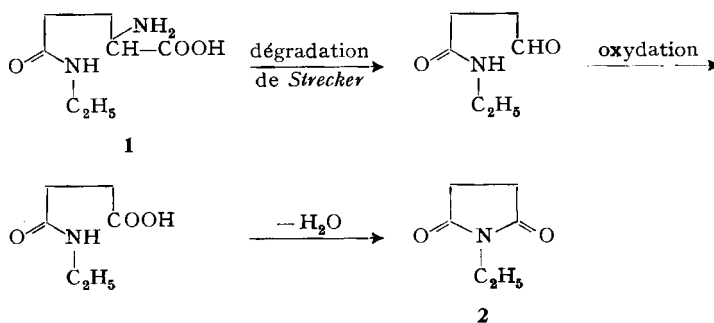


Schema



4. Conclusions. – Parmi ces 17 substances nouvellement identifiées dans l'arôme de thé noir, il en existe un certain nombre présentes à l'état de traces. Néanmoins, leur intensité olfactive assez importante joue un rôle non négligeable dans l'équilibre aromatique de l'infusion de thé noir correspondante. La majeure partie de ces constituants sont des composés possédant un caractère intrinsèque fleuri et fruité que l'on rencontre plus particulièrement dans les thés parfumés tels que Darjeeling, Kenya, Ceylan, Chine et Oolong.

Ce travail de recherche nous permet d'affirmer de manière sûre qu'au moins 187 constituants aromatiques sont présents dans l'arôme de thé noir.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] F. Müggler-Chavan, R. Viani, J. Bricout, D. Reymond & R. Egli, *Helv.* 49, 1763 (1966); J. Bricout, R. Viani, F. Müggler-Chavan, J. P. Marion, D. Reymond & R. Egli, *Helv.* 50, 1517 (1967); F. Müggler-Chavan, R. Viani, J. Bricout, J. P. Marion, H. Mechtler, D. Reymond & R. Egli, *Helv.* 61, 549 (1969).
- [2] H. A. Bondarovich, A. S. Giammarino, J. A. Renner, F. W. Shephard, A. J. Shingler & M. A. Gianturco, *J. agric. Food chemistry* 15, 36 (1967).
- [3] T. Yamanishi, *J. Jap. Soc. Food. Nustr.* 21, 4 (1968); S. Sato, S. Sasakura, A. Kobayashi, Y. Nakatani & T. Yamanishi, *Agr. biol. chemistry* 34, 1355 (1970); K. Ina & H. Eto, *Agr. biol. chemistry* 36, 1027 (1972).
- [4] T. Yamanishi, Y. Kita, K. Watanabe & Y. Nakatani, *Agr. biol. chemistry* 36, 1153 (1972).

25. Sur la composition de l'arôme de thé noir V

par **Paul Cazenave** et **Ian Horman**

Société d'assistance technique pour produits Nestlé S. A. Vevey

(20. XII. 73)

Summary. Methyl anthranilate, geranylacetone and five lactones: γ -valerolactone, γ -heptalactone, γ -décylactone, δ -décylactone, 5-hydroxy dec-7-enoic acid-lactone have recently been identified in black tea aroma by means of GC./MS. and by sniffing the effluent from a gas chromatograph. Their intrinsic character, rather fruity and flowery, gives a certain freshness and an agreeable note to the aroma.

Introduction. – L'étude de l'arôme de thés noirs de Kenya, de Darjeeling, de Ceylan et d'Assam nous a permis d'identifier sept nouvelles substances. Deux de ces constituants aromatiques ont récemment été trouvés par *Yamanishi et al.* dans le thé noir de Ceylan [1]. Grâce à cette identification qui complète les résultats déjà décrits [2], il est possible d'affirmer qu'au moins 194 composants aromatiques sont présents dans l'arôme de thé noir.

Partie expérimentale. – 1. *Préparation des échantillons.* La préparation des échantillons se fait en suspendant le thé noir considéré dans de l'eau distillée et en soumettant cette suspension à un entraînement à la vapeur d'eau à pression atmosphérique. L'extraction par le dichlorométhane purifié du condensat aqueux recueilli permet, après séchage et concentration, d'obtenir un faible volume d'arôme dont l'odeur très plaisante est caractéristique du thé noir. Quatre thés noirs sont analysés de la sorte que nous avons codés de la manière suivante: Kenya (K), Darjeeling (D), Ceylan (C), Assam (A).

2. *Identification des nouvelles substances par couplage GC./MS.* L'appareillage utilisé comprend un chromatographe en phase gazeuse *Pye Unicam*, type 104 et un spectromètre de masse à basse résolution *AEI*, type MS20. Le chromatographe est équipé d'une colonne S.C.O.T. en acier inoxydable, renfermant du carbowax 20M (longueur 50 pieds, diamètre intérieur 0,5 mm) et le spectromètre de masse d'un séparateur à membrane.

Afin d'avoir une élution progressive des constituants aromatiques, on utilise la programmation en température de 60° à 190° à raison de 2°/min.

Les spectres de masse relatifs aux substances nouvellement identifiées sont comparés avec ceux des substances de référence pures (Tableau 1).

3. *Vérification par chromatographie en phase gazeuse.* – a) *Identification analytique:* Chaque substance identifiée par couplage GC./MS. voit sa position chromatographique définie dans un chromatogramme étalon de thé noir, obtenu avec un appareil *Perkin-Elmer* F20 équipé d'une colonne capillaire en acier inoxydable à grand pouvoir séparateur. Cette colonne a les caractéristiques suivantes: longueur 50 m, diamètre intérieur: 0,25 mm, phase stationnaire: carbowax 20M, programmation en température: 60°–200° à raison de 1,5°/min.

Tableau 1. Spectres de masse (*m/e*) des substances nouvellement identifiées

γ -valerolactone ^{a)} :	100 (10), 85 (33), 57 (15), 56 (100), 43 (40), 41 (70), 39 (16), 29 (73), 28 (73), 27 (44)
γ -heptalactone ^{b)} :	128 (3), 110 (8), 85 (100), 57 (14), 56 (22), 55 (10), 43 (12), 42 (10), 41 (14), 29 (30).
anthranilate de méthyle ^{b)} :	151 (47), 120 (35), 119 (100), 92 (60), 91 (17), 65 (44), 64 (15), 63 (17), 52 (13), 39 (33)
lactone de l'acide décénoïque-7-hydroxy-5 ^{c)} :	168 (9), 99 (100), 71 (71), 55 (51), 44 (26), 43 (39), 42 (15), 41 (36), 39 (15), 27 (19)
γ -déalactone ^{d)} :	170 (0,3), 128 (17), 85 (100), 57 (11), 56 (13), 55 (14), 43 (14), 41 (14), 29 (24), 28 (11)
δ -déalactone ^{b)} :	170 (35), 114 (16), 99 (100), 71 (41), 70 (34), 56 (17), 55 (30), 43 (27), 42 (31), 41 (24)
géranylacétone ^{c)} :	194 (1,2), 151 (4), 136 (4), 125 (6), 107 (4), 69 (30), 68 (4), 67 (4), 51 (5), 43 (100)

a) Fournisseurs des substances de référence: *Fluka* AG., Buchs (Suisse).

b) Fournisseurs des substances de référence: *Kand K.* (USA).

c) Fournisseurs des substances de référence: *Covalon* (Suisse).

d) Fournisseurs des substances de référence: *Aldrich* (USA).

La comparaison des positions chromatographiques ainsi obtenues, en bon accord avec celles des substances de référence, apporte une première vérification à l'identification faite par couplage GC./MS.

b) *Identification olfactive*: Ce genre d'identification est réalisé à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse *Perkin-Elmer*, type 900, équipé d'une colonne conventionnelle en acier inoxydable. Les caractéristiques de cette colonne sont: longueur: 4 m, diamètre intérieur: 2,7 mm, remplissage: carbowax 20M: 15% sur chromosorb W. A.W. 60-80, programmation en température: 50°-200° à raison de 2°/min.

Le principe de l'expérience consiste à éluer directement vers l'atmosphère la plus grande partie de chaque constituant aromatique à sa sortie de la colonne chromatographique. Cette élution doit être pratiquée de manière à ce que son évaluation olfactive puisse être effectuée à l'enregistrement du pic chromatographique correspondant. Une élution semblable est pratiquée ensuite avec les substances de référence à l'état pur afin de contrôler l'évaluation précédente.

L'analyse par cette méthode des quatre thés noirs considérés, nous permet d'avoir une deuxième vérification à l'identification faite par couplage GC./MS. (Tableau 2).

Tableau 2. *Analyse olfactive des substances nouvellement identifiées dans les thés noirs K, D, C, et A*

Substances nouvellement identifiées	caractéristiques olfactives
γ -valerolactone:	agréable – herbeux et légèrement fleuri
γ -heptalactone:	agréable – légèrement fleuri
anthranilate de méthyle:	très doux et très fruité
lactone de l'acide décénoïque-7-hydroxy-5 ^a):	fleuri – très agréable et légèrement fruit sec
γ -décalactone	doux-fruité (pêche)
δ -décalactone ^a):	très doux – légèrement fleuri – fruité (pêche)
géranylacétone:	doux et très frais

^a) Ce composé a été récemment trouvé par *Yamanishi et al.* [1] dans l'arôme de thé noir de Ceylan, ce qui confirme nos résultats.

Conclusions. – L'anthranilate de méthyle, la géranylacétone et cinq lactones ont été nouvellement identifiés dans l'arôme de thé noir par couplage chromatographie en phase gazeuse – spectrométrie de masse et olfactivement par chromatographie en phase gazeuse. Ces substances à note olfactive intrinsèque fleurie – fruitée ou légèrement verte (herbeuse) apportent une certaine fraîcheur à ce genre d'arôme.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] *T. Yamanishi, H. Kawatsu, T. Yokoyama & Y. Nakatani*, Agr. biol. Chemistry 37 (5), 1075 (1973).
 [2] *P. Cazenave, I. Horman, F. Müggler-Chavan & R. Viani*, Helv. 57, 206 (1974).