatiques solubles dans l'eau des essenciers
- Produit principal à usage familial (Tunisie, Maroc, Iran....)

novembre 2010

Congrès PAM - HAMMAMET

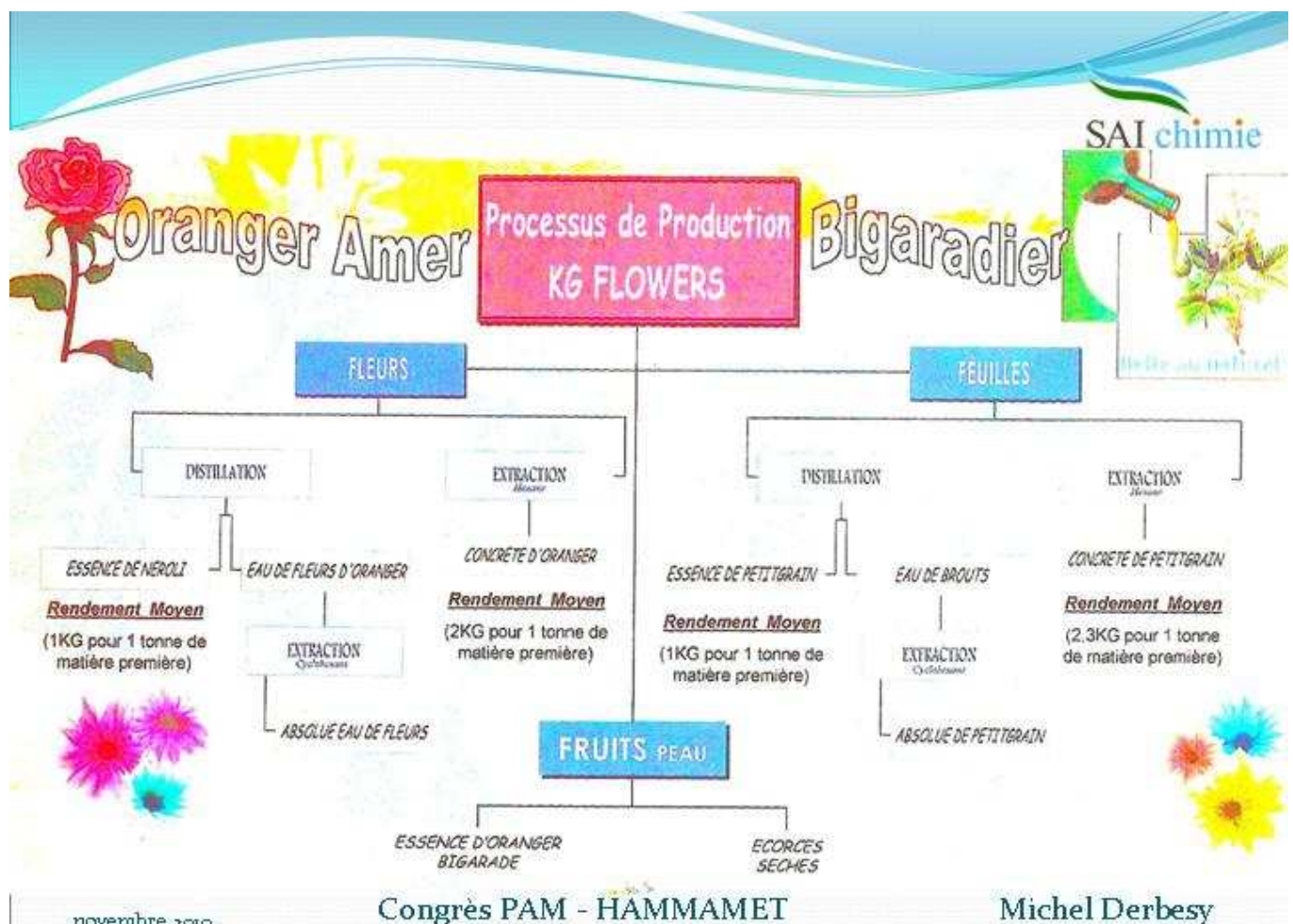
Michel Derbesy

- Matières premières aromatiques d'origine naturelle  
ISO-9225- Révision 27/05/2010

- Eaux Aromatiques – Hydrolats

*Note : Eaux de Fleur « de Rose » - Eau florale*

- Eaux Aromatisées : Produits reconstitués ou mélangés.



- Eau de fleurs d'orangers (plus de 1000 T/an)
- Eau de rose (de 1 à 5 T/an)
- Eau de géranium (1 à 2 T/an)
- Eau de jasmin (10 à 50 Kg/an)

- Problèmes de conservation
- Problèmes analytiques et de conformité

- Produit naturel 99% d'eau : délicat à conserver
- Naturalité : Filtration stérilisante <1-micron  
Lampe UV débactérisante

- Alimentation
- Cosmétologie
- Pharmacie
- Parfumerie

- Emballages verre ou fûts à usage alimentaire
- Emballages propres
- A l'abri de la lumière
- Remplis sans air dessus

Accessibles industriellement  
Plus difficile pour l'artisanat

- **Usage alimentaire** – Eaux de fleurs.....  
Eaux aromatisées
  - Arrêté du 02/10/1997 Dernière révision 06/05/2010
  - Acides : sorbique – benzoïque – Sels Na et Ba  
( $<1,5\text{g/l}$ )
- **Usage cosmétique** : eaux de fleurs ou aromatisées
  - Directive du Conseil du 27/07/1976 Dernière révision du 18/02/2005  
56 produits – 20 à titre provisoire
- **Usage pharmaceutique** : eaux de fleurs rose et oranger

- Extrait sec
- Teneur en huile essentielle
- Profil C.P.G. de l'extrait
- Quantification des 18 allergènes
- Analyse microbiologique
- Recherche et dosage des conservateurs

- Méthode officielle d'extraction Arrêté 15/11/1977
- Trois extractions liquide/liquide au pentane après saturation à 25% de la phase aqueuse.
- Évaporation du pentane à poids constant

- Pureté du solvant
- Volume de l'échantillon extrait
- Phase de séchage du solvant
- Évaporation à poids constant

## Dosage par SPME

- Principe : adsorption sur une fibre trempée dans l'échantillon additionné d'un étalon interne, suivie d'une analyse CPG
- On peut avoir en moins d'une heure de dosage et le profil CPG

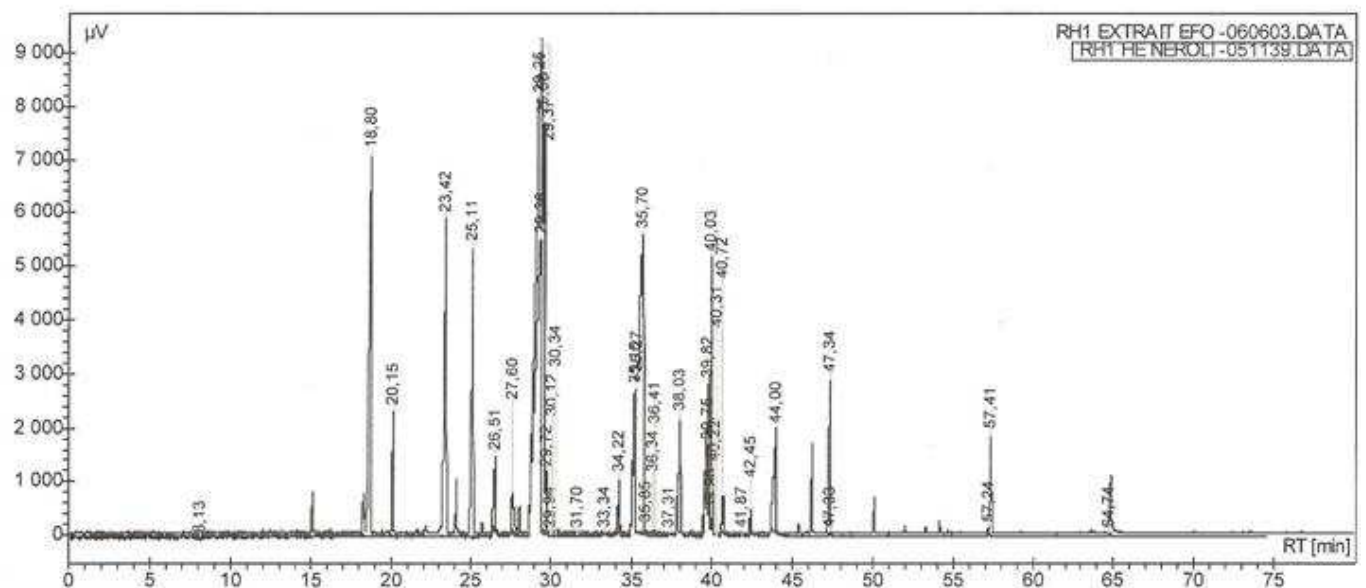
	Méthode d'extraction mg/L	Méthode SPME mg/L
Opérateur 1	265	317
Opérateur 2	270	320
Opérateur 3	309	320
Moyenne $\pm \sigma_n - 1$	281 $\pm$ 24	319 $\pm$ 2

N° Echantillon	Méthode d'extraction mg/mL	SPME mg/mL	Δ
28-4-99-Tunisie	410	430	+ 20
28-5-99-Tunisie	480	500	+ 20
28-5-99-Maroc	900	850	- 50
14-6-99-Tunisie	500	430	- 70
21-6-99-Tunisie	540	525	- 15
5-7-99-Maroc	430	440	+ 10
22-7-99-Espagne	370	300	- 70
1-9-99-Maroc	530	460	- 70
8-10-99-Tunisie	450	430	- 20
19-5-00-Tunisie	470	480	+ 10
23-11-99-Tunisie	400	420	+ 20
15-6-00-Tunisie	380	390	+ 20
26-6-00-Tunisie	380	380	0
26-6-00-Tunisie	500	510	+ 10
20-7-00-Tunisie	500	510	+ 10
15-9-00-Tunisie	260	280	+ 20
21-9-00-Maroc	490	510	+ 20
16-11-00-Compo	285	340	+ 55
27-11-00-Tunisie	440	470	+ 30
Valeur absolue de la moyenne des différences			- 2,63

novembre 2010

Congrès PAM - HAMMAMET

Michel Derbesy



Congrès PAM - HAMMAMET

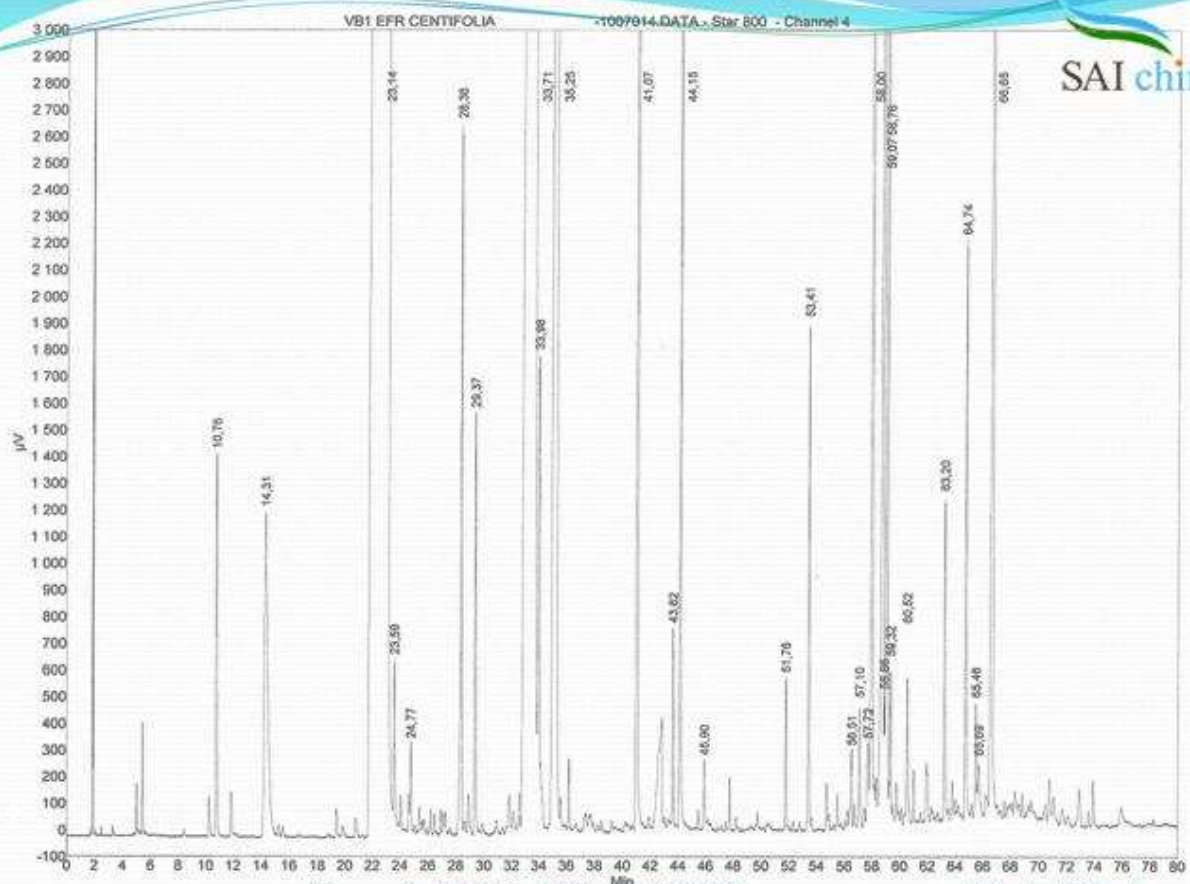
Michel Derbesy



Rendement d'extraction sur 1 litre =  $580 \pm 20$  mg/l

Analyse CPG de l'extrait au pentane sur colonnes VB 1 et DBWAX

Constituants	% relatifs	Constituants	% relatifs
méthylhepténone	0.8	acétate de phényléthyle	0.08
oxyde de déshydrolinalol	0.08	géraniol	5.3
(Z) oxyde de linalol	4.05	indole	0.95
(E) oxyde de linalol	2.45	vinyl-guaïacol	0.07
linalol	54.3	anthranilate de méthyle	3.65
alcool phényléthylique	1.5	acétate de néryle	0.13
phénylacétonitrile	1.5	acétate de géranyle	0.1
terpinène-1,ol-4	1.4	acide gérannique	0.75
$\alpha$ -terpinéol	19.0	(E) nérolidol	0.15
nérol	2.55	(E,E) farnésol	0.15

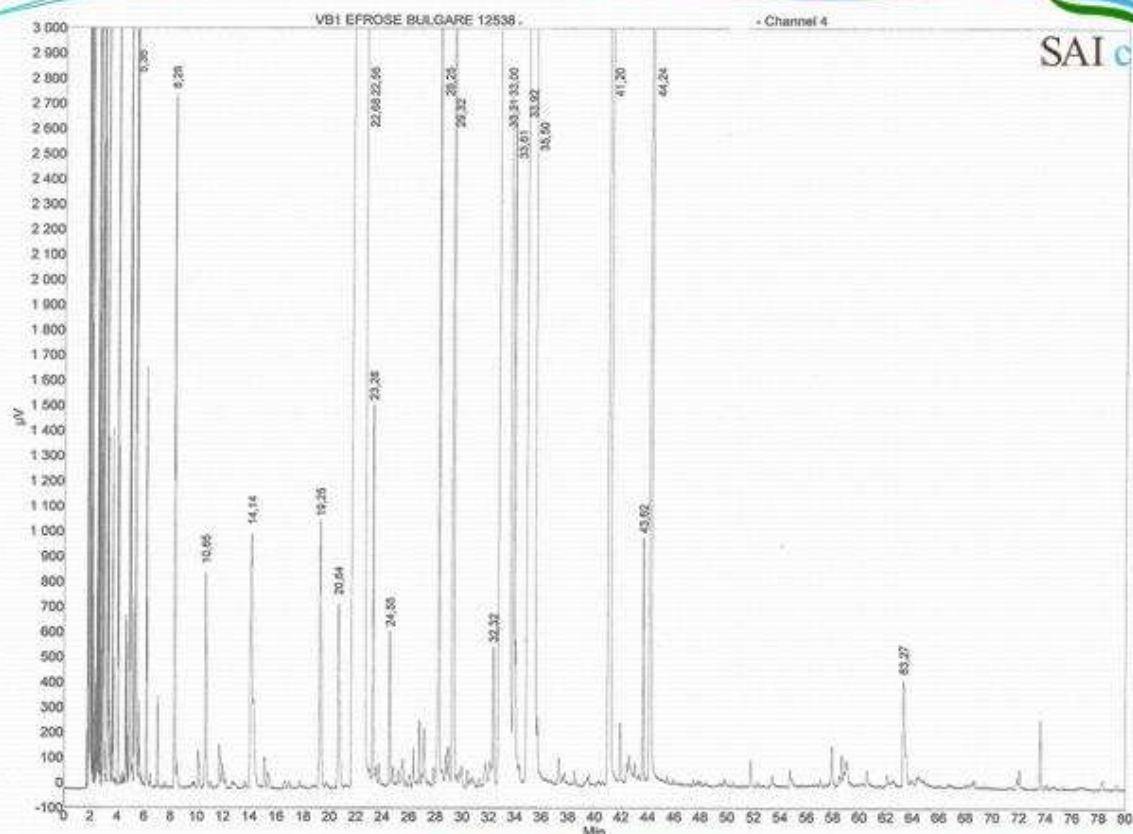


- Rendement d'extraction sur 1 litre =  $90 \pm 10$  mg/l

- Analyse CPG de l'extrait au pentane sur colonnes VB 1 et DBWAX

Constituants	% relatifs	Constituants	% relatifs
méthylhepténone	0.25	géraniol	7.35
alcool benzylique	0.6	géraniol	0.15
alcool phényléthylque	53.4	eugénol	1.35
linalol	0.7	acétate de géranyle	0.12
(Z) oxyde de rose	0.12	méthyleugénol	0.75
(E) oxyde de rose	0.06	10-épi- $\gamma$ -eudesmol	1.35
terpinène-1-ol-4	0.5	$\beta$ -eudesmol	2.2
$\alpha$ -terpinéol	0.35	$\alpha$ -eudesmol	1.45
citronellol	21.45	élémol	0.3
nérol	4.0	(E,E) farnésol	0.4
néral	0.15	acide gérannique	0.3
acétate de phényl-éthyle	0.45	p-tertio-butyl-o-crésol	1.5

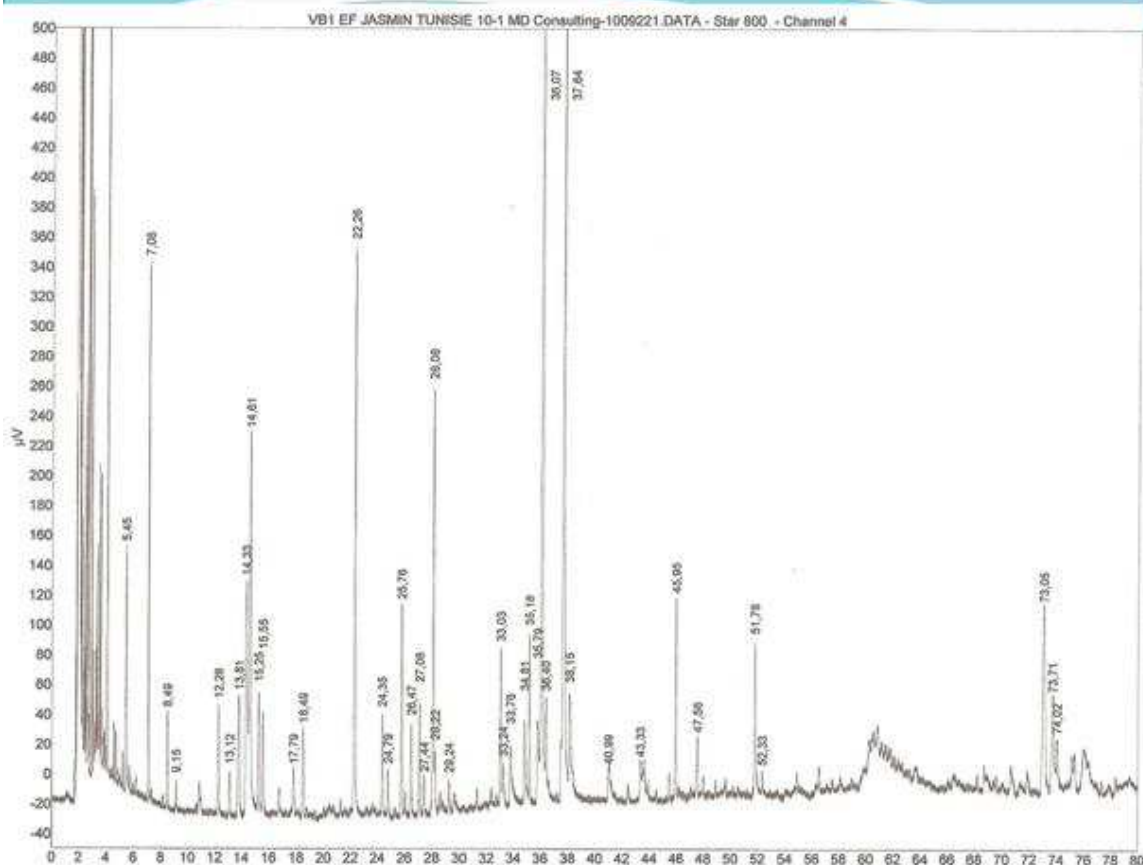
N.B. : Composition similaire aux lots antérieurs de Rose de Mai ( centifolia ).



- Rendement d'extraction sur 1 litre =  $420 \pm 20$  mg/l

- Analyse CPG de l'extrait au pentane sur colonnes VB 1 et DBWAX

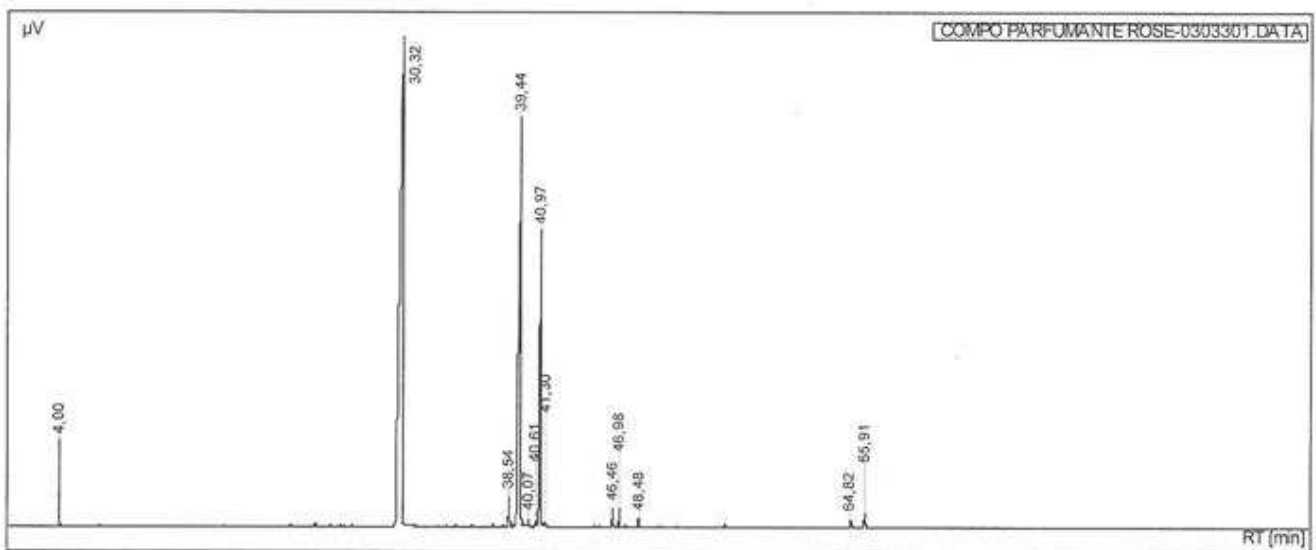
Constituants	% relatifs	Constituants	% relatifs
méthylhepténone	0.19	$\alpha$ -terpinéol	1.52
alcool benzylique	0.45	citronellol	17.45
(Z) oxyde de linalol	0.32	nérol	12.65
(E) oxyde de linalol	0.23	néral	1.2
alcool phényléthylique	21.3	acétate de phényl-éthyle	0.7
linalol	6.0	géraniol	27.2
phénylacétonitrile	0.05	géranial	1.3
(Z) oxyde de rose	0.26	eugénol	5.2
(E) oxyde de rose	0.11	méthyleugénol	2.6
terpinène-1-ol-4	0.63	acide géranique	0.05

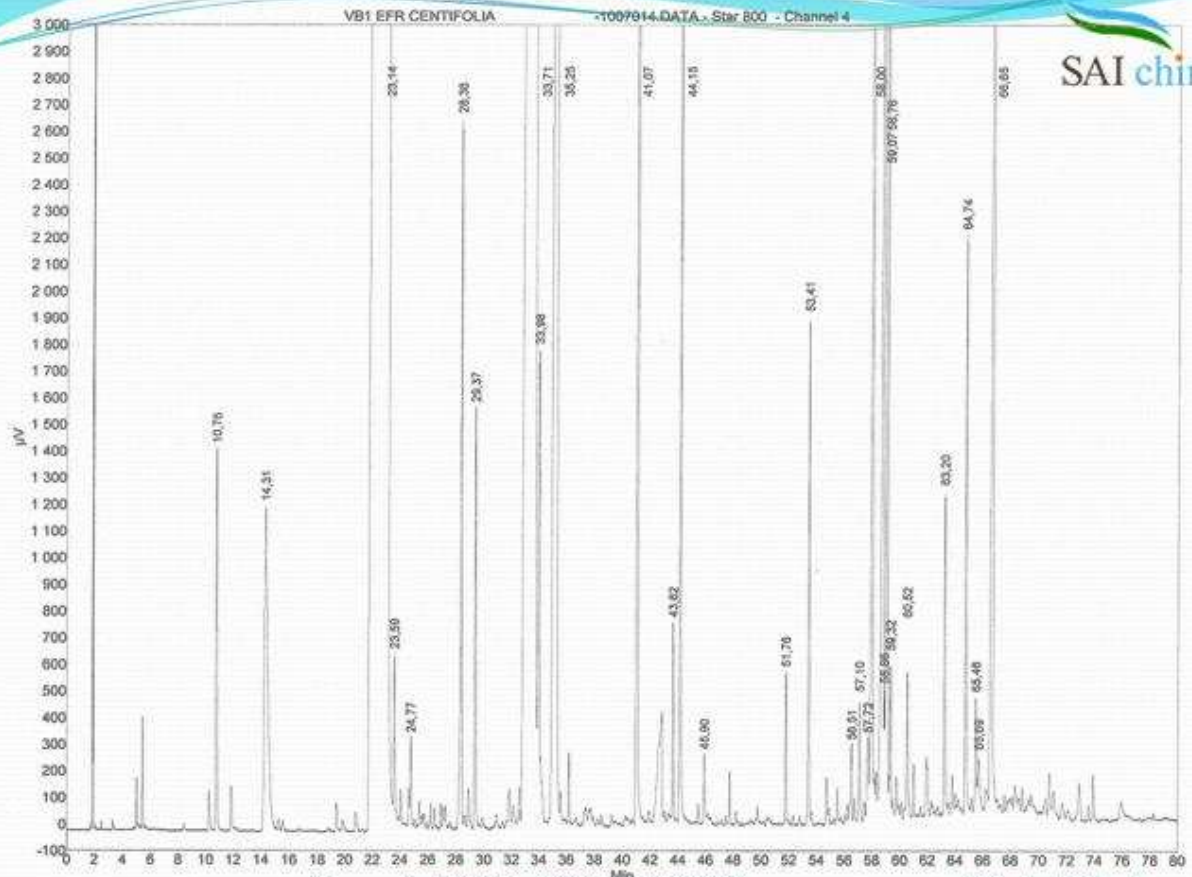


Rendement d'extraction sur 1 litre =  $30 \pm 2$  mg/l

Analyse CPG de l'extrait au pentane sur colonne VB 1

Constituants	% relatifs	Constituants	% relatifs
hexanol-1	3,5	géraniol	2,2
octanol-3	2,5	2,4-tertio butyl phénol	
alcool benzylique	8,8	indole	18,3
p-méthyl crésol	0,7	eugénol	0,7
benzoate de méthyle	1,8	(Z) jasmone	3,5
linalol	9,5	(E) $\alpha$ -bergamotène	1,1
acétate de benzyle	3,8	géranyl linalol	8,9
terpinène-1,ol-4	6,8	acide palmitique	2,6



novembre 2010

Congrès PAM - HAMMAMET

Michel Derbesy



- Extrait sec
- Teneur en huile essentielle
- Profil C.P.G. de l'extrait
- Quantification des 18 allergènes
- Analyse microbiologique
- Recherche et dosage des conservateurs

novembre 2010

Congrès PAM - HAMMAMET

Michel Derbesy

- Patrick PELLERIN

- Georges MARCHISIO

- Frédéric SALTRON