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

Partie 2:

Utilisation des profils chromatographiques des
échantillons d'huiles essentielles

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Essential oils — General guidance on chromatographic profiles —

Part 2: Utilization of chromatographic profiles of samples of essential oils

ISO 11024-2:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7349e446-d0d8-416e-a905-8133208e0f23/iso-11024-2-1998>



Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Termes et définitions	1
4	Principe	2
5	Solution témoin	2
6	Appareillage	3
7	Performances de l'appareillage	3
8	Préparation de l'échantillon pour essai	4
9	Localisation des constituants représentatifs et caractéristiques	4
10	Contrôle de la concentration des constituants représentatifs et caractéristiques	5
11	Expression des résultats	5
12	Rapport d'essai	5

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11024-2:1998

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/446-d0d8-416e-a905-8133208-0034/iso-11024-2-1998

© 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 11024-2 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*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11024-2:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7349e446-d0d8-416e-a905-8133208e0f23/iso-11024-2-1998>

Huiles essentielles — Directives générales concernant les profils chromatographiques —

Partie 2:

Utilisation des profils chromatographiques des échantillons d'huiles essentielles

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11024 décrit les directives générales concernant la détermination de la conformité du profil chromatographique d'un échantillon d'huile essentielle dont on désire évaluer la qualité, avec le profil chromatographique de référence figurant dans la norme spécifique à cette huile essentielle.

NOTE Se reporter également à l'ISO 11024-1¹⁾.

[ISO 11024-2:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7349e446-d0d8-416e-a905-8133208e0f23/iso-11024-2-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7349e446-d0d8-416e-a905-8133208e0f23/iso-11024-2-1998>

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.*

3 Termes et définitions

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

¹⁾ ISO 11024-1, *Huiles essentielles — Directives générales concernant les profils chromatographiques — Partie 1: Élaboration des profils chromatographiques pour la présentation dans les normes.*

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7349e446-d0d8-416e-a905-8133208e0f23/iso-11024-2-1998>

4 Principe

Analyse par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire d'un échantillon de l'huile essentielle en essai.

Localisation des pics considérés comme représentatifs et caractéristiques de l'huile essentielle sur le chromatogramme obtenu. Ces pics sont comparés à ceux indiqués au paragraphe «Profil chromatographique» de la norme spécifique à l'huile essentielle étudiée.

Vérification, à l'aide des indications fournies directement par le système de traitement des données, de la conformité des concentrations minimales et maximales (ou des rapports de concentrations) de ces constituants représentatifs et caractéristiques avec les limites fixées dans la norme spécifique à l'huile essentielle étudiée.

5 Solution témoin

En suivant les recommandations de l'ISO 7609, préparer une solution témoin en mélangeant à 1 ml d'hexane les substances témoins correspondant aux constituants représentatifs et caractéristiques indiqués au paragraphe «Profil chromatographique» de la norme spécifique à l'huile essentielle étudiée.

Vérifier que les substances témoins sont de pureté chromatographique suffisante.

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.

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 $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $+5\text{ }^{\circ}\text{C}$. 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> -Décane	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

Pour le pic du *n*-décane, 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 décane;
- 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 Localisation des constituants représentatifs et caractéristiques

Localiser sur le chromatogramme de l'huile essentielle étudiée les pics correspondant aux constituants représentatifs et caractéristiques indiqués dans le profil chromatographique de référence.

Cette localisation peut être effectuée de diverses façons, par exemple à l'aide de l'une ou de plusieurs des méthodes suivantes:

- comparaison avec un chromatogramme-type réalisé sur une colonne chromatographique de même composition;

- utilisation des doses surajoutées;
- utilisation des indices de rétention;
- couplage avec un spectromètre de masse.

Il est également possible d'utiliser une solution témoin, comme suit.

Injecter la solution témoin. On obtient le chromatogramme A. Identifier les pics obtenus en fonction de leur ordre d'éluion et de leur surface, qui doit correspondre approximativement aux concentrations utilisées pour la préparation de la solution témoin.

NOTE Les ordres d'éluion sont fournis par la lecture des chromatogrammes-types obtenus en utilisant différents types de colonnes.

Injecter, dans les mêmes conditions opératoires, l'échantillon d'huile essentielle dont on désire contrôler la qualité. On obtient le chromatogramme B.

À l'aide des temps de rétention relevés sur le chromatogramme A, localiser sur le chromatogramme B les pics correspondant aux constituants représentatifs et caractéristiques. Tous les constituants représentatifs doivent être présents dans l'échantillon d'huile essentielle étudiée.

10 Contrôle de la concentration des constituants représentatifs et caractéristiques

À l'aide des renseignements fournis par le système de traitement des données correspondant au chromatogramme B, méthode de dosage par normalisation de surface de pic (méthode de normalisation interne, conformément à l'ISO 7609), vérifier que les concentrations (supposées équivalentes aux pourcentages de surface des pics considérés) ou les rapports de concentrations sont compris entre les valeurs minimales et maximales précisées au paragraphe «Profil chromatographique» de la norme spécifique à l'huile essentielle étudiée.

[ISO 11024-2:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7349e446-d0d8-416e-a905-8133208e0f23/iso-11024-2-1998)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7349e446-d0d8-416e-a905-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7349e446-d0d8-416e-a905-8133208e0f23/iso-11024-2-1998)

11 Expression des résultats [8133208e0f23/iso-11024-2-1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7349e446-d0d8-416e-a905-8133208e0f23/iso-11024-2-1998)

Le profil chromatographique se traduit par une liste des constituants représentatifs et caractéristiques trouvés dans l'échantillon de l'huile essentielle étudiée accompagnée de leur concentration évaluée par la méthode de normalisation. Des rapports de ces concentrations peuvent aussi être calculés.

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 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 donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.