

---

# Norme internationale



# 3632

---

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

---

## Safran — Spécifications

*Saffron — Specification*

Première édition — 1980-10-15

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

[ISO 3632:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/748d2147-5dd1-4fb8-ab38-3db12d32e08b/iso-3632-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/748d2147-5dd1-4fb8-ab38-3db12d32e08b/iso-3632-1980>

---

CDU 635.716

Réf. n° : ISO 3632-1980 (F)

**Descripteurs** : produit agricole, épice, safran, spécification, composition chimique, marquage, essai, pouvoir colorant, pigment, analyse microscopique, forme anatomique.

Prix basé sur 9 pages

## 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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 3632 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1978.

Les comités membres des pays suivant l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Éthiopie	Roumanie
Brésil	France	Royaume-Uni
Bulgarie	Hongrie	Tchécoslovaquie
Chili	Inde	Thaïlande
Chypre	Israël	Turquie
Corée, Rép. de	Kenya	USA
Égypte, Rép. arabe d'	Mexique	Yougoslavie
Espagne	Pologne	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

# Safran — Spécifications

## 1 Objet

La présente Norme internationale fixe les spécifications de l'épice safran obtenue à partir des fleurs de *Crocus sativus* Linnaeus.

ISO 948, *Épices — Échantillonnage.*

ISO 1871, *Produits agricoles alimentaires — Directives générales pour le dosage de l'azote selon la méthode de Kjeldahl.*

ISO 5498, *Produits agricoles alimentaires — Détermination de l'indice d'insoluble dit «cellulosique» — Méthode générale.<sup>1)</sup>*

## 2 Domaine d'application

La présente Norme internationale est applicable au safran présenté sous l'une des formes suivantes :

- soit en filaments entiers sous forme d'une masse de filaments, lâche, souple, élastique et hygroscopique;
- soit pulvérisé, obtenu par broyage du safran en filaments.

Elle ne s'applique pas au safran présenté en filaments coupés, c'est-à-dire sous forme de stigmates dépourvus de styles.

## 3 Références

ISO 927, *Épices — Détermination des matières étrangères*

ISO 928, *Épices — Détermination des cendres totales.*

ISO 930, *Épices — Détermination des cendres insolubles dans l'acide.*

ISO 941, *Épices — Détermination de l'extrait soluble dans l'eau froide.*

## 4 Définitions

**4.1 safran en filaments :** Stigmates du *Crocus sativus* Linnaeus, séchés, de couleur rouge foncé, enroulés en cornets, dentelés ou crénelés à leur extrémité distale. Les stigmates peuvent être soit isolés, soit réunis par deux ou trois à l'extrémité d'une portion du style (qui est également rouge).

**4.2 filaments jaunes :** Stigmates jaunes séchés des fleurs du *Crocus sativus* Linnaeus.

**4.3 restes floraux :** Filaments jaunes, pollens, étamines, parties d'ovaires et autres parties de la fleur de *Crocus sativus* Linnaeus.

**4.4 matières étrangères :** Feuilles, tiges, pailles et autres matières végétales. En dehors du sable, de la terre et de la poussière, il n'est toléré aucune autre matière minérale.

1) Actuellement au stade de projet.

## 5 Spécifications

### 5.1 Classification du safran en filaments entiers

Le safran en filaments entiers est classé en trois catégories, selon le tableau 1, déterminées en fonction de sa teneur en restes floraux et en matières étrangères, en suivant respectivement la méthode spécifiée dans l'annexe B et celle qui est spécifiée dans l'ISO 927.

Tableau 1 — Classification du safran en filaments entiers

Caractéristique	Catégorie I type «Mancha»	Catégorie II type «Rio»	Catégorie III type «Sierra»
Restes floraux % (m/m), max.	7	13 à 15	17 à 20
Matières étrangères % (m/m), max.	0,5	1	1

### 5.2 Flaveur

La flaveur du safran doit être spécifique, légèrement amère et un peu piquante. Le produit doit être exempt de saveurs étrangères.

### 5.3 Absence de moisissures, insectes, etc.

Le safran doit être exempt d'insectes vivants, et doit être pratiquement exempt de moisissures, d'insectes morts, de fragments d'insectes et de contamination par les rongeurs, visibles à l'œil nu (corrigé, si nécessaire, dans le cas d'une vision anormale) ou avec le grossissement pouvant s'avérer nécessaire dans certains cas particuliers. Si le grossissement est supérieur à X 10, mention doit en être faite dans le procès-verbal d'essai.

### 5.4 Spécifications chimiques<sup>1)</sup>

Le safran en filaments ou en poudre doit satisfaire aux spécifications données dans le tableau 2.

Le safran en poudre, examiné selon la méthode spécifiée dans l'annexe E, ne doit pas montrer la présence de pigments autres que ceux propres au safran.

Tableau 2 — Spécifications chimiques du safran en filaments et du safran en poudre

Caractéristique	Spécifications		Méthode d'essai
	Safran en filaments	Safran en poudre	
Eau et matières volatiles à 103 °C % (m/m), max.	14	8	Annexe C
Cendres totales % (m/m), sur sec : max. min.	8 5	8 5	ISO 928
Cendres insolubles dans l'acide chlorhydrique % (m/m), sur sec : Catégorie I, max. Catégories II et III, max.	1,0 1,5	1,0 1,5	ISO 930
Extrait soluble dans l'eau froide % (m/m), sur sec : max. min.	65 55	65 55	ISO 941
Azote total % (m/m), sur sec : max. min.	3,0 2,0	3,0 2,0	ISO 1871
Différence entre les pourcentages sur sec de sucres réducteurs avant et après inversion, exprimés en sucre inverti, max.	*	*	
Indice d'insoluble dit «cellulosique» % (m/m), sur sec, max.	**	**	ISO 5498
Pouvoir colorant $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ à 440 nm : Catégorie I, min. Catégorie II, min.	110*** 80***	150*** 120***	Annexe D

\* Des limites seront indiquées lorsqu'une méthode aura été mise au point.

\*\* Des limites seront fixées ultérieurement en fonction de la méthode utilisée.

\*\*\* Valeur donnée à titre expérimental.

1) Des limites concernant les substances toxiques seront fixées ultérieurement, en accord avec les recommandations de la commission FAO/OMS du Codex Alimentarius.

## 6 Échantillonnage

**6.1** Échantillonner le safran, en filaments ou en poudre, selon la méthode spécifiée dans l'ISO 948.

**6.2** Masse minimale d'échantillon pour laboratoire : 20 g dans le cas du safran en filaments; 10 g dans le cas du safran en poudre.

NOTE — Si l'on souhaite réaliser le contrôle complet du safran en effectuant, en double, toutes les déterminations prévues dans la présente Norme internationale, il est nécessaire de disposer d'un échantillon de 25 g.

## 7 Méthodes d'essai

Les échantillons de safran doivent être analysés pour s'assurer de leur conformité aux spécifications de la présente Norme internationale, en suivant les méthodes d'essai indiquées dans le chapitre 5.

Pour les matières étrangères effectuer la détermination selon la méthode spécifiée dans l'ISO 927, mais en opérant sur l'échantillon A (10 g minimum; voir annexe A, chapitre A.1).

Il est, en outre, recommandé, dans le cas du safran en poudre, d'effectuer un examen microscopique (voir annexe F).

## 8 Emballage et marquage

### 8.1 Emballage

Le safran en filaments ou en poudre doit être emballé dans des récipients rigides, étanches, propres et sains, en matière qui ne puisse pas avoir d'action sur le safran.

## 8.2 Marquage

### 8.2.1 Safran en filaments

Les indications particulières suivantes doivent être inscrites, directement ou sur une étiquette, sur chaque emballage d'expédition :

- a) nom du produit (nom botanique), mention «filaments entiers», nom commercial ou, le cas échéant, marque;
- b) nom et adresse du producteur ou de l'emballleur;
- c) numéro de code ou du lot;
- d) masse nette;
- e) catégorie du produit;
- f) pays de production;
- g) tout autre renseignement demandé par l'acheteur, tel que l'année de récolte et la date de l'emballage (si elles sont connues).

### 8.2.2 Safran en poudre

Les indications de a) à d), mentionnées en 8.2.1, doivent être inscrites sur chaque récipient unitaire. Si des récipients en verre sont utilisés, les mots «Fragile — Verre» doivent être marqués sur chaque emballage d'expédition.

ISO 3632:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/74843147-5dd1-4b88-a138-400000000000/iso-3632-1980>

(standards.iteh.ai)

## Annexe A

### Préparation de l'échantillon pour essai

#### A.1 Safran en filaments entiers

Diviser l'échantillon pour laboratoire, qui doit avoir une masse d'au moins 20 g, en deux échantillons égaux A et B, ayant chacun une masse d'au moins 10 g, et destinés :

##### a) Échantillon A :

- à identifier le produit,
- à apprécier la saveur,
- à constater l'absence de moisissures, insectes, etc.,
- à déterminer la proportion des restes floraux,

— à déterminer la proportion de matières étrangères.

##### b) Échantillon B :

— aux divers autres essais dont, en premier lieu, la détermination de la teneur en eau et en matières volatiles sur le produit tel quel, et, en second lieu, la préparation de l'échantillon pulvérisé pour essai.

#### A.2 Safran en poudre

Le safran en poudre est analysé sans préparation préalable.

## Annexe B Détermination du pourcentage de restes floraux

ISO 3632:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/748d2147-5dd1-4fb8-ab38-8b/iso-3632-1980>

Peser 5 g de l'échantillon A de safran (voir annexe A). Étaler le produit sur une feuille de papier blanc, éliminer à l'aide de petites pinces tous les filaments jaunes attachés ou libres, et autres restes floraux qui peuvent s'y trouver. Placer le reste du produit sur un verre de montre taré et peser sur une balance analytique.

La différence entre les deux masses donne la quantité de restes floraux dans la quantité de produit pesée.

En déduire le pourcentage en masse.

## Annexe C

### Détermination de la teneur en eau et matières volatiles

#### C.1 Principe

Séchage à l'étuve à  $103 \pm 2$  °C jusqu'à masse constante.

#### C.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire non spécifié par ailleurs, et notamment :

**C.2.1 Vase à peser**, ou **capsule** munie d'un couvercle ou d'un verre de montre.

**C.2.2 Étuve**, réglable à  $103 \pm 2$  °C.

**C.2.3 Dessiccateur**, garni d'un agent déshydratant efficace.

**C.2.4 Balance analytique.**

#### C.3 Mode opératoire

##### C.3.1 Prise d'essai

Dans le vase à peser ou la capsule (C.2.1), préalablement séché(e) et taré(e) à 1 mg près, peser, à 1 mg près, environ 5 g

de l'échantillon B de safran en filaments entiers (voir annexe A) ou environ 2,5 g de safran en poudre, le cas échéant.

### C.3.2 Détermination

Placer le vase à peser ou la capsule contenant la prise d'essai, débouché(e), dans l'étuve (C.2.2) réglée à  $103 \pm 2$  °C et l'y maintenir durant 16 h. Couvrir avec le couvercle ou le verre de montre, et laisser refroidir dans le dessiccateur (C.2.3). Après refroidissement, peser à 1 mg près.

Conserver le produit sec en vue des déterminations ultérieures.

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

### C.4 Expression des résultats

La teneur en eau et matières volatiles, exprimées en pourcentage en masse, de l'échantillon initial est égale à

$$(m_0 - m_1) \times \frac{100}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu sec.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

## Annexe D

### Détermination du pouvoir colorant

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

#### D.1 Définition

**pouvoir colorant du safran** : Absorbance spécifique d'un extrait aqueux du produit, à 440 nm.

**D.3.4 Cuves pour spectrophotométrie**, en verre de silice, perméable aux ultraviolets, ayant un parcours optique de 1 cm.

#### D.2 Principe

Dilution de l'extrait soluble dans l'eau froide obtenu selon l'ISO 941, de façon à amener la concentration à environ 4 mg de safran pour 100 ml de solution. Mesurage de l'absorbance à 440 nm dans une cuve ayant un parcours optique de 1 cm.

#### D.4 Mode opératoire

##### D.4.1 Prise d'essai

Utiliser le liquide limpide surnageant obtenu avant filtration lors de la détermination de l'extrait soluble dans l'eau froide.<sup>1)</sup>

Prélever, à l'aide de la pipette (D.3.1), 1 ml de cette solution qui contient 2 g de safran pour 100 ml.

#### D.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire non spécifié par ailleurs, et notamment :

##### D.4.2 Détermination

Verser la prise d'essai dans la fiole jaugée (D.3.2) et compléter au trait repère avec de l'eau distillée, afin d'obtenir une solution contenant environ 4 mg de safran pour 100 ml de solution.

**D.3.1 Pipette**, de 1 ml de capacité, classe A, conforme aux spécifications de l'ISO 648 ou de l'ISO/R 835.

Régler le spectrophotomètre (D.3.3). Mesurer l'absorbance de la dilution finale à 440 nm dans une cuve (D.3.4), en utilisant l'eau distillée comme témoin.

**D.3.2 Fiole jaugée**, de 500 ml de capacité, classe A, conforme aux spécifications de l'ISO 1042.

**D.3.3 Spectrophotomètre**, ou tout autre appareil capable de mesurer l'absorbance à 440 nm.

#### D.5 Expression des résultats

Noter l'absorbance obtenue à 440 nm et calculer l'absorbance spécifique  $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$  à 440 nm en fonction de la dilution obtenue.

1) Il est indispensable de prélever la phase aqueuse surnageante limpide avant de filtrer, le papier filtre adsorbant énergiquement les pigments du safran.

## Annexe E

## Recherche des pigments du safran

## E.0 Introduction

Les pigments existant dans le safran sont des constituants spécifiques, et ils peuvent servir à indiquer l'authenticité du produit.

## E.1 Principe

Après macération du safran avec de l'éthanol, chromatographie de partage en couche mince de la solution éthanolique.<sup>1)</sup>

## E.2 Réactifs

## E.2.1 Éthanol, solution à 80 % (V/V).

## E.2.2 Solvant d'élution, constitué par la phase organique d'un mélange contenant :

- butanol-1 (4 volumes);
- acide acétique (1 volume);
- eau (1 volume).

Ce réactif à une stabilité limitée.

## E.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire non spécifié par ailleurs, et notamment :

**E.3.1 Cuve pour chromatographie**, dont les parois intérieures sont tapissées d'un papier filtre destiné à assurer la saturation de l'atmosphère.

**E.3.2 Plaques de silice**, sans indicateur de fluorescence, activées par un séjour de 1 h à  $103 \pm 2$  °C, et refroidies dans un dessiccateur garni d'un agent déshydratant efficace.

## E.4 Mode opératoire

## E.4.1 Prise d'essai.

Peser, à 0,01 g près, environ 0,05 g de l'échantillon pour laboratoire.

## E.4.2 Détermination

Ajouter, à la prise d'essai, 2 ml de l'éthanol (E.2.1), laisser macérer durant 2 h environ. Déposer 1  $\mu$ l de la solution éthanolique ainsi obtenue sur une plaque de silice (E.3.2). Développer dans la cuve (E.3.1) dans le solvant d'élution (E.2.2) jusqu'à ce que le front du solvant d'élution ait parcouru une distance d'au moins 10 cm à partir du point de départ (sans toutefois dépasser la longueur totale de la plaque).

## E.5 Interprétation des résultats

Après développement, les pigments propres au safran apparaissent de la façon indiquée dans le tableau 3.

Tableau 3 — Mise en évidence des pigments du safran

Rapport frontal $R_f$ (valeur approximative)	Intensité des taches	Couleur des taches	
		à la lumière du jour	dans l'ultraviolet
0,96	Tache très faible	Jaune orangé	
0,80	Tache très faible	Jaune orangé	
0,63	Tache nette	Jaune orangé	Brune
0,56	Tache nette	Jaune orangé	Brune
0,43	Tache importante	Jaune orangé	Brune
0,29	Tache importante	Jaune orangé	Brune

Les trois taches inférieures de  $R_f$  0,29 — 0,43 et 0,56 sont les taches principales et caractéristiques des stigmates du safran pur. Elles sont de couleur jaune orangé en lumière du jour (orangée si les quantités déposées sont plus importantes). Elles ont toutes les trois une fluorescence brune en lumière ultraviolet. Ce sont les caroténoïdes. La substance qui a le plus faible  $R_f$  (0,29) est la *trans*-crocine.

Noter, s'il y a lieu, la présence d'autres taches qui ne correspondent pas aux pigments du safran.

1) Toute autre méthode équivalente peut également être utilisée.

## Annexe F

### Détermination au microscope du safran en poudre

#### F.1 Technique générale de préparation des espèces végétales à l'état pulvérulent pour l'observation au microscope

##### F.1.1 Principe

Libération des cellules de leur contenu protoplasmique, afin de permettre une observation plus aisée des caractères différentiels. Pour cela, il convient en général de faire subir à l'échantillon une attaque alcaline par une solution d'hydroxyde de sodium à 100 g/l.

##### F.1.2 Mode opératoire

Mettre en suspension une prise d'essai de l'échantillon broyé, au besoin épuisé par de l'éther, dans une solution d'hydroxyde de sodium, puis porter et maintenir à douce ébullition durant 10 à 15 min.

NOTE — La concentration de la solution d'hydroxyde de sodium et le temps d'ébullition sont fonction de l'importance de l'attaque à effectuer, et restent à la discrétion de l'analyste.

Ajouter, au produit de l'attaque, une quantité suffisante d'eau pour abaisser la masse volumique du milieu et permettre le dépôt intégral des débris celluloses en suspension. Décanter la solution alcaline, puis laver le résidu obtenu deux ou trois fois par décantation avec de l'eau tiède. Effectuer ces opérations dans des verres à pied.

Pour les éléments difficiles à rassembler, opérer par centrifugation.

Prélever les fragments de téguments directement à l'aide d'une pointe lancéolée, et les monter entre lame et lamelle<sup>1)</sup> dans de l'eau glycinée. L'observation peut être améliorée par le montage de la préparation dans un milieu éclaircissant tel que le lactophénol d'Amann<sup>2)</sup>.

#### F.2 Structure anatomique du safran

##### F.2.1 Section transversale pratiquée dans un stigmate (voir figure 1)

Elle présente les parties suivantes :

- un parenchyme, formé de cellules polygonales ou arrondies sur leurs angles à parois peu épaisses;
- des faisceaux fibro-vasculaires, à section arrondie;
- un épiderme, composé d'une rangée de cellules tabulaires légèrement allongées perpendiculairement à la surface du stigmate et recouvertes d'une cuticule peu épaisse. Certaines cellules épidermiques sont garnies sur le milieu de leur paroi extérieure d'une petite papille.

##### F.2.2 Caractères de la poudre

Les observations se font habituellement avec des grossissements de 100 à 400 diamètres. Ce n'est qu'à la faveur de petits détails de structure ou même par comparaison de leurs dimensions relatives, que l'on pourra déterminer avec certitude l'origine de tel ou tel tissu.

Il est indispensable, lorsque l'on a reconnu des éléments étrangers, d'examiner une préparation type.

Les caractères microscopiques essentiels qui déterminent le safran sont les suivants :

- fragments de la partie distale des stigmates garnis de grosses papilles allongées en forme de poil (voir figure 2);
- débris épidermiques de stigmates garnis de petites papilles (voir figure 3);

1) Au cours de la préparation de la lame, il est recommandé de chauffer lame et lamelle afin de faciliter l'élimination des bulles d'air incluses.

2) La solution de lactophénol d'Amann peut être préparée de la façon suivante.

**PRÉCAUTIONS** — Il est essentiel d'effectuer la préparation de cette solution sous une hotte ventilée et de prendre les précautions appropriées au cours de son utilisation.

Faire fondre 20 g de phénol cristallisé dans un récipient de capacité appropriée, en utilisant un bain d'eau, ajouter ensuite, lentement et en agitant constamment, 20 g d'acide lactique ( $\rho_{20} = 1,20$  g/ml), 40 g de glycérine ( $\rho_{20} = 1,50$  g/ml) et 20 ml d'eau distillée.