
**Huiles essentielles — Directives générales
concernant les profils
chromatographiques —**

Partie 1:

Élaboration des profils chromatographiques
pour la présentation dans les normes

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Essential oils — General guidance on chromatographic profiles —

*Part 1: Preparation of chromatographic profiles for presentation in
standards*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe76f862-67de-4e73-a40d-2ef475e56b4f/iso-11024-1-1998>



Sommaire	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Échantillons de l'huile essentielle à étudier	2
6 Appareillage	3
7 Performances de l'appareillage	3
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
9 Identification et sélection des constituants représentatifs et caractéristiques de l'huile essentielle	4
10 Fixation des limites de concentration	5
11 Expression des résultats	5
12 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Exemple d'utilisation du mélange test pour régler une installation de chromatographie en phase gazeuse	6
Annexe B (informative) Exemple pratique d'élaboration du profil chromatographique de l'huile essentielle de sauge officinale (<i>Salvia officinalis</i> L.)	7

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11024-1:1998
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/676f862-07de-4e73-a40d-2ef475e56b4f/iso-11024-1-1998>

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11024-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 54, *Huiles essentielles*.

L'ISO 11024 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Huiles essentielles — Directives générales concernant les profils chromatographiques*:

- *Partie 1: Élaboration des profils chromatographiques pour la présentation dans les normes*
- *Partie 2: Utilisation des profils chromatographiques des échantillons d'huiles essentielles.*

Les annexes A et B de la présente partie de l'ISO 11024 sont données uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11024-1:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe76f862-67de-4e73-a40d-2ef475e56b4f/iso-11024-1-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe76f862-67de-4e73-a40d-2ef475e56b4f/iso-11024-1-1998>

Huiles essentielles — Directives générales concernant les profils chromatographiques —

Partie 1:

Élaboration des profils chromatographiques pour la présentation dans les normes

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11024 décrit les directives générales concernant la détermination du profil chromatographique d'une huile essentielle à l'aide d'une méthode par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire.

Le profil chromatographique est l'une des spécifications permettant d'apprécier la qualité d'une huile essentielle, au même titre que les caractéristiques physico-chimiques. Il est déterminé lors de la mise au point de la norme spécifique à cette huile essentielle.

Il ne s'agit pas de la détermination de la concentration réelle des composés, mais uniquement d'une évaluation de leurs proportions relatives.

NOTE Se reporter également à l'ISO 11024-2¹⁾ en ce qui concerne l'utilisation des profils chromatographiques des échantillons d'huiles essentielles.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 11024. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 11024 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 356, *Huiles essentielles — Préparation des échantillons pour essai.*

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

¹⁾ ISO 11024-2, *Huiles essentielles — Directives générales concernant les profils chromatographiques — Partie 2: Utilisation des profils chromatographiques des échantillons d'huiles essentielles.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 11024, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 constituants représentatifs

constituants présents dans tous les échantillons de l'huile essentielle considérée, qu'ils soient majeurs ou mineurs

EXEMPLE Formiate de géranyle, isomenthone, citronellal, géraniol, etc. dans l'huile essentielle de géranium.

3.2 constituants caractéristiques

un ou plusieurs constituants représentatifs, dont la concentration constitue une caractéristique pour une huile essentielle donnée

EXEMPLES

- Guaiadiène-6,9 (présent sous forme de traces dans le géranium Afrique et présent dans des concentrations plus élevées dans le géranium Bourbon);
- 10-Épi-gamma-eudesmol (absent dans le géranium Bourbon et présent dans le géranium Afrique);
- Camphre (présent dans la lavande en quantité inférieure à 0,5 %).

3.3 chromatogramme-type

graphique fourni par l'enregistreur après injection dans le chromatographe d'un échantillon d'une huile essentielle jugée représentative de la production, assorti des conditions opératoires dans lesquelles il a été obtenu

NOTE Le chromatogramme-type n'est donné qu'à titre d'information.

3.4 profil chromatographique

liste de constituants sélectionnés parmi les constituants représentatifs et caractéristiques d'une huile essentielle, accompagnée, pour chacun d'eux, de limites de concentration et, éventuellement, des rapports entre ces concentrations

4 Principe

Réalisation d'une étude analytique de l'huile essentielle par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire, conformément à l'ISO 7609.

Sélection des constituants représentatifs et caractéristiques de l'huile essentielle.

Détermination de la concentration de ces constituants par la méthode de normalisation de surface de pic (méthode de normalisation interne, conformément à l'ISO 7609), puis fixation des concentrations minimales et maximales acceptables pour chacun d'eux, et, éventuellement, des limites de rapports de concentrations, en appliquant des méthodes statistiques d'analyse de données.

5 Échantillons de l'huile essentielle à étudier

Le profil chromatographique d'une huile essentielle doit être déterminé après avoir étudié un très grand nombre d'échantillons issus de productions industrielles de cette huile essentielle, considérés comme purs et de bonne qualité organoleptique. Ces échantillons doivent avoir été prélevés sur plusieurs années de production et provenir de plantes ou de parties de plantes dont l'origine botanique, et éventuellement géographique, est bien définie et dont le mode de préparation est connu.

6 Appareillage

6.1 Chromatographe en phase gazeuse, muni d'un injecteur diviseur et d'une colonne capillaire.

6.2 Détecteur à ionisation de flamme.

6.3 Système de traitement des données (intégrateur, calculateur, etc.), conformément aux indications données dans l'ISO 7609.

Contrôler les performances de l'appareillage en utilisant l'essai décrit à l'article 7.

7 Performances de l'appareillage

7.1 Généralités

L'ensemble constitué par le chromatographe proprement dit et le système de traitement des données (6.3) doit être réglé de façon à permettre la résolution correcte et l'élution totale de tous les constituants volatils de l'huile essentielle et que le profil chromatographique obtenu avec le mélange test défini dans le Tableau 1 soit conforme au profil chromatographique défini par l'essai interlaboratoires (voir le Tableau 2).

7.2 Préparation et composition du mélange test

Préparer un mélange test comme indiqué dans le Tableau 1. (Un exemple d'utilisation de ce mélange test est donné à l'annexe A.)

iTeh STANDARD PREVIEW

Tableau 1 — Composition du mélange test

Nom chimique	Référence CAS ^a	Référence EINECS ^b	Pureté minimale	Fraction massique %
<i>n</i> -Hexanol	111-27-3	203-852-3	99 %	0,80
α -Pinène	7785-70-8	232-087-8	99 %	5,00
Cinéole-1,8 (eucalyptol)	470-82-6	207-431-5	99,5 %	50,00
Linalol	78-70-6	201-134-4	99 %	10,00
<i>n</i> -Décane ^c	112-31-2	203-957-4	98 %	0,20
Acétate de linalyle	115-95-7	204-116-4	99 %	25,00
Eugénol	97-53-0	202-589-1	99 %	3,00
β -Caryophyllène	87-44-5	201-746-1	99 %	5,00
Salicylate de benzyle	118-58-1	204-262-9	99 %	1,00

^a N° d'enregistrement par les Chemical Abstract Services.

^b N° d'enregistrement à l'inventaire européen des substances chimiques existantes sous forme disponible dans le commerce.

^c Récemment distillé et/ou chimiquement stabilisé.

Vérifier la pureté de chacun des constituants par chromatographie en phase gazeuse et par les méthodes physico-chimiques usuelles.

Conserver le mélange dans des flacons scellés, à l'abri de la lumière et à une température comprise entre -5 °C et +5 °C. Dans ces conditions, le mélange test peut être conservé 1 an au moins.

7.3 Mode opératoire

Réaliser l'analyse chromatographique du mélange test en injectant celui-ci dans les conditions opératoires habituelles pratiquées dans le laboratoire pour les huiles essentielles.

7.4 Résultats

Les résultats sont obtenus directement à partir du système de traitement des données.

Pour être reconnus conformes, les résultats, exprimés comme pourcentage de surface, doivent se trouver dans les limites données dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Profil chromatographique du mélange test

Composé chimique	Minimum %	Maximum %
<i>n</i> -Hexanol	0,65	0,75
α -Pinène	5,85	6,25
Cinéole-1,8 (eucalyptol)	49,0	50,5
Linalol	10,10	10,50
<i>n</i> -Décanal	0,15	0,20
Acétate de linalyle	22,80	23,50
Eugénol	2,50	2,75
β -Caryophyllène	5,85	6,30
Salicylate de benzyle	0,75	0,95
Rapport <i>n</i> -hexanol/salicylate de benzyle	0,75	0,95

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6761862-67de-4e73-a40d-2ef475e56b4f/iso-11024-1-1998>

Pour le pic du *n*-décanal, le rapport signal sur bruit doit être supérieur à 100. Ce rapport peut être calculé de la façon suivante:

- le signal est la hauteur du pic du décanal;
- le bruit est la moitié de la différence entre la valeur maximale du signal et la valeur minimale du signal en l'absence de pic pendant 30 s.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Se conformer à la méthode spécifiée dans l'ISO 356.

9 Identification et sélection des constituants représentatifs et caractéristiques de l'huile essentielle

Procéder à une étude chromatographique de la totalité des échantillons de l'huile essentielle étudiée en se conformant à la méthode donnée dans l'ISO 7609, et en appliquant les conditions opératoires appropriées déterminées précédemment.

Identifier les principaux constituants chimiques à l'aide des méthodes d'analyse habituelles.

Sélectionner quelques constituants parmi les plus représentatifs et caractéristiques de l'huile essentielle étudiée (12 au maximum).

10 Fixation des limites de concentration

Régler l'intégrateur de façon à éliminer le bruit de fond.

Évaluer la concentration approximative des constituants représentatifs et caractéristiques pour chacun des échantillons de l'huile essentielle étudiée en utilisant la méthode de normalisation de surface de pic (méthode de normalisation interne), conformément à l'ISO 7609. Cette méthode permet d'évaluer, pour chacun des constituants, le pourcentage de surface de pic par rapport à la somme des surfaces de l'ensemble des pics du chromatogramme de l'huile essentielle pris en compte par l'intégrateur. Ce pourcentage, assimilable à une concentration, est lu directement sur le bulletin de résultat.

Pour chacun des constituants de l'ensemble des échantillons étudiés, calculer la moyenne m_1 des concentrations et l'écart-type σ_1 .

Définir l'intervalle de confiance à 95 %, en utilisant la relation:

$$m_1 \pm 1,96 \sigma_1$$

Toutes les valeurs qui sont hors de cet intervalle de confiance doivent être considérées comme aberrantes et doivent être éliminées.

Sur les valeurs restantes, calculer une nouvelle moyenne m_2 et un nouvel écart-type σ_2 .

Définir un nouvel intervalle de confiance en utilisant la relation:

$$m_2 \pm 1,96 \sigma_2$$

Toutes les valeurs qui sont hors de cet intervalle de confiance doivent à leur tour être considérées comme aberrantes et doivent être éliminées.

Procéder de cette façon à des troncations successives jusqu'au moment où aucune valeur n'est plus éliminée.

Les valeurs de ce dernier intervalle de confiance forment alors les limites supérieures et inférieures des concentrations acceptables.

Il est possible d'indiquer éventuellement des limites de rapports entre les constituants, si cela permet d'améliorer l'efficacité d'une évaluation de qualité.

Arrondir, si nécessaire, les valeurs limites obtenues à des nombres entiers ou demi-entiers.

L'annexe B montre, à titre indicatif, un exemple pratique d'application de la méthode.

11 Expression des résultats

Le profil chromatographique de l'huile essentielle considérée se traduit par une liste des constituants représentatifs et caractéristiques accompagnée de leurs limites minimales et maximales de concentration, et éventuellement de rapports entre ces concentrations.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires ou méthodes d'études statistiques non prévus dans la présente partie de l'ISO 11024, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

Le rapport d'essai doit en particulier préciser le nombre d'échantillons étudiés et le nombre d'années de récoltes pris en considération.