

# L'ISO adopte l'indice CD.

R. HUET\*

Au cours de la réunion du Comité technique ISO TC 54 - huiles essentielles, qui s'est tenue à Lisbonne du 3 au 7 novembre 1975, des recommandations ISO et de nombreux projets de normes internationales ont été soumis à l'examen des experts réunis. Nous citerons en particulier les projets :

- huile essentielle de petitgrain Paraguay - ISO - DIS - 3064
- huile essentielle d'orange douce (obtenue par expression) ISO - DIS - 3140
- huile essentielle de lime (obtenue par distillation) - ISO - DIS - 3519
- huile essentielle de bergamote d'Italie - ISO - DIS - 3520
- huile essentielle de mandarine d'Italie - ISO - DIS - 3528

ainsi que les recommandations et documents :

- huile essentielle de citron, Italie, obtenue par expression
- huile essentielle de citron, analyse spectrométrique dans l'ultraviolet.

Ce dernier document mérite une explication. On sait que le spectre UV des huiles essentielles d'agrumes révèle, entre 260 et 370 nm, la présence de composés non volatils, typiques, du groupe des psoralènes et des furanocoumarines, tels que le bergaptène, le citroptène ou la 7-méthoxy, 5-géranoxy-coumarine. Ces composés, sans grand intérêt par ailleurs, sont, par leur présence en quantité normale, une garantie de la pureté de l'huile essentielle. Deux méthodes de mesure globale ont été proposées : la méthode de CULTRERA (1) dite «de Palerme» et la méthode de SALE dite «américaine».

## MÉTHODE DE PALERME

On prélève 0,05 ml d'huile essentielle de citron que l'on

dilue à 100 ml avec de l'éthanol à 95 p. cent. On mesure la transmission (T) au spectrophotomètre aux longueurs d'onde suivantes : 270, 280, 290, 300, 310, 320, 330 et 340 nm, et l'on calcule les rapports  $\frac{T_{290}}{T_{310}}$ ,  $\frac{T_{340}}{T_{310}}$ . Le tableau ci-

dessous indique entre quelles limites, pourcentage de transmission et rapports peuvent varier.

Au-delà de ces limites les huiles essentielles sont considérées comme impures, adultérées ou altérées (5).

## MÉTHODE AMÉRICAINE

On dilue 0,25 g d'huile essentielle de citron dans 100 ml d'éthanol à 95 p. cent et l'on mesure l'absorbance de la solution dans l'intervalle de longueur d'onde (270 - 380 nm). Sur la courbe enregistrée on trace la verticale CD qui joint le point d'absorbance maximale aux environs de 315 nm à la tangente aux points d'absorbance minimale (environ 285 et 365 nm respectivement). On mesure la longueur du segment CD en unités d'absorbance -  $A = 2 - \log T$ . Pour l'huile essentielle de citron italienne, pure, la valeur CD varie de 0,49 à 0,96. L'absorbance au maximum (environ 315 nm) varie entre 1,0 et 1,7.

La méthode de Palerme présente davantage de garanties que la méthode américaine mais son expression est moins simple. Pour cette raison elle est quelque peu tombée en désuétude. Il n'en reste pas moins vrai que l'indice CD varie dans de larges proportions. Dans une étude statistique récente (3), A. di GIACOMO et M. CALVARANO citent

Tableau d'après RIGANESIS (5). Indices de pureté de l'huile essentielle de citron déduits du spectre de transmission dans l'ultraviolet.

Transmission p. cent	longueur d'onde								rapport		
	270	280	290	300	310	320	330	340	$\frac{290}{310}$	$\frac{340}{290}$	$\frac{340}{310}$
maximum	45	70	74	71	68	69	74	80	1,240	1,170	1,355
minimum	38	63	64	58	54	55	61	71	1,090	1,050	1,160

des valeurs comprises entre 0,44 et 0,88 (\*). Afin de préciser les renseignements fournis par le spectre UV ces auteurs introduisent la notion du rapport  $\frac{CD}{E} \times 100$ , E étant

la mesure de l'absorbance au maximum d'absorbance (figure 1 :  $E = \overline{CE}$ ). Ils obtiennent de cette façon pour le citron d'Italie (4) :

$\frac{CD}{E} \times 100$ moyen	51,92
minimum	46,76
maximum	56,88

avec un écart type de 1,89.

La valeur de ce rapport permet de détecter les fraudes sur les huiles essentielles de citron beaucoup mieux que la valeur CD seule. On sait en effet que des essences «reconstituées» peuvent présenter un indice CD normal grâce à l'adjonction de divers composés (3).

Le Comité technique Huiles essentielles de l'ISO, réuni à Lisbonne, a défini la mesure de la valeur CD, comme l'a suggéré Y.R. NAVES :

«La valeur CD est la mesure de la différence multipliée par 100 entre la valeur de l'absorbance correspondant au maximum d'absorption - environ 315 nm - et la valeur de l'absorbance de base à la même longueur d'onde».

D'après la figure 1,  $\overline{CD} = (\overline{CE} - \overline{DE}) 100$ .

On définira dans chaque monographie la dilution d'huile essentielle dans l'éthanol à 95 p. cent servant à faire les déterminations, cette dilution étant d'autant plus importante que l'absorbance de l'huile essentielle à la longueur d'onde du maximum est plus élevée. Pour l'huile essentielle de citron on opère à la dilution de  $\frac{1}{400}$  alors que pour l'huile

essentielle de bergamote la dilution doit être de  $\frac{1}{1000}$

L'Assemblée plénière de l'ISO n'a pas cru devoir entériner la proposition italienne sur l'introduction du rapport  $\frac{CD}{E}$ , si

bien fondée soit-elle.

Seule la valeur CD a été retenue, de même qu'elle est retenue dans les normes EOA (Essential Oil Association). Il a été décidé d'effectuer une enquête auprès des Comités Membres pour savoir s'ils acceptent les valeurs CD suivantes :

- huile essentielle de citron d'Italie	
CD minimum	45
CD maximum	85
absorbance minimale	285 nm environ
absorbance maximale	315 nm environ
point d'inflexion	365 nm environ
dilution : 0,25 ml d'huile essentielle dans 100 ml d'éthanol à 95 p. cent	

\* - Une étude statistique réalisée pour le compte des Etablissements MERO et BOYVEAU de Grasse (2) fait état de valeurs très semblables pour l'huile essentielle de citron de Côte d'Ivoire. D'après cette étude CD est compris entre 46,5 et 98,5 dans 95 p. cent des cas. La moyenne est de 72,5 avec un écart type moyen  $TM = 1,8$ .

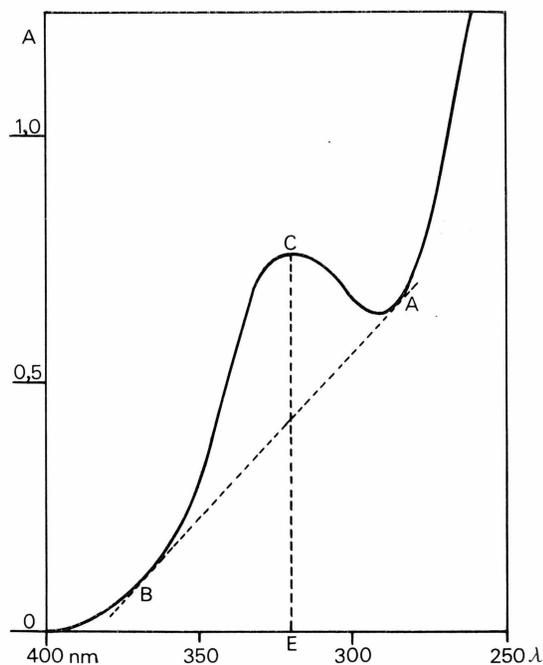


Figure 1 • Spectre de l'absorbance de l'huile essentielle de citron dans l'ultraviolet.

- huile essentielle de bergamote d'Italie

CD minimum	81
CD maximum	120
absorbance minimale	278 nm environ
absorbance maximale	312 nm environ
point d'inflexion	365 nm environ

## BIBLIOGRAPHIE

1. CULTRERA (R.), BUFFA (A.) et TRIFIRO (E.).  
*Conserve, Derivati agrumari*, 1, n°2, 18, 1952.
2. CABROL.  
*Rapport interne MERO et BOYVEAU*, 1974.
3. Di GIACOMO (A.) et CALVARANO (M.).  
*L'esame nell'UV delle essenze di limone ed il controllo della genuinità Reggio Calabria.*  
*Essenze, Derivati agrumari*, n°2, p. 143-147, 1973.
4. ISO - ISO/TC 54 (Milan 7) 1124 F, sept. 1974.  
Huile essentielle de citron. Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet.
5. RIGANESIS (M.D.).  
*L'analisi spettrofotometrica nella valutazione della qualità dell'essenza di limone.*  
*Essenze, Derivati agrumari*, n°2, p. 61-77, 1955.
6. SALE (J.W.) et al.  
Analysis of lemon oils 1 by spectrophotometer in the ultraviolet range.  
*A.O.A.C.*, vol. 36, n°1, p. 112-119, 1953.