

CONDITIONNEMENT DES HUILES ESSENTIELLES (1)

Art. 1^{er}. — Les huiles essentielles, originaires ou en provenance des territoires relevant du ministère de la France d'outre-mer, ne seront admises :

- 1° A l'exportation de ces territoires ;
- 2° A l'importation dans ces mêmes territoires et dans la métropole, que si elles sont conformes aux règles énoncées ci-dessous.

TITRE I^{er}. — Définitions et qualités.

Art. 2. — Les huiles essentielles doivent :

- a) Être limpide ;
- b) Être exemptes d'eau décantée et de corps étrangers ;
- c) Répondre aux spécifications fixées pour chacune d'elles à l'annexe I ;
- d) Posséder un parfum franc caractéristique de l'essence fraîche ;
- e) En ce qui concerne les essences de zeste d'agrumes, provenir pour un même lot de la même campagne de récolte.

Art. 3. — Pour chacune des huiles essentielles :

- 1° L'annexe I définit :
 - a) L'origine botanique ;
 - b) La partie de la plante utilisée et le mode d'extraction ;
 - c) Les constantes physiques et chimiques s'il y a lieu ;
 - d) Les types commerciaux ;
- 2° L'annexe II définit les méthodes d'analyse employées.

TITRE II. — Emballages.

Art. 4. — Sont autorisés :

1° Les emballages métalliques (fûts, tonnelets, bidons, estagnons) étanches, neufs ou à l'état neuf, propres et secs, n'ayant contenu aucun produit susceptible d'altérer la qualité et l'odeur de l'huile essentielle, et constitués :

a) Pour les huiles essentielles alimentaires, uniquement par du fer parfaitement étamé ou vitrifié, ou de l'aluminium.

Parmi les huiles essentielles, citées à l'annexe I, sont susceptibles d'entrer dans l'alimentation :

- Essence de bergamote.
- Essence d'écorce de cannelle.
- Essence de citron.
- Essence de girofle (griffes et clous).
- Essence d'orange douce, dite Portugal.
- Essence de grapefruit (pomelo).

b) Pour les autres essences, par du fer parfaitement étamé, vitrifié ou galvanisé, du cuivre, du fer-blanc ou de l'aluminium.

Les fûts de capacité supérieure à 100 litres doivent être munis de bandes de roulement ou de nervures estampées dans la masse. Leur fermeture sera réalisée par une bonde à vis, munie de joints étanches, dont le bouchon et le collier, percés d'un œillet, permettront le passage d'un fil de fer pour la pose du plomb par le contrôleur du service de contrôle du conditionnement

Les estagnons de 5, 10 ou 20 litres, munis d'une fermeture étanche cachetée ou plombée, seront emballés dans des caissettes en bois ou carton renforcé, cerclées de deux feuillards, susceptibles de supporter le voyage et contenant chacune :

- 8 estagnons ou bidons de 5 litres,
- ou 4 estagnons ou bidons de 10 litres,
- ou 2 estagnons ou bidons de 20 litres.

2° Les récipients en verre de toute capacité ou de toute forme, à la condition qu'ils soient protégés contre le bris et la lumière.

TITRE III. — Marquage.

Art. 5. — Les colis devront porter :

Sur un des deux fonds ou sur le corps pour les récipients métalliques nus ;

Sur les deux têtes pour les caissettes ;

Sur une étiquette pour les emballages logeant les récipients en verre, les caractéristiques suivantes, inscrites en capitales de façon apparente, indélébile et dans l'ordre :

a) Sur une première ligne : la marque spéciale choisie par chaque producteur, groupement de producteurs, collectivité ou celle de l'exportateur, ainsi que le numéro du colis séparé du numéro de série du lot par un trait oblique.

b) Sur une deuxième ligne : la ou les initiales du nom du territoire :

G.....	Guinée française.	COM.....	Comores.
MAD...	Madagascar.	N. C.....	Nouvelle-Calédonie.
MAD.N.B.	dans le cas d'huiles essentielles originaires de Nossi-Bé.	N. H.....	Nouvelles-Hébrides.
C. I.....	Côte d'Ivoire.	A. E. F...	Afrique équatoriale française.

c) Sur une troisième ligne :

A gauche, les trois premières lettres du nom de l'essence suivies, pour certaines d'entre elles, d'une ou plusieurs lettres choisies en vue d'éviter toute confusion, séparées par un trait oblique du numéro du type s'il y a lieu :

BAS.....	Basilic.	LEM.....	Lemon grass.
BER.....	Bergamote.	NER.....	Néroli.
BIG. P. G..	Bigaradier petit grain.	NIA.....	Niaouli
CAN. EC..	Cannelle (écorce)	ORA.....	Orange douce.
CAN. F..	Cannelle (feuille).	PAL.....	Palma Rosa.
CITRON...	Citron.	PAT.....	Patchouli.
CIT.....	Citronnelle.	YLA. E....	Ylang (extra).
GIR.....	Girofle (feuille).	YLA/1 ..	Ylang (1 ^{re}).
GIR. CL..	Girofle (clou).	YLA/2 ..	Ylang (2 ^e).
GIR. G...	Girofle (griffe).	YLA/3 ..	Ylang (3 ^e).
GRA.....	Grapefruit (pomelo).	YLA. C...	Ylang (complète).

A droite, pour les essences de zeste d'agrumes, le millésime de l'année de production.

d) Sur une quatrième ligne : en chiffres, le poids brut suivi de la tare, séparés par un trait oblique.

Exemple de marquage :

Essence de zeste d'agrumes.	Autres essences.
CAPP 8/2	CMM 20/5
G.	MAD.
ORA. 52	GIR. F.
50/5	230/23

TITRE IV. — Contrôle.

Art. 6 — L'exportateur devra demander, en principe huit jours au moins avant l'expédition, au service de contrôle du conditionnement, de procéder à la vérification des lots. Il ne sera pas tenu compte, dans ce laps de temps, des délais de route nécessaires à l'envoi des échantillons au laboratoire du service de contrôle du conditionnement le plus proche.

La demande de vérification sera accompagnée d'un bordereau mentionnant le détail des poids brut et net de chaque récipient composant un même lot.

L'échantillon prélevé dans les conditions fixées à l'article 7 ci-après doit être analysé en temps voulu. Si le service de contrôle du conditionnement n'a pas fait connaître en temps opportun sa décision, l'exportateur est autorisé à expédier son produit sur présentation d'un certificat par lequel il atteste qu'il est conforme aux prescriptions du

(1) Décret n° 53-220 du 7 mars 1953 (J. O. du 20 mars 1953 p. 2663).

décet. Ce certificat indiquera, autant que possible, les spécifications concernant le produit analysé selon les méthodes données en annexe du décret. Une copie de ce certificat sera jointe au bulletin de vérification. En cas de déclaration erronée, le service de contrôle du conditionnement pourra prendre toutes dispositions qu'il jugera utiles.

La vérification portera sur tous les colis qui seront marqués par l'agent du service de contrôle du conditionnement au plomb de ce service et d'une marque apparente indiquant la date (jour, mois, année) à laquelle a été effectuée la vérification.

Le plomb sera attaché :

- 1° Pour les récipients métalliques nus, à la bonde ;
- 2° Pour les caissettes aux deux extrémités d'un fil de fer traversant, près d'une arête, le couvercle et l'un des côtés, par deux trous perforés avant la fermeture de la caissette contrôlée ;
- 3° Pour les récipients en verre, au bouchon.

TITRE V. — Échantillonnage.

Art. 7. — Une prise d'essai est effectuée immédiatement après agitation vigoureuse du récipient.

Ce prélèvement sera de 50 cm³ au minimum par récipient, excepté pour les essences de parfumerie (essences de basilic, de petit grain bigaradier, de néroli, de patchouli, d'ylang-ylang), pour lesquelles il pourra être inférieur.

Le prélèvement se fera :

Pour les emballages de capacité supérieure à 20 litres, au moyen de cannes de prélèvement en fer-blanc, en verre ou en tout autre matériau non susceptible d'altérer la qualité ou l'odeur de l'huile essentielle ;

Pour les emballages de capacité inférieure à 20 litres, au moyen d'une pipette en verre.

Ces échantillons devront être analysés par les laboratoires des services de contrôle du conditionnement qui délivreront, pour chaque récipient, un bulletin d'analyse destiné à accompagner le certificat de contrôle.

Les colis seront plombés dès la prise d'échantillon terminée et l'analyse effectuée ; la quantité non utilisée sera tenue à la disposition de l'exportateur un mois après réception par le destinataire.

Les méthodes d'analyse employées doivent être spécifiées sur le bulletin d'analyse dont le modèle est annexé au présent décret (annexe III).

Art. 8. — Les services de contrôle du conditionnement constituent, pour chaque campagne de récolte et par qualité d'huile essentielle, un échantillon de référence conservé en flacon plein, bouché émeri, placé à l'abri de la lumière et de la chaleur. Cet échantillon, répondant aux constantes physiques et chimiques d'une huile essentielle déterminée, servira à comparer l'aspect des huiles essentielles de même nature dans tous les cas où il y aura contestation.

Art. 9. — La validité du contrôle est fixée à deux mois pour les essences de zeste d'agrumes et à trois mois pour les autres essences, sous réserve que nulle altération ultérieure ne vienne déprécier la qualité du produit. Passé ce délai, le lot non exporté devra subir un nouveau contrôle.

Pour les essences de zeste d'agrumes et dès la fin de la campagne de production, les stocks sont déclarés aux services de contrôle du conditionnement qui plombent les récipients et relèvent leurs marques et numéros sur un registre.

TITRE VI. — Pénalités.

Art. 10. — Les sanctions prévues aux articles 13 et 26 du décret du 17 octobre 1945 sont applicables au présent décret.

Tout lot non conforme aux présentes spécifications est refusé à l'exportation. Dans ce cas, les essences à usage alimentaire pourront être dénaturées par un colorant approprié.

TITRE VII. — Dispositions transitoires.

Art. 11. — Le présent décret n'entrera en vigueur qu'à partir de la date de l'arrêté de promulgation pris par les territoires intéressés.

Dans les territoires où le service de contrôle du conditionnement ne possède pas encore de laboratoire, l'explorateur est tenu de remettre un certificat par lequel il atteste que le produit dont il a demandé la vérification est conforme aux dispositions du décret. Ce certificat

indiquera, autant que possible, les spécifications concernant le produit analysé selon les méthodes données en annexe du décret. Le lot peut alors être exporté, mais le service de contrôle du conditionnement est tenu de faire analyser, dès que possible, les échantillons, par un laboratoire qu'il a agréé et d'envoyer les résultats à l'exportateur. En cas de déclaration erronée, le service de contrôle du conditionnement pourra prendre toutes dispositions qu'il jugera utiles.

Dès la parution de ce texte, chaque exportateur ou producteur devra déposer auprès du service de contrôle du conditionnement un état faisant ressortir le stock des différentes catégories d'emballages neufs ou à l'état neuf dont il dispose.

Il recevra une dérogation pour l'usage de ceux existant en stock, non conformes aux dispositions ci-dessus.

L'application des dispositions prévues est facultative pendant une période de :

- Deux ans pour l'article 4 ;
- Un an pour l'article 5.

TITRE VIII.

Art. 12. — Le ministre de la France d'outre-mer est chargé de l'exécution du présent décret, qui sera publié au *Journal officiel* de la République française et inséré au *Bulletin officiel* du ministère de la France d'outre-mer.

Fait à Paris, le 7 mars 1953.

René MAYER.

Par le président du conseil des ministres :

Le ministre de la France d'outre-mer,

Louis JACQUINOT.

Le secrétaire d'État à la France d'outre-mer

Henri CAILLAVET

ANNEXE I

Origine botanique. — Mode d'extraction et partie de la plante utilisée. — Constantes physiques (1) et chimiques. — Types commerciaux.

ESSENCE DE BASILIC A ESTRAGOL (Essence de parfumerie).
Ocimum Basilicum L., et *Ocimum Sanctum* L. (Labiacées).

Distillation de la partie aérienne de la plante.

Densité à 20° : 0,945 à 0,983.

Pouvoir rotatoire à 20° : + 0°2 à + 1°5.

ESSENCE DE BERGAMOTE.

Citrus Aurantium L., *subsp. Bergamia* (Risso et Poil.) Wright and Arn (Aurantiacées).

Expression du zeste de fruits sains à froid et sans eau.

Densité à 20° : 0,879 à 0,882.

Pouvoir rotatoire à 20° : + 6° à + 28°.

Esters % en acétate de linalyle : 33 à 45.

ESSENCE DE PETIT GRAIN BIGARADIER (Essence de parfumerie).

Citrus Aurantium L., *subsp. amara* L. (Aurantiacées).

Distillation des feuilles ou des jeunes rameaux sans fruit.

Densité à 20° : 0,883 à 0,889.

Esters % en acétate de linalyle : minimum 39.

ESSENCES DE CANNELLE, TYPE CEYLAN.

Cinnamomum zeylanicum Nees (Lauracées).

	Écorces	Feuilles
Distillation.	—	—
Densité à 20°	1,015 à 1,045	1,035 à 1,055
Pouvoir rotatoire à 20°	— 1°1 à 0°	— 2°5 à + 2°
Aldéhyde cinnamique % (méthode au sulfite)	minimum 65	
Eugénol % (méthode à la soude à 3 % à froid)		minimum 70

(1) Les fractions de degrés sont exprimées en centièmes pour les pouvoirs rotatoires.

ESSENCE DE CITRON.

Citrus Limon (L.) *Burmans f.* (Aurantiacées).

Expression du zeste de fruits sains à froid et sans eau.
Densité à 20° : 0,850 à 0,856.
Pouvoir rotatoire à 20° : + 56° à + 70°.
Aldéhydes % en citral : 3 à 5.
(Méthode par oximation directe.)

ESSENCE DE CITRONNELLE.

Cymbopogon Nardus. Rendle (Graminacées).

Distillation de la partie aérienne de la plante.
Densité à 20° : 0,880 à 0,895.
Pouvoir rotatoire à 20° : — 5° à 0°.
Produits acétylables % en géraniol : minimum 85 (méthode par acétylation) dont minimum 35 de citronnellal par oximation en retour.)

ESSENCES DE GIROFLE.

Eugenia caryophyllata Thuab. (Myrtacées).

	Feuilles	Griffes	Clous
Distillation.			
Densité à 20°	1,035 à 1,049	1,040 à 1,058	1,043 à 1,058
Eugénol % : minimum (méthode à la soude à 3 % à chaud)	82	85	88
Solubilité dans l'alcool à 70°	1,3	à	1,5 vol.

ESSENCE DE GRAPEFRUIT (POMELO).

Citrus paradisi Macf. (Aurantiacées).

Expression du zeste de fruits sains à froid et sans eau.
Constantes réservées.

ESSENCE DE LEMON-GRASS.

Cymbopogon flexuosus Stapf et Cymbopogon citratus Stapf (Graminacées).

Distillation de la partie aérienne de la plante.
Densité à 20° : 0,878 à 0,900.
Citral % : minimum 75.
(Méthode au bisulfite).

ESSENCE DE NEROLI (Essence de parfumerie).

Citrus Aurantium L., subsp. amara L. (Aurantiacées).

Distillation des fleurs.
Couleur : jaune, exempte de coloration rougeâtre.

ESSENCE DE NIAOULI.

Melaleuca viridiflora Soland (Myrtacées).

Distillation des feuilles fraîches.
Densité à 20° : 0,903 à 0,924.
Cinéol % : minimum 45.
(Méthode du Codex français.)

ESSENCE D'ORANGE DOUCE DITE PORTUGAL.

Citrus Aurantium L. = Citrus sinensis Osbeck (Aurantiacées).

Expression du zeste de fruits sains à froid et sans eau.
Densité à 20° : 0,843 à 0,847.
Pouvoir rotatoire à 20° : + 95°5 à + 99°.
Aldéhydes % en aldéhyde décyclique : minimum 1,2.
(Méthode par oximation directe.)

ESSENCE DE PALMA ROSA.

Cymbopogon Martini Stapf (Graminacées).

Distillation de la plante entière.
Densité à 20° : 0,881 à 0,895.
Alcools totaux % en géraniol : minimum 85.
(Méthode par acétylation.)

ESSENCE DE PATCHOULI (Essence de parfumerie).

Pogostemon Heyneanus Benth = Pogostemon Patchouli (Labiacées).
Distillation des feuilles.

ESSENCE D'YLANG (Essence de parfumerie).

Cananga odorata Hook. f. et Thoms (Anonacées).

Distillation de fleurs.

	Extra	1 ^{re}	2 ^e	3 ^e	Complète
Densité à 20° minimum..	0,945	0,927	0,917	0,905	0,915
Indice d'esters minimum	125	90	58	38	47

ANNEXE II

Méthodes d'analyse.

A. — CONSTANTES PHYSIQUES (1).

1. — Densité.

d_4^{20} : déterminée avec une précision de $\pm 0,0005$

Coefficient de correction :

0,0008 à ajouter par degré supérieur à 20°, à retrancher par degré inférieur à 20°.

2. — Pouvoir rotatoire.

α_D^{20} : rotation lue au polarimètre dans un tube de 10 cm.

Si la couleur de l'essence ne permet pas de voir nettement la rotation dans un tube de 10 cm, opérer avec un tube de longueur inférieure mais le plus long possible et ramener la rotation lue à celle d'un tube de 10 cm.

Correction pour l'essence de Portugal : lorsque la température est :
Inférieure à 20°, retrancher par degré 14' ou 23 centièmes de degré.

Supérieure à 20°, ajouter par degré 13' ou 22 centièmes de degré.
Correction pour l'essence de citron : lorsque la température est :
Inférieure à 20°, retrancher par degré 9' ou 15 centièmes de degré.
Supérieure à 20°, ajouter par degré 8' ou 13 centièmes de degré.

3. — Indice de réfraction.

n_D^{20} : déterminé avec une précision de $\pm 0,0002$.

L'indice de réfraction, comme la densité, diminue quand la température augmente.

Corrections : lorsque la température est :

Inférieure à 20°, retrancher 0,00044 par degré.
Supérieure à 20°, ajouter 0,00044 par degré.

4. — Solubilité.

Elle est exprimée par le nombre de volumes d'alcool éthylique d'un degré Gay-Lussac déterminé nécessaire pour solubiliser complètement un volume d'essence à la température de 20° C.

Réactif :

Préparation des alcools à 70°, 80° et 90° en partant de l'alcool éthylique à 95° :

Degré alcoolique	Nombre de cm ³ d'eau à 15° C à ajouter à 100 cm ³ d'alcool à 95°.
90	6,4
80	21,0
70	39,2

Vérifier le degré alcoolique à l'alcoomètre à 15° (cet appareil permet une précision de $\pm 0,5^\circ$) et ajuster s'il y a lieu.

Appareillage :

Burette graduée au 1/20°.

Tubes à essai de gros diamètre.

Mode opératoire :

Dans un tube à essai de gros diamètre parfaitement propre et sec, mettre un volume d'essence exactement mesuré (0,5 ou 1 cm³). Ajouter goutte à goutte, au moyen d'une burette graduée, de l'alcool éthylique très exactement titré (au demi-degré) jusqu'à obtenir une solution limpide. Bien agiter pendant l'addition de l'alcool et opérer à la température de 20°. Pour remplir cette dernière condition, tenir dans un récipient de l'eau à 20° dans laquelle on plongera le tube à essai

(1) On a intérêt à faire les déterminations physiques à une température aussi voisine que possible de celle à laquelle on les exprime.

contenant le mélange d'alcool et d'essence. Lorsque ce mélange est devenu parfaitement limpide, on note sur la burette le volume d'alcool titré utilisé.

B. — CONSTANTES CHIMIQUES.

1. — Indice d'esters et esters %.

Définition :

L'indice d'esters exprime le nombre de mg de potasse nécessaires pour saponifier les esters contenus dans 1 g d'essence.

La teneur en esters se déduit de l'indice d'esters en tenant compte du poids moléculaire de l'ester principal contenu dans l'essence.

Réactifs :

Solution de potasse alcoolique N/10.

Solution de potasse alcoolique N/2.

Solution d'acide sulfurique N/2.

Phénolphtaléine à 1 %.

Appareillage :

Ballon rodé de 100 cm³ avec réfrigérant.

Burette graduée au 1/20°.

Mode opératoire :

Dans un ballon à saponification de 100 cm³ environ, peser au milligramme près 1,50 à 2 g d'essence (P), ajouter 5 cm³ d'alcool éthylique neutre, 3 à 4 gouttes de phénolphtaléine à 1 % et neutraliser les acides libres avec une solution de potasse alcoolique N/10.

Lorsqu'on est arrivé à la neutralité, verser ensuite au moyen d'une burette ou d'une pipette de précision 20 cm³ de potasse alcoolique N/2 et porter à douce ébullition au réfrigérant à reflux pendant une heure.

Laisser refroidir 10 minutes, ajouter 50 cm³ d'eau distillée, 3 à 4 gouttes de phénolphtaléine à 1 % et titrer en retour avec l'acide sulfurique N/2. Soit n le nombre de cm³ d'acide sulfurique N/2 utilisés.

En même temps et dans les mêmes conditions, faire un essai témoin. Soit n₁ le nombre de cm³ d'acide sulfurique N/2 utilisés dans cet essai.

Le nombre de cm³ de potasse N/2 consommés pour la saponification des esters contenus dans P. g. d'essence est n₁ — n.

Expression des résultats :

$$\text{Indice d'esters : LE.} = 28 \times \frac{(n_1 - n)}{P}$$

$$\text{Esters \% : E \%} = M \frac{(n_1 - n) 100}{2000 \times P} = \frac{M(n_1 - n)}{20 \times P}$$

M = poids moléculaire de l'ester représenté en plus grande proportion dans l'essence étudiée.

Pour l'acétate de linalyle, M = 196.

2. — Dosage des alcools totaux par acétylation.

Réactifs :

Anhydride acétique titrant au moins 95 %.

Acétate de sodium récemment fondu et pulvérisé.

Appareillage :

Ballons rodés de 150 à 200 cm³ avec réfrigérant.

Ampoule à décanter.

Burette graduée au 1/20°.

Bain-marie.

Mode opératoire :

Dans un ballon rodé, à saponification, de 150 à 200 cm³, chauffer à douce ébullition au réfrigérant à reflux pendant une heure :

10 cm³ d'essence à doser ;

10 cm³ d'anhydride acétique titrant au moins 95 % ;

2 g d'acétate de sodium récemment fondu et pulvérisé.

Laisser refroidir, ajouter 50 cm³ d'eau et porter un quart d'heure au bain-marie bouillant en agitant de temps en temps. Décanter et laver l'essence à trois reprises avec 50 cm³ d'eau froide. Décanter soigneusement, sécher cinq minutes sur sulfate de sodium anhydre et filtrer.

L'essence acétylée est alors saponifiée comme il a été indiqué à l'indice d'ester.

Dans le cas de l'essence de citronnelle, la méthode doit être modifiée de la façon suivante :

10 cm³ de citronnelle,

15 cm³ d'anhydride acétique,

2 g d'acétate de sodium pur fondu.

Faire bouillir deux heures et saponifier 1,5 g au maximum d'essence ainsi acétylée pendant une heure.

Expression des résultats :

Si l'on désigne par VI le nombre de cm³ de potasse N/2 nécessaires pour saponifier les esters de P grammes d'essence primitive, V₂ le nombre de cm³ de potasse N/2 nécessaires pour saponifier un même poids P d'essence acétylée et par M le poids moléculaire de l'alcool considéré, les teneurs % en alcool libre et en alcool total (alcool libre + alcool combiné dans les esters) sont données par les formules suivantes :

$$\text{Alcool libre \%} = M \frac{(V_2 - V_1)}{20 (P - 0,021 V_2)}$$

$$\text{Alcools totaux \%} = \frac{M \times V_2}{20 \times P} \times \frac{P - 0,021 V_1}{P - 0,021 V_2}$$

Citronnellol M. = 156.

Céranol M. = 154.

3. — Dosage des aldéhydes.

a) Méthodes par oximation.

a) Méthode directe :

Réactifs :

Solution de chlorhydrate d'hydroxylamine.

Préparation : dissoudre 50 g de chlorhydrate d'hydroxylamine dans 90 cm³ d'eau distillée et compléter à un litre avec de l'alcool à 95°. Ajouter 4 cm³ d'une solution d'hélianthine à 0,2 % (on peut aussi utiliser comme réactif coloré 10 cm³ de solution alcoolique de bleu de bromophénol à 0,2 %).

Solution alcoolique de potasse N/2.

Appareillage :

Ballons ou erlenmeyers de 100 cm³.

Burette graduée au 1/20°.

Mode opératoire :

Dans un ballon à fond plat, peser avec précision 20 g d'essence. Ajouter 15 cm³ de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine. Neutraliser l'acide chlorhydrique au fur et à mesure de son dégagement par une solution alcoolique de potasse N/2 en agitant constamment, en se tenant toujours à l'orangé pâle et ne passant au jaune franc qu'au bout de 15 minutes.

Expression des résultats :

$$\text{Aldéhyde \%} = \frac{n \times M \times 1,008}{20 \times P}$$

n = nombre de cm³ de potasse alcoolique N/2.

P = poids de la prise d'essai.

M = poids moléculaire de l'aldéhyde dosé :

152 pour le citral du citron.

156 pour l'aldéhyde décylé de l'orange douce et du grapefruit (pomelo).

1,008 facteur de correction du p.

a) Méthode en retour.

Cette méthode est à utiliser pour le dosage du citronnellal.

Réactifs :

Solution de chlorhydrate d'hydroxylamine (identique à celle utilisée dans la méthode précédente).

Solution alcoolique de potasse N/2.

Solution alcoolique d'acide chlorhydrique N/2.

Appareillage :

Ballons ou erlenmeyers de 100 cm³.

Burette graduée au 1/20°.

Mode opératoire :

Dans un erlenmeyer de 100 cm³, peser exactement 1 à 2 g d'essence. Dans un autre erlenmeyer mélanger 20 cm³ de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine et 20 cm³ de solution alcoolique N/2 de potasse exactement mesurés.

Homogénéiser et verser le contenu de cette fiole dans celle contenant l'essence.

Agiter et rincer à deux reprises avec 5 cm³ d'alcool.
Abandonner une demi-heure à température ambiante.
Faire un essai témoin dans les mêmes conditions.
Titre dans le témoin et dans l'essai, l'alcali en excès par la solution d'acide chlorhydrique N/2 jusqu'à égalité de teinte.

Expression des résultats :

$$\text{Citronnellal \%} = (b - a) \frac{0,5 \times 15,4}{P}$$

b = nombre de cm³ d'acide chlorhydrique N/2 versés dans le témoin.
a = nombre de cm³ d'acide chlorhydrique N/2 versés dans l'essai.
5 = normalité de l'acide,
o = poids de la prise d'essai.

b) Méthodes de Burgess.

Réactifs :

Solution de sulfite de sodium pur cristallisé à 35 %.
Phénolphthaléine.
Acide acétique à 10 %.

Appareillage :

Fioles à aldéhyde de 100 cm³ en verre Pyrex à col gradué.
Bain-marie.

Mode opératoire :

Introduire 5 cm³ d'essence (mesurés à la pipette) dans une fiole à aldéhyde de 100 cm³, ajouter 30 à 35 cm³ d'une solution à 35 % de sulfite de sodium pur cristallisé ; 10 cm³ d'eau et quelques gouttes de phénolphthaléine à 1 %. Chauffer dans un bain-marie bouillant en agitant constamment ; il y a libération d'alcali. Neutraliser au fur et à mesure avec de l'acide acétique à 10 % sans dépasser, car il est préférable de rester en milieu légèrement alcalin.

Lorsque la réaction paraît terminée, ajouter encore 15 à 20 cm³ de la solution de sulfite de sodium et continuer jusqu'à ce que la masse ne se colore plus en rose pâle. Compléter avec de l'eau distillée et, lorsque la séparation de l'insoluble dans l'intervalle gradué du col est complète, faire la lecture après refroidissement.

Expression des résultats :

Soit V le volume de l'insoluble.

$$\text{Aldéhyde \%} = (5 - V) 20, \text{ en volume.}$$

NOTE. — Afin d'augmenter la précision du dosage, utiliser une fiole de 200 cm³ en doublant les quantités d'essence et de réactif.

c) Méthode au bisulfite.

Méthode à utiliser pour le dosage du citral dans l'essence de Lemon-grass.

Réactifs :

Pyrosulfite (métabisulfite) de sodium sec (Na₂S₂O₃).
Sulfite de sodium anhydre.

Appareillage :

Fioles à aldéhyde de 100 cm³ à col gradué.
Bain-marie.

Mode opératoire :

Introduire 10 cm³ d'essence (mesurés à la pipette) dans une fiole à aldéhyde renfermant 70 cm³ de la solution suivante, fraîchement préparée et préalablement filtrée s'il y a lieu :

40,5 g de pyrosulfite.
4,5 g de sulfite.
105 cm³ d'eau.

On agite énergiquement à la main jusqu'à ce que le mélange se présente en une bouillie épaisse. On plonge alors le ballon dans de l'eau bouillante et on l'agite sans interruption jusqu'à ce que la combinaison initiale solide soit entièrement dissoute et que la fraction de l'essence qui n'a pas réagi perde toute apparence laiteuse. Ceci demande 3 à 5 minutes. On remplit ensuite le ballon avec de la solution des réactifs afin que la fraction d'essence non combinée puisse être rassemblée dans la partie graduée du col du ballon. Durant le refroidissement, on fait pivoter à sens rapidement alternés le ballon sur son axe en tapotant de temps en temps le fond et les parois à coups secs de la main afin de détacher des parois toutes les gouttelettes d'essence

qui tendent à y adhérer et de les réunir à la fraction décantée dans le col gradué.

Le volume de cette fraction V est lu à la température du laboratoire.

Expression des résultats :

$$\text{Citral \%} = 100 - 10V \text{ (en volume).}$$

4. — Dosage de l'eugénol.

Réactifs :

Solution aqueuse de soude à 3 % (3 g de soude solide ou 10 cm³ de lessive de soude à 30 % amenés à 100 cm³).
Acide tartrique.

Appareillage :

Fioles à aldéhyde de 100 cm³ en verre Pyrex à col gradué.
Bain-marie.

Mode opératoire :

Dans une fiole à aldéhyde, mesurer exactement 10 cm³ d'essence préalablement traitée par 2 % d'acide tartrique en poudre, agiter vigoureusement et filtrer ; ajouter 80 cm³ environ de la solution de soude à 3 %. Chauffer dix minutes au bain-marie en agitant souvent, puis agiter encore cinq minutes sans arrêt. Compléter ensuite avec la même solution afin d'amener tout l'insoluble dans la partie graduée du col.

Pour faciliter l'ascension de l'insoluble et éviter que des gouttelettes d'essence adhèrent aux parois imprimer au ballon un léger mouvement giratoire. Faire la lecture du volume de l'insoluble après séparation complète (12 à 24 heures).

Dans le cas de l'essence de feuilles de cannelle, opérer à la température ordinaire.

Expression des résultats :

Soit V le volume de l'insoluble :

$$\text{Eugénol \%} = (10 - V) 10 \text{ (en volumes).}$$

NOTE. — Dans le cas d'essence riche en eugénol, utiliser une fiole de 200 cm³ en doublant les quantités de réactifs.

5. — Dosage du cinéol. (Méthode du Codex).

Réactif :

Orthocrésol de point de fusion 30°85.

Préparation : fondre une certaine quantité d'orthocrésol ordinaire. Ajouter 5 à 6 % d'eau. Laisser refroidir et provoquer la cristallisation vers 25°. Séparer les aiguilles ainsi formées par essorage en éliminant les premières portions qui contiennent de l'eau.

Appareillage :

Tubes à essai de 15 cm de longueur et 1,5 cm de diamètre.
Tubes à essai de 25 cm de longueur et 2,5 cm de diamètre.
Thermomètre gradué de 0° à 60° en 1/5° de degré.
Bain-marie.

Mode opératoire :

L'essence à examiner doit être laissée pendant vingt-quatre heures au moins en contact avec une substance desséchante (chlorure de calcium fondu, sulfate de sodium anhydre).

Peser exactement dans un tube à essai de 15 cm de longueur et 15 mm de diamètre une prise d'essai de 4 g de l'essence à examiner, puis ajouter 2,8 g d'orthocrésol. Placer dans le tube un thermomètre gradué de 0° à 60° en 1/5° de degré et agiter avec un thermomètre le contenu du tube. Le liquide se prend en masse ; noter la température à laquelle la prise en masse se produit. Chauffer le tube pour fondre la combinaison d'orthocrésol et de cinéol de façon que la température dépasse de 5° ou 6° la température précédemment déterminée. Placer le tube dans un second tube à essai de 25 cm de longueur et de 25 mm de diamètre formant bain d'air. Immerger l'ensemble dans un bain d'eau porté à une température d'environ 5° inférieure à la température de cristallisation primitivement trouvée. Laisser refroidir lentement en agitant légèrement avec le thermomètre et noter la température à laquelle le mélange commence à cristalliser. A ce moment

vous constaterez une élévation de température ; noter la température maximum qui correspond à la température de cristallisation.

Teneur de l'essence en cinéol — Grammes pour 100 g	Température de cristallisation	Teneur de l'essence en cinéol — Grammes pour 100 g	Température de cristallisation
100	56°6	69,2	42°
99	56°	68	41°
96,2	55°	66,2	40°
94	54°	63,2	38°
91,8	53°	60	36°
89,4	52°	57,2	34°
87,1	51°	54,5	32°
85	50°	52	30°
82,5	49°	49,5	28°
80,5	48°	46,3	26°
78,5	47°	45,2	24°
76,4	46°	43	22°
74,5	45°	42	20°
72,8	44°	39	18°
71	43°		

Lorsque le mélange reste en surfusion, amorcer la cristallisation au moyen d'un petit cristal du complexe de cinéol-orthocrésol obtenu dans les mêmes conditions à partir du cinéol pur.

La teneur en cinéol de l'essence examinée est donnée en poids par le tableau ci-dessus.

Note. — Dans le cas où la teneur de l'essence en cinéol serait inférieure à 39 %, recommencer le dosage en ajoutant préalablement à

l'essence à examiner un poids connu de cinéol pur (5 ou 10 g). Retrancher ensuite cette quantité du poids de cinéol obtenu dans le dosage pour obtenir le pourcentage de cinéol dans l'essence examinée.

ANNEXE III

SERVICE DE CONTROLE
DU CONDITIONNEMENT

Bulletin d'analyse n°

Huile essentielle de.....
Nom de l'exportateur :
Marques et numéros du ou des colis :
Poids brut et tare :
Essai olfactif :
Densité à 20° C :
Solubilité dans l'alcool à :
Pouvoir rotatoire à 20° C :
Indice de réfraction à 20° C :
Constantes chimiques particulières à l'huile essentielle analysée avec indication de la méthode employée :

OBSERVATIONS. —

A....., le 19..

Le chef du laboratoire d'analyse,

Le chef du service de contrôle du conditionnement.

COTATION DES HUILES ESSENTIELLES

Ambrette (graines).....	Frs	300 le kg Caf.
Badiane (essence).....	sh.	9/4 la lb —
Basilic (essence) selon provenance.....	Frs	7.800 le kg —
Bay (essence).....	\$	1,40 la lb Fob. New York.
Benjoin (larmes) selon qualité.....	Frs	2.800/3.600 le kg entrepôt.
Bergamote (essence) selon qualité.....	Lit.	14.500/14.800 le kg Caf.
Bois de Rose Cayenne (essence).....	Frs	3.800 — —
Bois de Rose Brésil (essence).....	\$	4 la lb Fob.
Citron Côte d'Ivoire (essence).....	Frs	4.800/4.900 le kg Caf.
Citron Italie (essence).....	Lit.	7.500/8.500 — —
Citron Guinée (essence)...	Frs	4.800/4.900 — —
Citronnelle Ceylan (essence)	sh.	4/5 la lb —
Citronnelle Java (essence)...	Hfl.	6,65 le kg —
Cannelier feuilles (essence)...	sh.	8/ la lb —
Carvi (essence).....	Hfl.	28 le kg franco frontière.
Copahu (baume).....	\$	1,40 la lb Fob.
Cumin (essence).....	Frs	2.700 le kg Caf.
Cyprés (essence).....	Frs	1.800 — —
Eucalyptus Australie 80/85 % (essence).....	sh.	4/11 la lb —
Geranium Bourbon (essence)	Frs	8.300 le kg Fob.
Girofle feuilles Madagascar (essence).....	Frs	1.085 — Caf.
Gingembre (essence).....	Hfl.	127,50 — franco frontière.

Lemongrass Cochin (essence).....	sh.	9/10 la lb Caf.
Mandarine (essence) selon provenance.....	Frs	4.500/5.500 le kg —
Menthe Pays (essence)...	Frs	4.600/5.000 — —
Menthe U.S.A. (essence)...	\$	5,20 la lb Fob.
Menthe Japon (essence)...	\$	3,65 — —
Myrte (selon provenance)...	Frs	4.500/5.000 le kg Caf.
Neroli Bigarade (essence)...	Frs	125.000 — —
Niaouli (essence).....	Frs	1.150 — —
Orange douce Guinée (essence).....	Frs	900 — —
Orange Californie (essence)...	\$	0,60 la lb Fob.
Palmarosa des Indes (essence).....	sh.	43/ — Caf.
Palmarosa Nossi-Bé (essence).....	Frs	3.200 le kg —
Patchouly Java (essence)...	sh.	53/ la lb Fob.
Petitgrain Bigarade Paraguay (essence).....	\$	4,80/5,25 le kg —
Romarin (essence).....	Frs	550 — —
Rue (essence).....	Frs	900 — franco frontière.
Vanille Bourbon (gousses).....	Frs	5.000/5.200 le kg Caf.
Vanille Tahiti (gousses)...	Frs	4.900/5.200 — —
Vetyver Bourbon (essence)...	Frs	9.000 — Fob.
Ylang Réunion (selon qualité).....	Frs	5.000/26.000 — Caf.

Communiqué par les Établissements Chiris
le 15 février 1954.