

---

# Norme internationale



# 7611

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## **Huiles essentielles de citron et de petitgrain citronnier et huile essentielle de lime obtenue par des procédés mécaniques — Détermination de la teneur en citral (néral + géranial) — Méthode par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire**

*Oils of lemon and petitgrain citronnier, and oil of lime obtained by a mechanical process — Determination of citral (neral + geranial) content — Gas chromatographic method on capillary columns*

[ISO 7611:1985](#)

Première édition — 1985-12-15

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7399ea1a-0f06-41d9-bbbe-a8a0b02dd2af/iso-7611-1985>

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7611 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 54, *Huiles essentielles*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7399ea1a-0f06-41d9-bbbe-a8a0a2dd2af5a-7611-1985>

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# Huiles essentielles de citron et de petitgrain citronnier et huile essentielle de lime obtenue par des procédés mécaniques — Détermination de la teneur en citral (néral + géraniol) — Méthode par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire

## 0 Introduction

La description des méthodes d'analyse par chromatographie étant longue, il a été estimé utile d'établir d'une part, des normes générales donnant en détail tous les paramètres répétitifs: appareillage, produits, méthodes, formules de calcul, etc., et d'autre part, des normes constituant des fiches d'analyse abrégées relatives au dosage des composés dans les huiles essentielles, et ne reprenant que les conditions opératoires spécifiques au dosage concerné.

C'est le cas de la présente Norme internationale qui se réfère à la Norme générale ISO 7609 pour les chapitres généraux.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en citral (néral + géraniol) dans les huiles essentielles de citron et de petitgrain citronnier (*Citrus limon* Linnaeus N. L. Burman), et dans l'huile essentielle de lime obtenue par des procédés mécaniques [*Citrus aurantifolia* (Christman) Swingle et *Citrus latifolia* Tanaka], par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire.

## 2 Références

ISO 356, *Huiles essentielles — Préparation de l'échantillon pour essai*.

ISO 7609, *Huiles essentielles — Analyse par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire — Méthode générale*.

## 3 Principe

Analyse par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire, dans des conditions spécifiées, de petites quantités d'huiles essentielles de citron, petitgrain citronnier ou lime. Détermination de la teneur en citral (néral + géraniol) par la méthode de l'étalon interne.

## 4 Réactifs et produits

**4.1 Substance de référence:** mélange de néral et de géraniol récemment distillé (1 + 2), de pureté minimale 99 % déterminée par chromatographie dans les conditions de l'essai.

**4.2 Étalon interne:** à choisir parmi les substances suivantes, récemment distillées: acétophénone ou hexadécane ou nonadécane de méthyle ou dodécanoate de méthyle ou nonadécane, de pureté minimale 99 % déterminée par chromatographie dans les conditions de l'essai.

L'étalon interne choisi devra éluer aussi près que possible du/ou des composés à doser et ne se superposer sur aucun des pics correspondant aux constituants de l'huile essentielle considérée.

## 5 Appareillage

**5.1 Chromatographe enregistreur et intégrateur électronique.**

Voir ISO 7609.

**5.2 Colonne,** d'une longueur de 25 m minimum à 100 m et de diamètre intérieur de 0,2 à 0,5 mm. Phase stationnaire: polyéthylène glycol 20 000.

**5.3 Détecteur,** à ionisation de flamme.

## 6 Préparation de l'échantillon pour essai

Voir ISO 356.

## 7 Conditions opératoires

### 7.1 Températures

— Four:

programmation linéaire de température de 80 à 180 °C, à raison de 2 °C par minute.

— Injecteur:

environ 190 à 200 °C.

— Détecteur:

200 à 250 °C, maximum.

## 7.2 Débit du gaz vecteur et des gaz auxiliaires

Voir ISO 7609.

## 8 Performances de la colonne

### 8.1 Test d'inertie chimique

Effectuer le test selon la méthode spécifiée dans l'ISO 7609.

S'assurer que les pics du néral et du géranial ne sont pas déformés.

### 8.2 Efficacité de la colonne

Déterminer l'efficacité de la colonne selon la méthode spécifiée dans l'ISO 7609.

## 9 Détermination des indices de rétention

Voir ISO 7609.

## 10 Méthodes de dosage

Admettre pour l'étalonnage et le dosage que le néral et le géranial fournissent le même coefficient de réponse  $K$  par rapport à l'étalon interne.

Effectuer la somme des aires des pics du néral et du géranial pour l'étalonnage et le dosage.

## 10.1 Détermination du coefficient de réponse

Déterminer le coefficient de réponse selon l'ISO 7609, en utilisant le mélange de néral et de géranial (4.1) comme substance de référence et l'un des étalons internes spécifiés en 4.2.

Dans ce cas, pour le calcul du coefficient de réponse  $K$ ,  $A_R$  est la somme des aires des pics du néral et du géranial.

## 10.2 Méthode de l'étalon interne

Effectuer la détermination de la teneur en citral (néral + géranial) de l'huile essentielle analysée selon la méthode spécifiée dans l'ISO 7609.

## 11 Expression des résultats

Voir ISO 7609.

Dans ce cas,  $A_X$  est la somme des aires des pics du néral et du géranial.

NOTE — Des chromatogrammes-types sont donnés en annexe, à titre indicatif.

## 12 Procès-verbal d'essai.

Voir ISO 7609.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7399ea1a-0f06-41d9-bbbe-a8a0b02dd2af/iso-7611-1985>

## Annexe

### Chromatogrammes-types

(Cette annexe ne fait pas partie intégrante de la norme.)

Échantillon: huile essentielle de lime obtenue par des procédés mécaniques

Charge: 0,1 µl Séparateur d'entrée: 1/100

Phase stationnaire: polyéthylène glycol 20 000

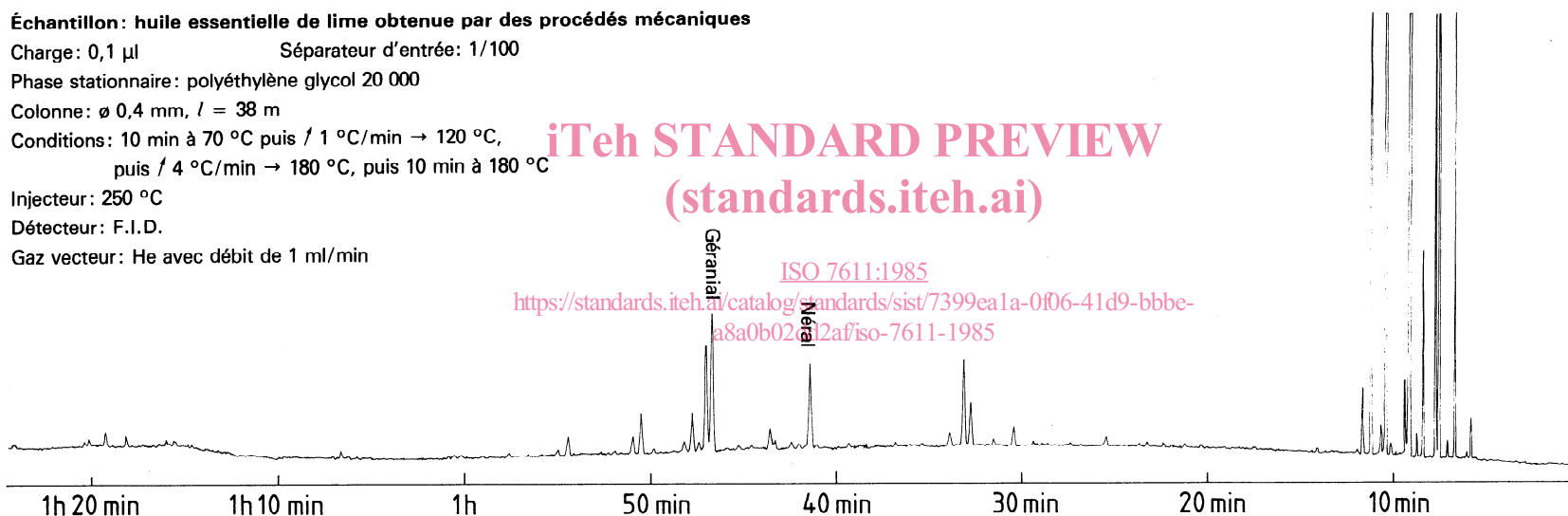
Colonne: ø 0,4 mm, l = 38 m

Conditions: 10 min à 70 °C puis / 1 °C/min → 120 °C,  
puis / 4 °C/min → 180 °C, puis 10 min à 180 °C

Injecteur: 250 °C

Détecteur: F.I.D.

Gaz vecteur: He avec débit de 1 ml/min



Échantillon: huile essentielle de citron, Italie

Charge: 0,1 µl Séparateur d'entrée: 1/100

Phase stationnaire: polyéthylène glycol 20 000

Colonne: ø 0,4 mm, l = 38 m

Conditions: 10 min à 70 °C puis / 1 °C/min → 120 °C,  
puis / 4 °C/min → 180 °C, puis 10 min à 180 °C

Injecteur: 250 °C

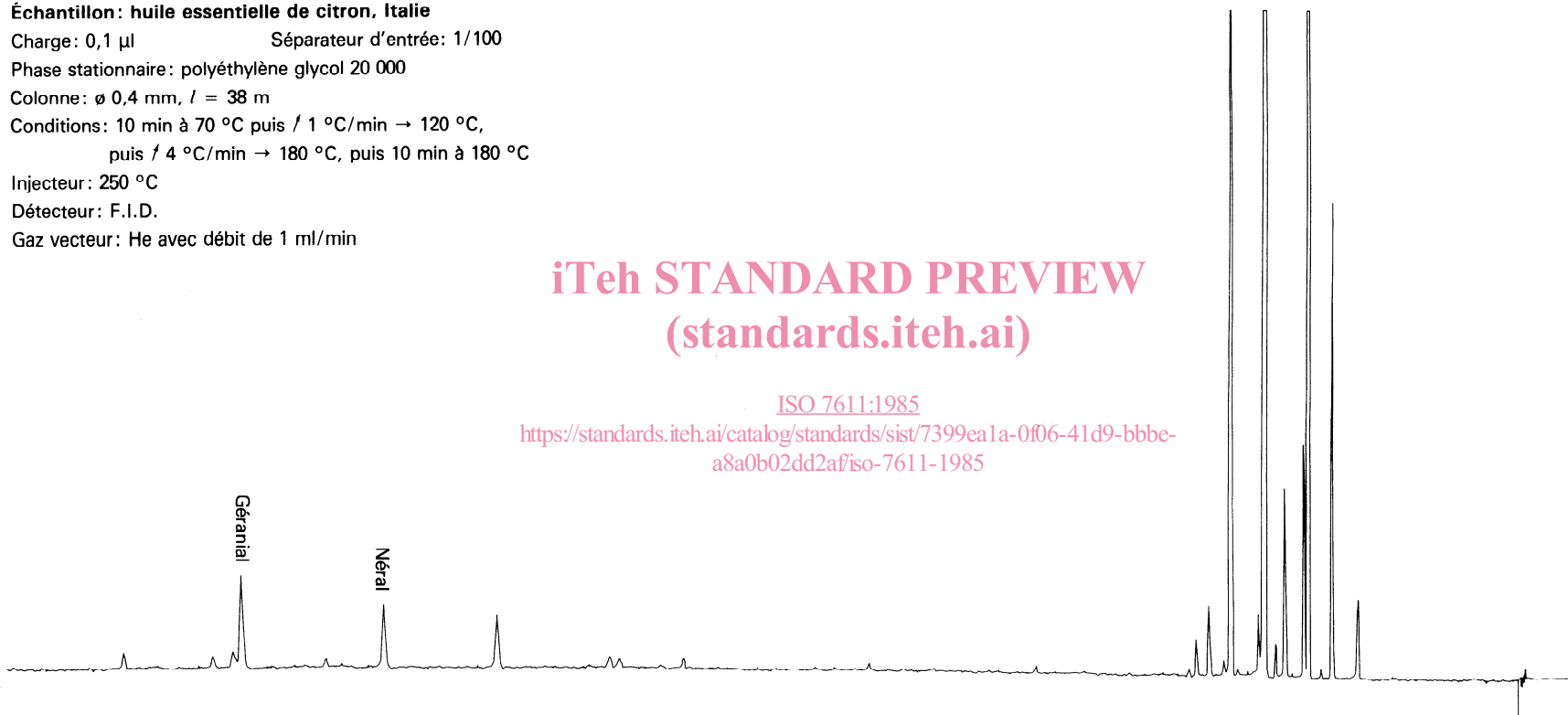
Détecteur: F.I.D.

Gaz vecteur: He avec débit de 1 ml/min

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 7611:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7399ea1a-0f06-41d9-bbbe-a8a0b02dd2af/iso-7611-1985>



Échantillon: huile essentielle de petitgrain citronnier, Italie

Charge: 0,1 µl

Séparateur d'entrée: 1/100

Phase stationnaire: polyéthylène glycol 20 000

Colonne: Ø 0,4 mm, l = 38 m

Conditions: 10 min à 70 °C puis 1 °C/min → 120 °C,  
puis 1 °C/min → 180 °C, puis 10 min à 180 °C

Injecteur: 250 °C

Détecteur: F.I.D.

Gaz vecteur: He avec débit de 1 ml/min

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 7611:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7399ea1a-0f06-41d9-b5be-a8a0b02dd2af/iso-7611-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7399ea1a-0f06-41d9-b5be-a8a0b02dd2af/iso-7611-1985>

Néral

Géranial

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 7611:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7399ea1a-0f06-41d9-bbbe-a8a0b02dd2af/iso-7611-1985>