

L'étude interdisciplinaire des parfums anciens au prisme de l'archéologie, la chimie et la botanique : l'exemple de contenus de vases en verre sur noyau d'argile (Sardaigne, VI^e-IV^e s. av. J.-C.)

*The Interdisciplinary Study of the Ancient Perfumes in the Prism
of the Archaeology, the Chemistry and the Botany: The Example of Contents
of Glass Vases (Sardinia, 6th-4th BC)*

Dominique FRÈRE*, Elisabeth DODINET** et Nicolas GARNIER***

Résumé : Les analyses de contenus organiques ne sont pas encore systématiques, mais sont de plus en plus sollicitées dans le cadre de problématiques liées aux activités de production, de transformation de matières premières, aux méthodes et pratiques de stockage, de transport, de conservation, de consommation, et aux rituels d'offrandes faites aux divinités et aux défunts. Cependant, l'intérêt et la fiabilité des données issues de ces analyses chimiques dépendent de nombreux facteurs qui tiennent autant au choix, au nombre, à la conservation des objets et structures à échantillonner, qu'aux protocoles de prélèvements et d'analyses qui doivent être définis en fonction de la problématique proposée par les archéologues. Les données obtenues se présentent sous la forme de marqueurs chimiques partiellement conservés qui permettent de proposer des identifications plus ou moins précises de matières d'origine animale et végétale, posant souvent des problèmes d'interprétation et invitant à reconsidérer certaines des hypothèses issues d'autres sources. Cette problématique sera éclairée par un exemple portant sur le camphre et tiré du programme Perhamo (Produits et Résidus Huileux Antiques de la Méditerranée Occidentale), qui a permis d'analyser plus de 200 prélèvements de contenus de vases et de structures que l'on considérait comme liés à la production, au stockage et à l'utilisation d'huile et de parfums. Les contenus de sept vases en verre sur noyau d'argile ont fait l'objet d'analyses chimiques et d'interprétations botaniques.

Abstract: *The analyses of organic contents are not yet systematic but are increasingly used in order to document the production, transformation, transportation, conservation and consumption, especially funerary offerings and rituals, practices of antique organic materials. However, the relevance and accuracy of the data obtained depends upon the choices and the representativeness of the materials samples, as much as upon the conservation conditions of the vessels and the methodologies selected, which need to be designed according to the set of questions formulated by archaeologists. The results obtained are degraded chemical markers allowing more or less trustworthy interpretations of the vegetal and/or animal organic components. The steps involved and the issues raised will be analysed through two examples taken from the Perhamo (Products and Oily Residues of the Western Mediterranean) program. This research program has allowed for the analysis of more than 200 samples of organic contents of vases and structures, considered linked to the production, stocking and utilisation of oil and perfume in the Mediterranean. The contents of seven glass vases were the object of chemical analyses and botanical interpretations.*

Mots clé : *Alpha-campholénal, analyses organiques, camphre, huiles, interprétation, matières premières végétales, Méditerranée occidentale, parfums.*

Keywords: Alpha-campholenal, camphor, interpretation, oils, organic contents, perfumes, vegetal materials, Western Mediterranean.

* Maître de conférences, Université de Bretagne-Sud, 04, rue Jean-Zay, 56 321 Lorient, UMR 8546 (AOROC) CNRS-ENS Ulm. (frere@univ-ubs.fr)

** Rue principale, le Bourg, 12 560 Saint-Laurent-d'Oli, Chercheur associé à l'UMR 8546 (AOROC) CNRS-ENS Ulm. (e.dodinet@wanadoo.fr)

*** SAS Laboratoire Nicolas Garnier, 32 rue de la Porte-Robin, 63270 Vic-le-Comte, Chercheur associé à AOROC ENS Ulm (CNRS UMR 8546), à Paris I (ARSCAN, CNRS UMR 7041) et à la MMSH Aix-en-Provence (UMR CNRS 6573). (labo.nicolasgarnier@free.fr)

1. INTRODUCTION

Le programme de recherche « Perhamo », lauréat 2007 de l'Agence Nationale de la Recherche, réunit les compétences pluridisciplinaires de chercheurs appartenant à trois laboratoires (l'un d'archéologie, l'autre de chimie moléculaire et le dernier de paléogénétique)¹ et travaillant dans des domaines distincts mais complémentaires (voir l'introduction de Frère, Hugot, 2012). Si la collaboration entre chercheurs appartenant à des disciplines très différentes n'est pas chose si difficile en ce qui concerne la mise en place d'une problématique de recherche, l'interprétation croisée des divers résultats, obtenus selon des méthodes très différentes, peut s'avérer complexe. Ceci est d'autant plus vrai quand ces résultats, loin de conforter les hypothèses construites, apportent des données nouvelles, tellement inédites qu'elles sortent du champ d'investigation traditionnel de l'historien ou de l'archéologue, le forçant à remettre en cause des thèses qui semblaient assurées. Nous avons plusieurs fois été confrontés, dans le cadre du programme Perhamo, à l'inconnu que représentent des données originales et apparemment anachroniques, comme la présence d'une pâte de *Citrus* dans une oenochoé punique du v^e siècle ou celle de camphre dans des petits vases à parfum préromains mis au jour en Sardaigne. C'est ce second exemple que nous développerons dans cet article afin de mettre en valeur la complémentarité des méthodes et des savoirs scientifiques et l'apport décisif de l'archéobotanique à un problème archéologique éminemment complexe.

La fin de la période archaïque en Méditerranée voit un véritable essor des vases en verre moulé sur noyau d'argile (Massar, 2008), sans que l'on connaisse bien les ateliers de production (Arveiller-Dulong et Nenna, 2000, p. 15). Les petits contenants reprennent les formes si fréquentes dans le répertoire grec des vases à parfum en céramique comme l'aryballe, l'alabastré et l'amphorisque (Harden, 1981; Uberti, 1993). Ils s'en distinguent toutefois par leur taille, plus petite, et donc par leur capacité volumétrique moindre qui atteste sans aucun doute que leur contenu était plus précieux que celui de simples vases en céramique. Notons d'ailleurs que le verre se prête mieux à la conservation des parfums que la céramique, qui, de plus, est poreuse. Mais quels peuvent-être ces parfums? Les composants principaux étaient formés d'un ou de plusieurs excipients (la base grasse qui capte les principes odorants), d'essences (les substances odorantes tirées du monde végétal en particulier mais aussi du monde animal) et de fixatifs (qui permettent de fixer l'odeur à l'excipient et d'en assurer la conservation). Dans

le cadre du programme Perhamo, l'analyse de contenus de plus de 200 vases à huile parfumée antiques en céramique a révélé la présence dominante de matières grasses (la plupart du temps des huiles végétales et quelques fois des graisses animales), d'oléorésines, de cire d'abeille et de produits laitiers, celle d'essences végétales autres n'étant que très rarement détectée. Dans ce contexte, l'attestation de substances camphrées et d'extraits de plantes à vertus médicinales dans des vases en verre sur noyau d'argile se révèle profondément originale et pourrait attester d'une production particulière d'huile parfumée, beaucoup plus précieuse que celles contenues dans les vases en céramique de la même époque.

2. MÉTHODES

Nous avons procédé à des prélèvements à l'intérieur de plus de 200 contenants antiques (pour la majorité préromains) de la Méditerranée occidentale pour analyse chimique de leurs contenus organiques (Garnier, 2010). Il s'agit de contenants considérés comme vases à substances parfumées en céramique, en albâtre, en faïence, en verre soufflé et en verre moulé sur noyau d'argile. Les prélèvements ont été opérés pour partie sur du matériel de musée, pour partie sur du matériel sorti de fouilles en coopération avec les archéologues concernés. Chaque matériel analysé a été décrit, photographié, dessiné et enregistré puis analysé par des méthodes d'analyse organique, notamment en chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS). Les marqueurs chimiques obtenus ont été d'une part confrontés aux bases de données chimiques disponibles, permettant de cerner les espèces végétales candidates, d'autre part discutés par une démarche croisée de chimie organique et d'archéobotanique pour réduire le champ des interprétations. Celles-ci sont ensuite confrontées aux données disponibles dans d'autres sources (archéologie, épigraphie) pour proposer des pistes d'interprétation.

Brièvement, le matériel en verre a été prélevé en deux étapes : (i) un grattage délicat de l'intérieur afin de recueillir toute particule solide, (ii) un rinçage des parois internes à l'aide de solvants (dichlorométhane/méthanol) après humidification. Au laboratoire, les prélèvements sont extraits par le même mélange de solvants (ultrasons, 20 min), centrifugés, filtrés et évaporés à sec. Après reprise dans 100 µL de dichlorométhane, 50 µL sont dérivés par triméthylsilylation, l'autre partie destinée à l'analyse directement. Les échantillons bruts ou dérivés sont analysés en chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (Thermo GC Trace – DSQ II), utilisant une colonne sépa-

1. Voir la présentation de ce programme sur le site internet de l'UMR 8546 : [www.archeo.ens.fr].

relative Zebron 5MSi 20 m × 0.18 mm × 0.1 µm et une ionisation par impact électronique (70 eV).

Les molécules identifiées par leur spectre de masse sont ensuite interprétées en croisant les approches chimiques (interrogation des bases de données), archéobotaniques et archéologiques (espèces plausibles compte tenu de la documentation écrite et/ou picturale, des attestations archéobotaniques et palynologiques et des relations commerciales connues ou supposées pour la période). En effet, le passage de l'identification de molécules à des hypothèses raisonnablement solides quant aux espèces sources constitue un exercice difficile. D'une part, toutes les espèces n'ont pas été analysées – loin de là – et ce simple constat rend toute assignation incertaine. D'autre part, un bon nombre des molécules identifiées sont ubiquistes dans le règne végétal, ce qui rend l'assignation à une espèce difficile. Parmi les espèces identifiées dans la littérature biochimique et pharmacognosique, certaines peuvent être facilement exclues sur la base de leur distribution géographique. Cependant, les relations du monde méditerranéen avec certaines zones (Chine, Asie du Sud-Est, Indonésie) font encore débat, même si elles semblent pouvoir être posées au moins pour la seconde moitié du I^{er} millénaire av. n.-è. pour l'océan Indien (Salles, 1996). La question de savoir si des espèces de ces zones peuvent ou doivent être incluses comme candidates possibles est, donc, souvent délicate à trancher surtout pour le I^{er} millénaire avant notre ère et requiert la collaboration avec les archéologues pour la phase d'interprétation. Lorsqu'une série de composés a pu être identifiée, une analyse sur l'ensemble permet, dans certains cas, de réduire le champ des espèces candidates par approches successives (Beck *et al.*, 2008, 13), notamment par le profil d'ensemble de l'analyse et l'intensité relative des pics, mais pour les parfums, comme pour les préparations médicinales, la présomption de mélanges incite à la prudence avant d'assigner une série de composants à une espèce et une seule.

3. ÉCHANTILLONS

Parmi les quelques 200 objets analysés dans le cadre du programme Perhamo, nous restreignons ici notre présentation à une série de sept vases en verre moulé sur noyau d'argile présentant la particularité d'avoir révélé la présence de substances camphrées dans leurs contenus. Conservés au musée de Cagliari, ils proviennent de Sardaigne et appartiennent à des types amplement diffusés en Méditerranée occidentale (Feugère 1989) de la fin du VI^e s. jusqu'au début du IV^e s. av. J.-C. (tableau 1).



Aryballe : n° inv. 26 866. Hauteur : 6,2 cm ; diamètre maximal : 5,6 cm

Provenance : nécropole de Tharros, contexte inconnu

Attribution : premier groupe méditerranéen

Datation : 1^{re} moitié du VI^e-début du IV^e s. av. J.-C.

Bibliographie : Uberti 1993, n° 22, p. 92, pl. IV



Aryballe : n° inv. 23173. Hauteur : 6,2 cm ; diamètre maximal : 5,8 cm

Provenance : nécropole de Nora, tombe 7

Attribution : premier groupe méditerranéen

Datation : 1^{re} moitié du VI^e-début du IV^e s. av. J.-C.

Bibliographie : Uberti 1993, n° 23, p. 92, pl. IV



Aryballe : n° inv. 25785. Hauteur : 5,9 cm ; diamètre maximal : 4,7 cm
 Provenance : nécropole d'Olbia, contexte inconnu
 Attribution : premier groupe méditerranéen
 Datation : 1^{re} moitié du VI^e-début du IV^e s. av. J.-C.
 Bibliographie : Uberti 1993, n° 24, p. 92, pl. IV



Amphorisque : n° inv. 93. Hauteur : 7 cm ; diamètre maximal : 4,3 cm
 Provenance : inconnue
 Attribution : premier groupe méditerranéen
 Datation : 1^{re} moitié du VI^e-début du IV^e s. av. J.-C.
 Bibliographie : Uberti 1993, n° 15, p. 91, pl. VI



Oenochoé : n° inv. 9668. Hauteur : 7,8 cm ; diamètre maximal : 4,2 cm
 Provenance : inconnue
 Attribution : premier groupe méditerranéen
 Datation : 1^{re} moitié du VI^e-début du IV^e s. av. J.-C.
 Bibliographie : Uberti 1993, n° 31, p. 93, pl. VI



Amphorisque : n° inv. R4807. Hauteur : 7,7 cm ; diamètre maximal : 4,2 cm
 Provenance : inconnue
 Attribution : premier groupe méditerranéen
 Datation : 1^{re} moitié du VI^e-début du IV^e s. av. J.-C.
 Bibliographie : Uberti 1993, n° 17, p. 91, pl. III



Alabastre : n° inv. R4807. Hauteur : 9,9 cm ; diamètre maximal : 2,5 cm

Provenance : nécropole de Nora, contexte inconnu

Attribution : premier groupe méditerranéen

Datation : 1^{re} moitié du VI^e-début du IV^e s. av. J.-C.

Bibliographie : Uberti 1993, n° 6, p. 89, pl. I

Tableau 1 : (Voir planche couleur) Liste des vases en verre analysés et provenant du musée archéologique national de Cagliari.

Table 1 : (See colour plate) List of glass unguentaria analysed, from the Archaeological National Museum of Cagliari.

Dans la suite de l'étude – et en raison des résultats analytiques, notamment la détection de dérivés mono- et sesquiterpéniques et les problèmes d'interprétation liés –, nous nous intéresserons plus particulièrement aux aryballes 26 866, 25 785 et à l'amphorisque 93.

4. RÉSULTATS

Les sept vases en verre analysés présentaient de très fortes pollutions par des plastiques et des produits de restauration (séries de *n*-alcane, *n*-alcools à courte chaîne, adipates, phtallates, phényl-, crésyl- et tolylphosphates, sucres, etc.),

rendant la lecture des chromatogrammes particulièrement difficile. Cependant, trois flacons (inv. 26 866, inv. 25 785 et inv. 93) ont montré des traces d'acides gras, d'acides diterpéniques et surtout de monoterpènes. Leurs profils, particulièrement intéressants, sont détaillés et discutés ci-dessous. Les extraits des poudres solides grattées constituées de sédiment et de squames de verre montraient beaucoup plus de composés adsorbés que le rinçage des parois. Les extraits correspondants au rinçage des parois ne présentaient que de très faibles quantités de matière, inexploitable, car surtout constituées de pollutions. Méthodologiquement, il est donc préférable d'analyser le contenu solide d'un vase, ou la poudre recueillie des parois, que de rincer les parois avec des solvants organiques pour ne pas « toucher » au vase.

Lors de la seconde étape du prélèvement à l'aide des solvants, il se dégageait des trois vases une très légère odeur camphrée et chaude. Pour cette raison, les extraits ont été analysés de deux façons différentes : (i) à l'état brut, en limitant l'étape d'évaporation des extraits à une simple concentration ; (ii) sous la forme d'extrait triméthylsilylé selon la méthode classique (Charters *et al.*, 1997). Alors que la seconde méthode ne permet de détecter que des traces infimes de camphre, l'analyse de l'extrait non dérivé met au jour une grande quantité de composés volatils, dont le camphre, très abondant, associé à d'autres monoterpènes (bornéol, isobornéol, α -campholénal, isocamphénone, 1,8-terpine, thymol). Les monoterpènes, constituant les parties les plus volatiles des parfums et correspondant aux « notes de tête », sont généralement perdus par simple évaporation (Haarmann et Reimer, 1991). La conservation de telles substances en contexte archéologique est, donc, assez exceptionnelle, surtout en de telles proportions. L'étude comparative menée sur les trois vases montre que la recherche des composés les plus volatils oblige à limiter les phases d'évaporation des échantillons, et donc à les analyser à l'état brut au risque de détériorer la colonne séparative, et à défaut de pouvoir mettre en œuvre une technique plus spécifique comme la SPME (Regert *et al.*, 2006). Pour des raisons de sensibilité et de résolution des pics chromatographiques, l'extrait doit ensuite être analysé suivant la procédure classique.

vase 26 866 : malgré les pollutions chimiques (phtallates, *n*-alcools à courte chaîne, chlorophosphates et phosphates) très abondantes, une grande quantité de camphre est détectée (figure 1). Aucun composé volatil autre que l'acide benzoïque n'a pu être identifié dans ce vase ; or, l'acide benzoïque est, comme le camphre, un composé assez ubiquiste dans le règne végétal, identifié non seulement dans de nombreuses résines et dans les fractions volatiles de plantes très diverses (iris, œillet, anis, cannelles...), mais qui peut éga-

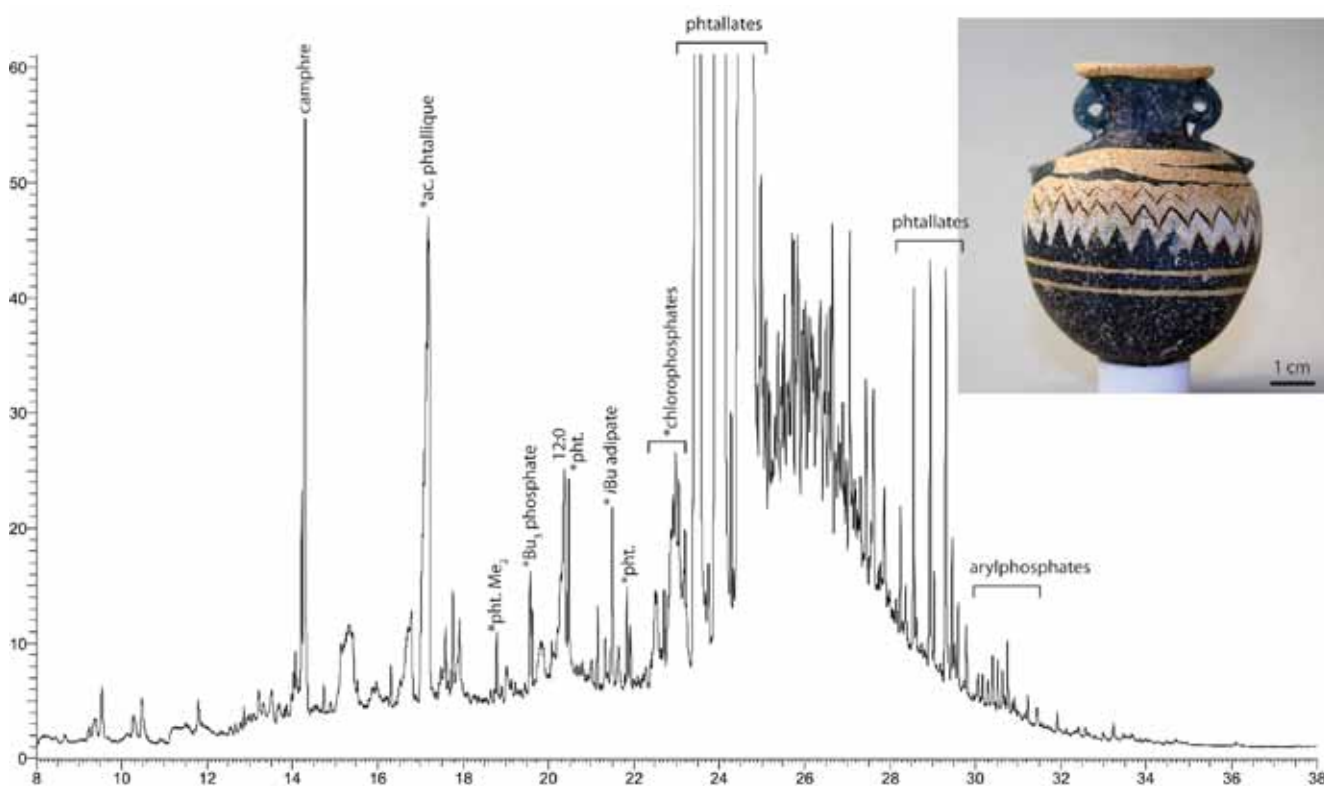


Figure 1 : Chromatogramme de l'extrait lipidique brut du vase 26866.

Figure 1: Chromatogram of the total lipid extract obtained from vase 26866.

lement se former par le processus de dégradation anaérobie des protéines par des micro-organismes (Hecht *et al.*, 2005). Le potentiel informatif des biomarqueurs de ce profil est donc limité. L'existence d'un contenu aromatique peut être posée, mais ne peut être autrement précisée.

vase 25785 : les pollutions plastiques (phtallates, *n*-alcools à courte chaîne, phényl-, crésyl- et tolylphosphates) dominent largement. Cependant, l'extrait brut laisse apparaître une riche association de monoterpènes, dont le bornéol, l'isobornéol, l' α -campholénal, le thymol, la 1,8-terpine, 2,5-bornanedione (figure 2). Aucun stérol n'est détecté et les acides gras sont très peu visibles, écartant ainsi l'hypothèse de corps gras animaux ou végétaux. Les *n*-alcools montrent deux distributions superposées. L'une provient des plastiques, l'autre, constituée d'alcools uniquement pairs et à longue chaîne carbonée ($C_{28} - C_{32}$). On note des traces d'acide déhydroabiétique comme seul composé diterpénique.

vase 93 : parmi les diterpènes, l'acide déhydroabiétique se trouve surtout sous sa forme oxydée 7-oxo, associée aux hydrocarbures $C_{20}H_{30}$. La composition en terpènes volatils est très variée. Le camphre, monoterpène majoritaire, est

associé au bornéol, isobornéol, α -campholénal, comme pour le vase 25785. Cependant, parmi les composés majoritaires, on trouve le sesquiterpène 4,4,8-triméthyltricyclo[6.3.1.0^{1,5}] dodécane-2,9-diol, aussi nommé clovane-2,9-diol ou clovanediol (composé 1, figures 3 et 4), associé à son dérivé d'oxydation partielle, le 4,4,8-triméthyltricyclo[6.3.1.0^{1,5}] dodécane-9-on-2-ol que l'on pourrait appeler clovan-9-on-2-ol (composé 2). Ces deux composés n'ont jamais été mentionnés dans des échantillons anciens. A notre connaissance, le clovanonol 2 n'est pas documenté dans la littérature phytochimique, ou pharmacognosique. La seule hypothèse que l'on peut avancer serait qu'il provient de l'oxydation naturelle et partielle du clovanediol 1, ce qui écarterait l'hypothèse d'une pollution et appuierait l'origine naturelle des deux composés et leur association dans une seule source végétale. Les *n*-alcools pairs à longue chaîne ($C_{26} - C_{32}$) ainsi que les *n*-alcane impairs ($C_{21} - C_{31}$) sont présents. On note aussi la présence de deux diterpènes à structure labdanique : l'oxyde d'épimanoyle 3, caractérisé par deux ions intenses à *m/z* 257 et 275, est associé à l'oxyde manoyle à l'état de traces.

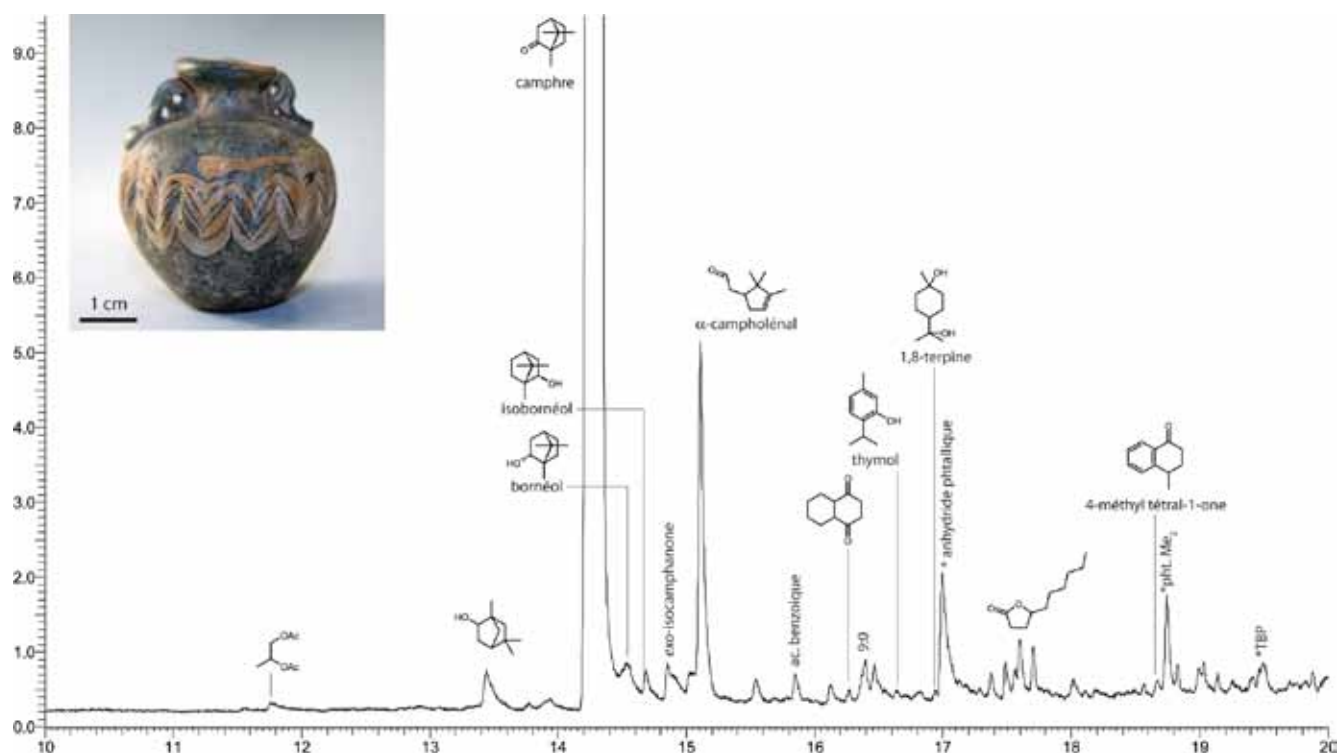


Figure 2 : Chromatogramme partiel et détail des monoterpènes de l'extrait brut non dérivé de l'aryballe inv. 25 785 (Olbia). L'intensité 100 correspond au pic du camphre.

Figure 2: Partial chromatogram and details of monoterpenoids from the total lipid extract underivatated obtained from aryballos inv. 25 785 (Olbia).

5. DISCUSSION

Plusieurs familles chimiques sont détectées dans les trois vases : celles provenant généralement de corps gras (acides gras, *n*-alcanes, *n*-alcools), de résines transformées ou non (acides et hydrocarbures diterpéniques), de substances fortement aromatiques (camphre et monoterpènes). Afin d'identifier les sources, les associations des marqueurs détectés doivent être confrontés à une réflexion sur leur distribution dans le règne du vivant, mais aussi sur les phénomènes d'altération, anthropique (chauffage, mélanges, extractions...) ou naturelle.

cas des composés aliphatiques à longue chaîne (*n*-alcanes, *n*-alcools)

Les *n*-alcools pairs proviennent de cires, animales ou végétales. La série des *n*-alcanes détectés (C_{21} – C_{31} de distribution gaussienne, dominés par le C_{27} , avec une nette prédominance des composés impairs) oriente vers ces mêmes cires (Eglinton *et al.*, 1962). Excepté de faibles traces d'acides

palmitique et stéarique, aucun autre acide gras notamment ceux en $C_{\geq 24}$ n'a été détecté. La distribution des alcools, dominés par le C_{30} , irait aussi dans le sens de cires épicuticulaires, et non de cire d'abeille. L'ouverture très étroite des vases, leur excellente conservation comme objets entiers et intacts, l'absence de macro-restes notamment végétaux à l'intérieur, permettrait d'exclure des fragments végétaux introduits dans les vases et dégradés *in situ* comme origine pour les marqueurs des cires identifiés. L'absence de stérols, marqueurs des huiles et des matières grasses animales qui se conservent particulièrement bien même dans des contextes humides ou lessivés (Volkman 1986; Garnier *et al.*, 2011), oxygènes ou anoxiques (Harvey et Macko, 1997) permet d'exclure l'usage de graisses et d'huiles. La source lipidique serait donc les cires végétales présentes à la surface des feuilles, des fruits et des fleurs que l'on peut extraire par l'eau maintenue à ébullition (Charters *et al.*, 1997). Les cires se séparent du matériel végétal, surnagent et peuvent être ensuite utilisées pour l'extraction et le piégeage des principes odorants, au même titre que les graisses, les huiles ou la cire d'abeille. Des compositions chimiques et recettes comparables avaient

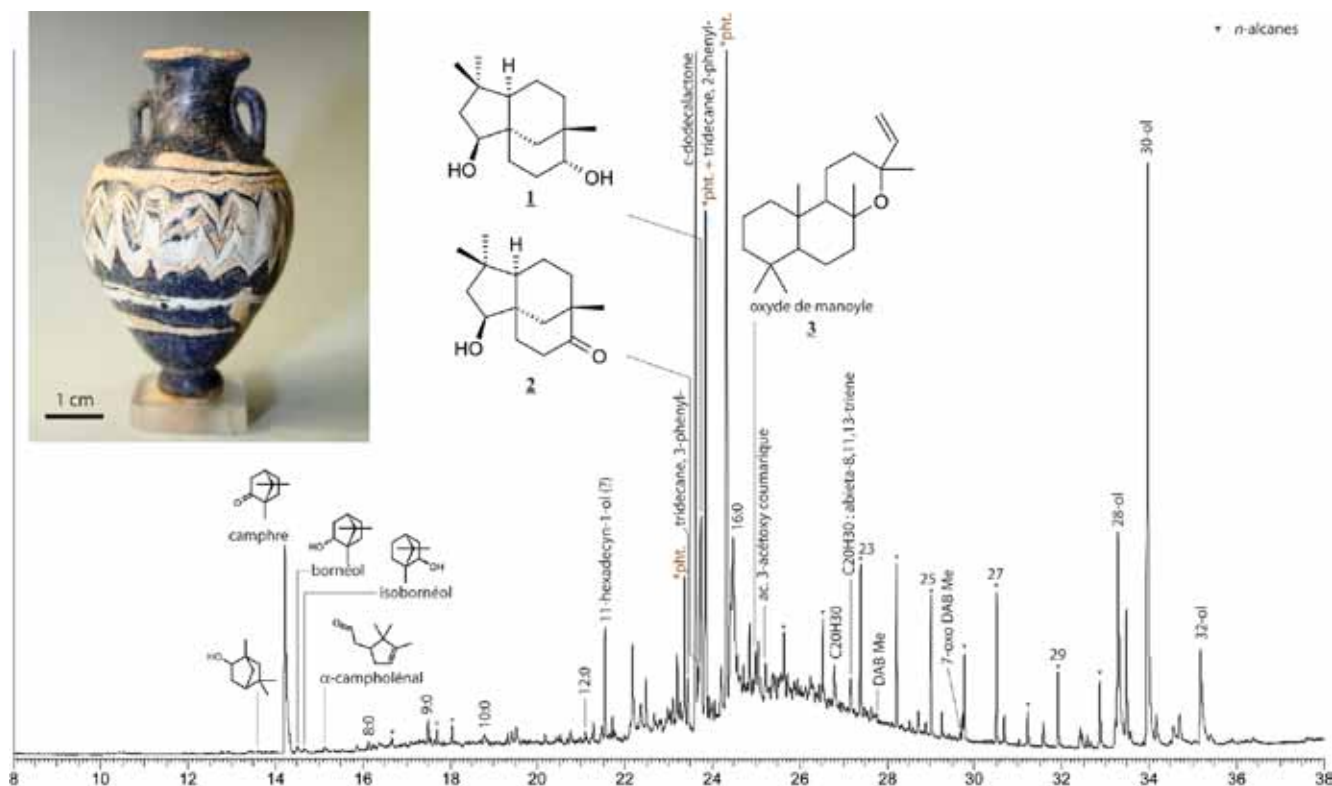


Figure 3 : Chromatogramme de l'extrait lipidique brut (Nora-93).
 Figure 3: Chromatogram of the total lipid extract (Nora - 93).

été mises au jour pour les balsamiques en verre retrouvés comme dépôts votifs secondaires dans des tombes à fosse gallo-romaines (Garnier *et al.*, 2008). L'absence de corps gras peut faire a priori question au regard d'un contenu supposé de parfum; en effet, dans la grande majorité des recettes qui nous sont parvenues (Théophraste *De odoribus*, 14; Pline XIII; Ebeling 1950; Joannès 1993), les préparations font intervenir à une phase ou à une autre des supports d'huile comme véhicule pour fixer les odeurs. Certaines recettes anciennes en provenance d'Umma et datant de la 3^e dynastie d'Ur attestent cependant de recettes sans huile (Limet 1978). La littérature ultérieure confirme l'utilisation de végétaux (*cici-croton*, feuilles et fruits de laurier, baies ou feuilles de myrte, cédrat, cyprès, noix-caryum « pommes » –*granus*, « cèdre » – *pissélaeon*, fruit de garou, de lentisque...) mis à bouillir dans de l'eau pour l'obtention d'huile (Pline XV, 25-31), y compris comme base de parfum.

les monoterpènes

La découverte de camphre pose question, dans la mesure où le camphre est aujourd'hui considéré comme un produit introduit en Europe seulement à partir du Moyen Âge par les médecins arabes, avec une première citation possible d'un camphre de Sumatra dans le récit de voyage de Marco Polo. Des analyses sur des résidus organiques archéologiques ont déjà permis de mettre en évidence la présence de camphre dans une momie égyptienne (Serpico, 2000, p. 467, mais avec des techniques d'analyses indiquées comme problématiques), dans différents contenants minoens et mycéniens provenant de Chania, Pseira et Chrysokamino (Beck *et al.*, 2008a, p. 28, 30 pour Chania, 2008b, p. 50-54, 56, 60, 62-65 et 67-71 pour Pseira; Beeston *et al.*, 2008a, p. 75-79, 83-84 aussi pour Pseira; 2008b, p. 88-92, 96-97 et 99-105 pour Chrysokamino; Garner, 2008, p. 147-150, 152-153 pour Chania), ainsi que dans deux vases plastiques corinthiens en forme de lièvre (Gerhardt *et al.*, 1990, p. 45; Biers *et al.*, 1994, p. 25-26). Les interprétations proposées listent rapidement certaines des espèces potentiellement candidates,

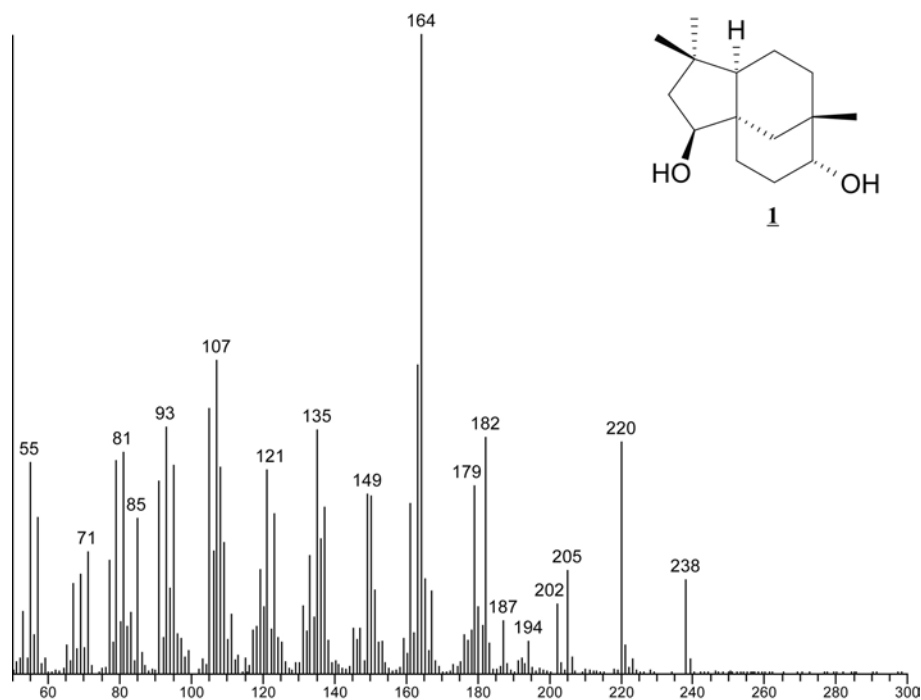


Figure 4 : Spectre de masse du clovane-2,9-diol (EI 70 eV, Nora-93).

Figure 4: Mass spectrum of clovane-2,9-diol (EI 70 eV, Nora-93).

mais sans analyse plus serrée, tout en n'excluant pas une contamination moderne, par exemple dans le cas de Pseira. La présence de camphre y a, en effet, été identifiée dans la plupart des spécimens analysés, ce qui conduit à proposer soit un ingrédient commun, soit une source commune de contamination (Beeston *et al.*, 2008a, p. 50).

Le camphre, comme de nombreux autres composés détectés dans les analyses de résidus, est ubiquiste dans le règne végétal et a été identifié dans plus de 130 espèces. Il est néanmoins possible de réduire cette liste en faisant passer plusieurs filtres successifs. Le premier consiste à exclure les sources végétales des régions pour lesquelles les liens avec le bassin méditerranéen *sensu lato* sont soit impossibles (Amériques, Japon, Afrique australe par exemple), soit très peu probables pour la période (Chine, Asie du Sud-Est). Les niveaux de camphre détectés conduisent également à ne pas retenir les espèces à faible taux de camphre initial. Il convient, alors, d'affiner la recherche en explorant le profil de l'analyse, et particulièrement les composants susceptibles d'être associés au camphre (α -campholénal, 2,5-bornadénione), tout en gardant à l'esprit la présomption de mélanges, toujours possibles.

Vase 25785 (bornéol, isobornéol, α -campholénal, thymol, 1,8-terpine, 2,5-bornanedione et traces d'acide déhydroabiétique). La 2,5-bornadiénone n'est pas documentée et ne peut éclairer la recherche. L' α -campholénal, en revanche, est présent dans plusieurs espèces végétales à camphre, et

permet de réduire les candidats, surtout si l'on combine la présence/absence de cet élément avec le niveau élevé de camphre détecté à l'analyse. Ainsi, parmi les candidats plausibles, on se trouverait soit sur des Lamiées, particulièrement diverses sauges (dont, notamment, *Salvia officinalis*, la sauge officinale et *Salvia fruticosa* Mill., une sauge répandue en Méditerranée orientale), soit sur certaines Astéracées particulièrement la grande camomille, *Chrysanthemum parthenium* (L.) Bernh. (Mirjalili *et al.*, 2007) ou certaines Achilléas, par exemple *Achillea monocephala* Boiss. & Balansa, une endémique turque présentant entre 20,5 et 28,7 % de camphre et entre 5,1 et 5,8 % d' α -campholénal (Gogos *et al.*, 2006). La présence de bornéol et d'isobornéol pourrait renforcer l'hypothèse des sauges, les deux composés étant présents dans certaines espèces du genre, mais ceux-ci sont également présents dans de très nombreuses espèces dans le règne végétal, donc pas nécessairement diagnostiquées. Il faut, dans la démarche, garder à l'esprit le caractère partiel des analyses disponibles, notamment pour l' α -campholénal, de nombreux végétaux n'étant que partiellement, voire pas du tout connus dans leurs composants. L'hypothèse de sauges est, cependant, particulièrement intéressante, dans la mesure où celle-ci a été proposée classiquement comme une des huiles parfumées mycéniennes documentées dans les tablettes en linéaire B (pakowe, Ventris & Chadwick, 1973, p. 481 ; Shelmerdine 1985, p. 25). Les textes ultérieurs (Théophraste, Pline, Dioscoride) ne la mentionnent

plus comme telle, en revanche, des utilisations médicinales sont attestées (Diocoride 3,33; Pline XXII, 146-147).

vase 93 : On retrouve, pour les composés susceptibles d'être pertinents dans l'analyse des sources du camphre, un profil sensiblement similaire avec, en outre du clovanediol (cf. *infra*) et de l'isocamphone, un composé mal documenté qui n'a, pour le moment, été détecté que dans les mangues à l'état de traces (Adedeji *et al.*, 1992; Chauhan *et al.*, 2010).

Il convient, pour poursuivre, d'analyser maintenant des échantillons authentiques des espèces ainsi repérées à différents stades (principalement pré-floraison, floraison), les études disponibles montrant des proportions de ces composants très variables selon les stades phénologiques. Il pourrait cependant, parallèlement, être utile de constituer une base d'échantillons authentiques d'autres sources majeures de camphre insuffisamment documentées actuellement, principalement les racines de divers canneliers riches en camphre (Paranagama *et al.*, 2001), et les produits de camphriers obtenus par décoction ou exsudation naturelle, attestés par la littérature ethnobotanique ancienne (Kaempfer vers 1690, [1727] 1906, 1, p. 79; Burkill, 1935 : 1, p. 866-867). Pour les canneliers, une indication dans Pline l'Ancien (XII, 94) dans le passage portant sur le *cinnamomum*, fait état d'une racine d'un grand poids dans le temple du Palatin « et dont il s'écoulait des gouttes qui durcissaient en forme de grains ». Pour toutes ces sources, les analyses disponibles sont peu nombreuses et portent uniquement sur l'huile essentielle; des analyses complémentaires sont donc nécessaires. Le camphrier, *stricto sensu*, *Cinnamomum camphora* (L.) J. Presl. (Lauracées, la famille du Laurier) est originaire de Chine; les relations sont peu probables pour la période, mais pas totalement exclues occasionnellement. Il conviendrait de procéder à des analyses de référence sur du camphre obtenu par des procédés sans distillation. Enfin, il serait intéressant d'analyser une source africaine, *Ocotea usambarensis* (en anglais *East African camphor*) qui a été proposée comme une des sources d'un composant entrant dans la préparation du kyphi et dans deux encens dont les recettes apparaissent dans le temple de Philae (Lüchtrath 1988).

les sesquiterpènes

Le clovanediol 1 et son dérivé d'oxydation partielle, le clovan-9-on-2-ol (2) soulève un problème inédit. Le clovanediol a été retrouvé dans quelques espèces exotiques non pertinentes au regard de la provenance et de la période. Il a été détecté, parmi les sources possibles, dans des souquets, *Cyperus rotundus* L. (rhizome, Xu *et al.*, 2008) et *C. longus* L. (plante entière, Xu *et al.*, 2004, 569), bien attestés par ailleurs en archéobotanique en Égypte (Vartavan et Asensi

Amorós, 1997, 94-101) et dont certaines espèces étaient utilisées comme alimentaire, pour aromatiser la bière, en médicinal, dans les parfums et comme oléagineux. Le composé est également attesté dans une sauge, malheureusement avec une origine géographique, les Canaries, peu vraisemblable pour la période (Gonzales *et al.*, 1975, p. 705). Il a été identifié dans un chrysanthème oriental (*Chrysanthemum indicum* L., Composées, Yoshikawa *et al.*, 1999). On peut, cependant, penser que les bases, dans ce domaine, sont incomplètes et que le composé pourrait, à l'analyse, se retrouver dans d'autres sauges de la zone méditerranéenne et moyen-orientale ou dans d'autres espèces de Composées. Le clovanediol est aussi mentionné comme produit de dégradation oxydante des caryophyllènes, notamment lors du brassage de la bière et des produits du houblon (Yang *et al.*, 1993). Cependant, aucune trace de caryophyllène n'est détectée (même par la recherche d'ions caractéristiques), ni de son oxyde, composé intermédiaire dans la transformation bactérienne en clovanediol. L'hypothèse de bière ou de produits similaires nécessitant l'action de bactérie sur des extraits de houblon, peut être écartée, d'autant que l'ajout de houblon pour la fabrication de la bière est récent.

Les diterpènes

Présents dans les vases 25785 et 93, les composés diterpéniques (acide déhydroabiétique et dérivé 7-oxo, hydrocarbures $C_{20}H_{30}$) proviennent d'une résine de conifères ayant subi un fort chauffage. Le vase n'ayant pas subi de chauffe, il s'agit bien d'un ingrédient de la préparation, élaborée hors le vase. Moins commun, le doublet des oxydes d'épimanoyle et de manoyle à l'état de traces pourrait provenir de la même espèce que les acides et hydrocarbures diterpéniques. La large prédominance du dérivé épimanoyle sur le manoyle permet d'écarter de nombreuses sources et de ne retenir que le genévrier cade, *Juniperus oxycedrus* L., Cupressacées (Medini *et al.* 2010), bien attesté par ailleurs dans les carpestes archéologiques, notamment en Égypte (Vartavan et Asensi Amorós 1997, p. 143-144) et *Cistus creticus* L., le ciste de Crète, Cistacées (Paolini *et al.*, 2009; Garnier et Dodinet, sous presse), source du labdanum.

6. CONCLUSION

L'analyse a permis de mettre en évidence dans certaines préparations la présence de cires épicuticulaires, déjà identifiées par le passé, mais dans des céramiques de type culinaire, provenant de fruits, feuilles ou fleurs de végétaux, et l'absence de corps gras d'origine animale ou végétale. Ces pré-

parations, réalisées sans huile ou graisse, pourraient indiquer soit des compositions strictement médicinales, soit, comme semblent en attester certains textes de l'Antiquité classique, des préparations parfumées d'un type particulier, peu traités dans la littérature archéologique.

Pour le camphre, la convergence entre les données archéobotaniques et les données archéologiques peut permettre d'affiner les hypothèses en fonction des paramètres chronologiques et culturels. La datation haute (fin VI^e-V^e siècle av. J.-C.), bien antérieure à la conquête d'Alexandre, des vases en verre sur noyau d'argile qui nous intéressent, rend improbable une source lointaine extrême orientale du camphre. Il faut, cependant rester prudent, dans ce domaine; la possibilité de liens épisodiques avec le sud de la Chine, la péninsule du Sud-Est asiatique et la péninsule indomalaise selon des itinéraires complexes mis en place à l'époque assyrienne ne peut être totalement exclue. De même, il faudra dans la suite de la démarche, par analyse de matériel végétal prélevé sur le terrain, vérifier que les sources africaines, mal documentées, ne recèlent pas une espèce candidate. L'origine turque ou moyenne-orientale s'avère, cependant, à ce stade, la plus prometteuse en fonction de la localisation d'au moins un atelier en Méditerranée orientale (Rhodes) et de la technique simple, probable, d'extraction par décoction. Une sauge ou une Composée type achillée, camomille ou tanaïsie représenteraient donc de bons candidats pour la confection de ce type de préparation camphrée – parfumée ou médicinale – que l'on retrouve dans plusieurs vases en verre sur noyau d'argile de Sardaigne, en mélange avec au moins un autre composant attesté par les composés diterpéniques, genévrier-cade ou ciste à labdanum. La contamination moderne ne peut, cependant, être totalement exclue comme l'ont montré d'autres analyses sur du matériel mycénien.

Cette première recherche met en évidence la nécessité de procéder, pour tenter de mieux cerner les sources végétales, à des analyses chimiques de référence sur des espèces authentifiées botaniquement et sur des produits obtenus par des procédés compatibles avec ceux de l'Antiquité, et, particulièrement pour le camphre sur quelques espèces méditerranéennes contenant des niveaux importants de camphre et d' α -campholénal, notamment pour élucider la présence ou non de clovanediol, afin d'enrichir les bases de données de référence.

Remerciements

Nous tenons à adresser nos remerciements les plus chaleureux à tous ceux qui nous ont permis d'accéder au matériel archéologique et de l'étudier dans les meilleures conditions : Paolo Bernardini, Università degli Studi di Sassari, Massimo

Botto, Centro Nazionale della Ricerca (ISCIMA), Cynthia Ventimiglia, Soprintendenza ai Beni archeologici di Cagliari et Oristano. Le LNG tient à remercier le Conseil Général du Puy-de-Dôme pour son aide à l'acquisition du matériel analytique.

Bibliographie

- ADEDEJI, A., HARTMAN, T. G., LECH, J. et CHI TANG, H., 1992 – Characterization of glycosidically bound aroma compounds in the African mango (*Mangifera indica* L.), *J. Agric. Food Chem.*, 40(4), p. 659-661.
- ARVEILLER-DULONG et NENNA, M.-D., 2000 – *Les verres antiques. I. Contenants à parfum en verre moulé sur noyau et vaisselle moulée. viie s. av. J.-C.-ier s. apr. J.-C.*, Librairie Descours, Paris.
- BECK, C. W., STOUT, E. C., LEE, K. C., CHASE, A. A. et DEROSA, N., 2008a – Analysis of Organic Remains in the Fabric of Minoans and Mycenaean Pottery Sherds, dans TZEDAKIS, Y., MARTLEW, H., JONES, M. K. (dir.), *Archaeology meets Science. Biomolecular Investigations in Bronze Age Greece. The primary Scientific Evidence 1997-2003*, Oxbow Books, Oxford, p. 12-47.
- BECK, C.W., STOUT, E.C., WOVKULICH, K. M. et PHILLIPS, A. J., 2008b – Absorbed Organic residues in Pottery from the Minoan Settlement of Pseira, Crete, dans TZEDAKIS, Y., MARTLEW, H. et JONES, M. K. (dir.), *Archaeology meets Science. Biomolecular Investigations in Bronze Age Greece. The primary Scientific Evidence 1997-2003*, Oxbow Books, Oxford, p. 48-73.
- BEESTON, R.F., PALATINUS, J. et BECK, C.W., 2008a – Organic Residue Analysis : Pseira. In TZEDAKIS, Y. et MARTLEW, H., JONES, M. K. (dir.), *Archaeology meets Science. Biomolecular Investigations in Bronze Age Greece. The primary Scientific Evidence 1997-2003*, Oxford, Oxbow Books, p. 74-86.
- BEESTON, R. F., PALATINUS, J. et BECK, C. W., 2008b – Organic Residue Analysis : Chrysokamino. In TZEDAKIS, Y., MARTLEW, H. et JONES, M. K. (dir.), *Archaeology meets Science. Biomolecular Investigations in Bronze Age Greece. The primary Scientific Evidence 1997-2003*, Oxbow Books, Oxford, p. 87-107.
- BIERS, W. R., GERHARDT, K. O. et BRANIFF, R. A. (éd.), 1994 – *Lost Scents. Investigations of Corinthian « Plastic » Vases by Gas Chromatography-Mass Spectrometry*, MASCA Research Papers in Science and Archaeology, vol. 11, Université de Pennsylvanie, Philadelphie.
- BURKILL, I. H. I., 1935 – *A dictionary of the economic products of the Malay Peninsula*, Ministry of Agriculture (Malaysia), Crown Agents for the Colonies, Londres.

- CHAUHAN, O. P., RAJU, P. S. et BAWA, A. S., 2010 – Mango Flavor, in HUI, Y. H. (éd.), *Handbook of Fruit and Vegetable flavors*, cap. 19, p. 339-343, J. Wiley & Sons, New Jersey.
- CHARTERS, S., EVERSLED, R. P., QUYUE, A., BLINKHORN, P. W. et REEVES, V., 1997 – Simulation experiments for determining the use of ancient pottery vessels: the behaviour of epicuticular leaf wax during boiling of a leafy vegetable. *J. Arch. Sci.* 24, p. 1-7.
- COLEBROOK, H.T., 1816 – On the *Dryobalanops camphora* or camphor-tree of Sumatra, *Asiatick Researches*, XII, p. 535-541.
- Dioscoride *De Materia medica*, texte grec de Max Wellmann, éd., *Pedanii Dioscuridis Anazarbei De materia medica*, 3 vols. (Berlin 1906-1914, rééd. 1958).
- EBELING, E., 1950 – *Parfumrezepte und kultische Texte aus Assur*. Tirage à part d'un article Mittelassyrische Rezepte zur Herstellung von wohlriechenden Salben, paru dans *Orientalia*, n.s. 17 (1948), 18 (1949) et 19 (1950), Rome, Pontifical Biblical Institute.
- EGLINTON, G., GONZALEZ, A. G., HAMILTON, R. J. et RAPHAEL, R. A. 1962 – Hydrocarbon constituents of the wax coatings of plant leaves: A taxonomic survey. *Phytochemistry*, 1(2), p. 89-102.
- FEUGÈRE, M., 1989 – Les vases en verre sur noyau d'argile en Méditerranée nord-occidentale. In FEUGÈRE, M. (éd.), *Le verre préromain en Europe occidentale*, Montagnac, M. Mergoïl, p. 29-62.
- FRÈRE, D. et HUGOT, L. (éd.), 2012 – *Archéologie des huiles et des parfums en Méditerranée occidentale*, Rennes, Naples.
- GARNER, V., 2008 – Alternative Approaches to organic Residue Analysis : The Early Helladic Cemetery at Kalamaki; the Mycenaean Settlement on Salamis; the Late Helladic Cemetery at Sykia, Settlement of Punta d'Alaca, Bay of Naples, Italy. In Tzedakis, Y., Martlew, H., Jones, M.K. (dir.), *Archaeology meets Science. Biomolecular Investigations in Bronze Age Greece. The primary Scientific Evidence 1997-2003*, Oxford, Oxbow Books, p. 144-162.
- GARNIER, N., 2010 – L'analyse chimique des parfums archéologiques. In FRÈRE, D. et GRAN-AYMERICH, J. (dir.), *Parfums dans l'Antiquité, Dossiers d'Archéologie*, 337, p. 8-11.
- GARNIER, N. et DODINET, E. (sous presse) – Une offrande de ciste dans une tombe carthaginoise (VI^e-V^e s. n.-è.). Une approche interdisciplinaire alliant archéobotanique et chimie organique analytique. *Archéosciences*.
- GARNIER, N., SILVINO, T., TOKARSKI, C. et ROLANDO, C., 2008 – Des balsamiques gallo-romains livrent leur contenu. Résultats préliminaires de l'analyse organique structurale, dans BODIQU L., FRÈRE D. et MEHL V. (éds.) *Parfums et odeurs dans l'Antiquité*, Rennes, PUR, p. 71-79.
- GARNIER, N., SILVINO, T. et BERNAL-CASASOLA, D., 2011 – *L'identification du contenu des amphores: huile, conserves de poissons et poissage. Actes du congrès d'Arles (2-5 juin 2011)*, SFECAG, Marseille, p. 397-416.
- GERHARDT, K.O., SEARLES, S. et BIERS, W.R., 1990 – Corinthian Figure Vases : Non-Destructive Extraction and Gas Chromatography-Mass Spectrometry, dans BIERS, W.R. et MCGOVERN, P.E. (éd.), *Organic Contents of Ancient Vessels. Material Analysis and Archaeological Investigations. MASCA Research papers in Science and Archaeology*, vol. 7, Université de Pennsylvanie, Philadelphie, p. 41-50.
- GOGUS, F., OZEL, M.L. et LEWIS, A.C., 2006 – Extraction of essential oils of leaves and flowers of *Achillea monocephala* by superheated water, *Flavour and Fragrance Journal*, 21(1), p. 122-128.
- GONZALES, A.G., FRAGA, B.M., LUIS, J.G. et RAVELO, A.G. 1975 – Componentes de la "*Salvia canariensis* L.", *Annales de Química de la Real Sociedad Española de Física y Química*, 71(7-8), p. 701-705.
- HAARRMANN et REIMER, 1991 – *Le livre du Parfum* H&R. Hamburg: Glöss Verlag.
- HARDEN, D. B., 1981. *Catalogue of Greek and Roman Glass in the British Museum*, I, Londres.
- HARVEY, H. R. et MACKO, S. A., 1997 – Kinetics of phytoplankton decay during simulated sedimentation: changes in lipids under oxic and anoxic conditions. *Organic Geochemistry*, 27(3-4), p. 129-140.
- HECHT, C., BIELER, S. et GRIEHL, C., 2005 – Liquid chromatographic-mass spectrometric analyses of anaerobic protein degradation products, *Journal of Chromatography A*, 1088, p. 121-125.
- JOANNÈS, F., 1993 – La culture matérielle à Mari (V) : Les parfums, *MARI* 7, p. 251-270.
- KAEMPFER, E., 1906 [1727] – *The History of Japan and a description of the Kingdom of Siam 1690-1692*, édité et traduit par J. G. Scheuchzer, 3 vol., Glasgow.
- LIMET, H., 1978 – Pharmacopée et parfumerie sumériennes, *Revue d'histoire de la pharmacie*, 66^e année, n° 238, p. 147-159.
- LÜCHTRATH, A., 1988 – Tj-šps, der Kampfbaum Ostafrikas, *Göttinger Miszellen* 101, p. 43-48.
- MASSAR, N., 2008 – Vases à parfum de Grèce de l'Est : raffinement des formes et des couleurs, in FRÈRE, D., MASSAR, N. et VERBANCK-PIÉRARD, A. (dir.), *Parfums de l'Antiquité. La rose et l'encens en Méditerranée*, Mariemont, p. 97-100.
- MEDINI H., ELAISSI A., KHOUJA M.L., CHRAIEF I., FARHAT F., HAMMAMI M., CHEMLI R. et HARZALLAH-SKHIRI F. – Leaf essential oil of *Juniperus oxycedrus* L. (Cupressaceae) harvested in northern Tunisia: composition and intra-specific variability, *Chem Biodivers*, p. 1254-1266.
- MIRJALILI, M.H., SALEHI, P. SONBOLI, A. et MOHAMMADI, V., 2007 – Essential oil composition of feverfew (*Tanacetum parthenium*) in wild and cultivated populations from Iran, *Chemistry of Natural Compounds*, 43(2), p. 218-220.

- PARANAGAMA, P. A., WIMLASENA, S., JAYATILAKE, G. S., JAYAWARDENA, A.L., SENANAYAKE, U. M. et MUBARAK, A. M., 2001 – A comparison of essential oil constituents of bark, leaf, root and fruit of cinnamon (*Cinnamomum zeylanicum* Blume) grown in Sri Lanka, *Journal of the National Science Foundation of Sri Lanka*, 29, (3 & 4), p. 147-153.
- PAOLINI, J., FALCHI, A., QUILICHINI, Y., DESJOBERT, J.-M., CIAN, M.-C. D., VARESI, L. et COSTA, J., 2009 – Morphological, chemical and genetic differentiation of two subspecies of *Cistus creticus* L. (*C. creticus* subsp. *eriocephalus* and *C. creticus* subsp. *corsicus*). *Phytochemistry*, 70(9), p. 1146-1160.
- PLINE L'ANCIEN – *Histoire Naturelle*, Livre XII, texte établi, traduit et commenté par A. Ernout, société d'édition Les Belles Lettres, Paris, 1949.
- PLINE L'ANCIEN – *Histoire Naturelle*, Livre XIII, texte établi, traduit et commenté par A. Ernout, société d'édition Les Belles Lettres, Paris, 1956.
- PLINE L'ANCIEN – *Histoire Naturelle*, Livre XV, texte établi, traduit et commenté par A. Ernout, société d'édition Les Belles Lettres, Paris, 1960.
- PLINE L'ANCIEN – *Histoire Naturelle*, Livre XXII, texte établi, traduit et commenté par J. André, société d'édition Les Belles Lettres, Paris, 1970.
- REGERT, M., ALEXANDRE, V., THOMAS, N. et LATTUATI-DERIEUX, A., 2006 – Molecular characterisation of birch bark tar by headspace solid-phase microextraction gas chromatography-mass spectrometry: A new way for identifying archaeological glues. *Journal of Chromatography A*, 1101 (1-2), p. 245-253.
- SALLES, J.-F., 1996 – Hellenistic seafaring in the Indian Ocean. A perspective from Arabia, in H.P. RAY et J.-F. SALLES (dir.), *Tradition and Archaeology. Early Maritime Contacts in the Indian Ocean, Proceedings of the International Seminar Techno-Archaeological Perspectives of Seafaring in the Indian Ocean 4th cent. B.C.-15th cent. A.D.*, New Delhi, Feb. 28-March 4, 1994, Manohar, Inde, p. 293-310.
- SERPICO, M. et WHITE, R., 2000 – Resins, Amber and Bitume, *In* Nicholson, P. T., Shaw, I. (éd.), *Ancient Egyptian Materials and Technology*, Cambridge University Press, Cambridge, p. 430-474.
- SHELMERDINE, C.W., 1985 – *The Perfume Industry at Pylos*, Paul Åströms Förlag, Göteborg.
- THEOPHRASTE. *De odoribus*, 1993 – Edition, Übersetzung, Kommentar von Ulrich Eigler, Georg Wöhrle. Mit einem botanischen Anh. von Bernhard Herzhoff, Teubner, Stuttgart.
- UBERTI, M.-L. 1993 – *I vetri preromani del Museo Archeologico Nazionale di Cagliari*, Rome.
- VARTAVAN (DE), C. et V. ASENSI AMÓROS, V.A., 1997 – *Codex des restes végétaux de l'Égypte ancienne*, Trade Exploration, Londres, R.U.
- VENTRIS, M. et CHADWICK, J., 1973 – *Documents in Mycenaean Greek*, 2nd edition, Cambridge.
- VOLKMAN, J.K., 1986 – A review of sterol markers for marine and terrigenous organic matter, *Organic Geochemistry*, 9, p. 83-99.
- YOSHIKAWA, M., MORKAWA, T., MURAKAMI, T., TOGUCHIDA, I., HARIMA, S. et MATSUDA, H. 1999 – Medicinal Flowers. I. Aldose Reductase Inhibitors and Three New Eudesmane-Type Sesquiterpenes, Kikkanols A, B, and C, from the Flowers of *Chrysanthemum indicum* L., *Chem. Pharm. Bull.* 47(3), p. 340-345.
- XU, F., MORIKAWA, T., MATSUDA, H., NINOMIYA, K. et YOSHIKAWA, M., 2004 – Structures of New Sesquiterpenes and Hepatoprotective Constituents from the Egyptian Herbal Medicine *Cyperus longus*. *Journal of Natural Products*, 67(4), p. 569-576.
- XU, L.Y., ZHANG, H.-W., YU, C.-Y., LU, Y., CHANG, Y. et ZOU, Z.-M., 2008 – Norcyperone, a Novel Skeleton Norsesquiterpene from *Cyperus rotundus*, *Molecules*, 13, p. 2474-2481.
- YANG, X., LEDERER, C., MCDANIEL, M. et DEINZER, M., 1993 – Hydrolysis products of caryophyllene oxide in hops and beer. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 41(11), p. 2082-2085.