

HUILE ESSENTIELLE DE FEUILLE DE GIROFLIER

Caryophylli folii aetheroleum

DÉFINITION

L'huile essentielle de feuille de giroflier est obtenue par entraînement à la vapeur d'eau à partir des feuilles de *Syzygium aromaticum* (L.) Merrill et L.M. Perry (*Eugenia caryophyllus* C. Spreng. Bull. et Harr.).

CARACTÈRES

Aspect : liquide limpide, jaune foncé à brun-noir.

Solubilité : miscible à l'éthanol à 96 pour cent, au chlorure de méthylène, au toluène et aux huiles grasses.

Odeur caractéristique d'eugénol.

IDENTIFICATION

Première identification : B.

Seconde identification : A.

A. Opérez par chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. Dissolvez 20 µL d'huile essentielle de feuille de giroflier dans 2,0 mL de *toluène R*.

Solution témoin. Dissolvez 15 µL d'*eugénol R*, 15 µL d'*acétyleugénol R* et 15 µL de *β-caryophyllène R* dans 2,0 mL de *toluène R*.

Plaque : plaque au gel de silice pour CCM *R*.

Phase mobile : *toluène R*.

Dépôt : 20 µL de solution à examiner, 15 µL de solution témoin.

Développement : sur un parcours de 10 cm. Répétez le développement après avoir laissé reposer la plaque 5 min.

Séchage : à l'air.

Détection A : examinez en lumière ultraviolette à 254 nm.

Résultats A : la bande de fluorescence du chromatogramme obtenu avec la solution à examiner est semblable, quant à sa position et sa fluorescence, à celle due à l'eugénol dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin.

Détection B : pulvérisez la *solution d'aldéhyde anisique R* et chauffez à 100-105 °C pendant 5-10 min ; examinez la plaque à la lumière du jour.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

Résultats B : voir ci-dessous la séquence des bandes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. D'autres bandes de faible intensité peuvent être présentes dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner et notamment celle correspondant à l'acétylougénol.

Haut de la plaque	
β-caryophyllène : une bande violet-rouge. ----- Eugénol : une bande brun-violet. Acétylougénol : une bande brun-violet. -----	Une bande violet-rouge. ----- Une bande brun-violet intense. -----
Solution témoin	Solution à examiner

B. Examinez les chromatogrammes obtenus dans l'essai du profil chromatographique.

Résultats : les pics caractéristiques du chromatogramme obtenu avec la solution à examiner sont semblables quant à leur temps de rétention à ceux du chromatogramme obtenu avec la solution témoin.

ESSAI

Si l'huile essentielle à examiner est trop colorée pour permettre les mesures directes des indices physiques, elle peut être décolorée par addition d'une quantité minimale d'*acide tartrique R*, puis filtrée.

Densité (2.2.5) : 1,039 à 1,049.

Indice de réfraction (2.2.6) : 1,528 à 1,535.

Angle de rotation optique (2.2.7) : -1,5° à 0°.

Profil chromatographique. Chromatographie en phase gazeuse (2.2.28) : utilisez le procédé de normalisation.

Solution à examiner. Huile essentielle de feuille de giroflier à examiner.

Solution témoin. Préparez le mélange suivant en pesant à 20 pour cent près les quantités indiquées. À 800 mg d'*eugénol R*, ajoutez 20 mg de β-caryophyllène R, 20 mg d'*α-humulène R* et 20 mg d'*acétylougénol R*.

Colonne :

- *matériau* : silice fondue,
- *dimensions* : $l = 30-60$ m, $\varnothing = 0,25$ mm,
- *phase stationnaire* : *macrogol 20 000 R* (épaisseur du film : 0,25 μm).

Gaz vecteur : *hélium pour chromatographie R*.

Débit : 1,5 mL/min.

Rapport de division : 1:100

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

Température :

	Intervalle (min)	Température (°C)
Colonne	0 – 10	50
	10 – 55	50 → 180
	55 – 65	180
Chambre à injection		180 – 220
Détecteur		220 – 250

Détection : ionisation de flamme.

Injection : 0,2 µL.

Ordre d'élution : un chromatogramme type, obtenu dans les conditions opératoires décrites ci-dessus, est joint en annexe : il indique l'ordre d'élution des composants.

Conformité du système :

– résolution : au minimum 1,5 entre les pics dus à l'eugénol R et à l'acétyleugénol R.

À l'aide des temps de rétention déterminés à partir du chromatogramme obtenu avec la solution témoin, localisez sur le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner les composants de la solution témoin.

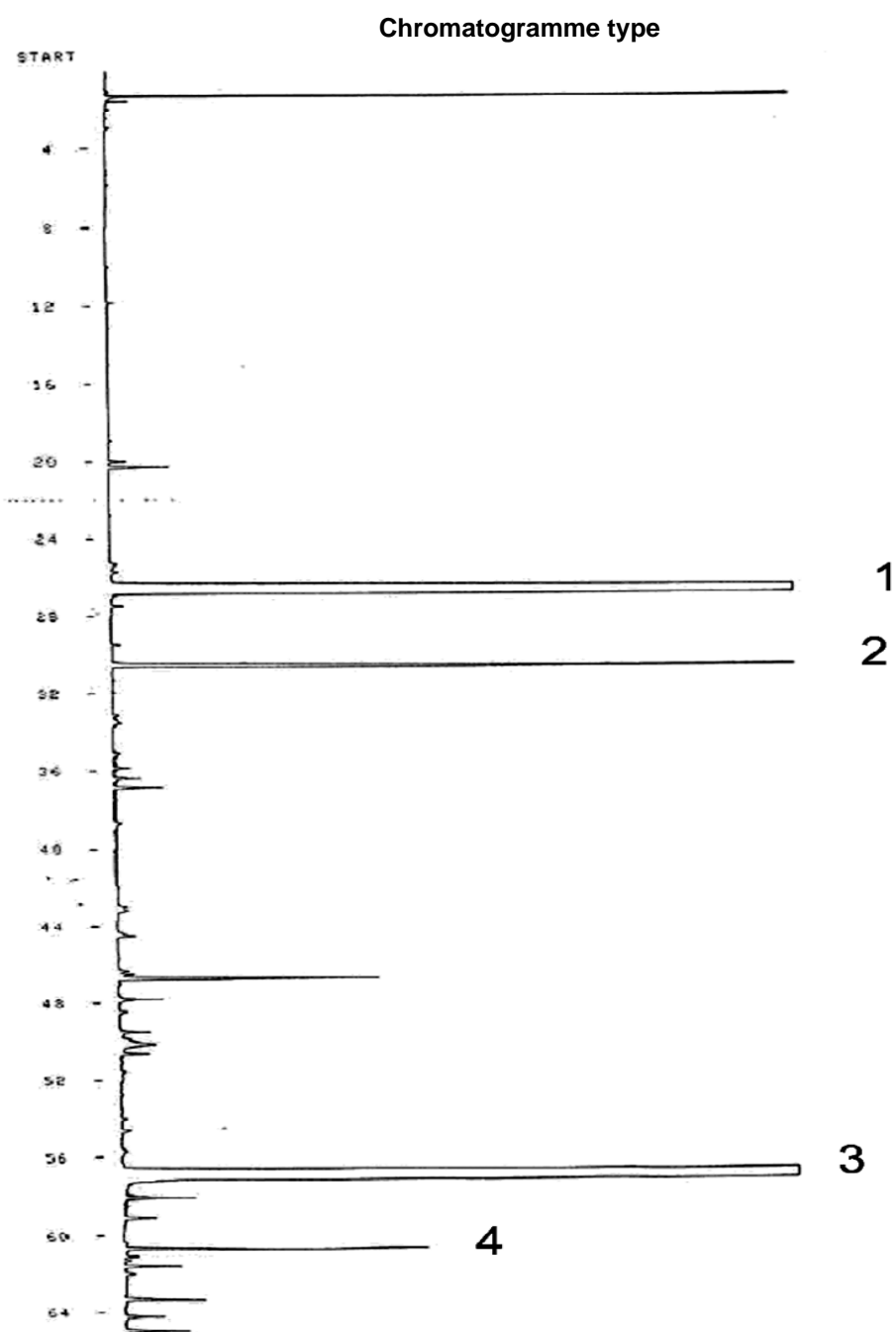
Déterminez la teneur pour cent de ces quatre composants. Ces teneurs sont comprises entre les valeurs suivantes :

- β -caryophyllène : 4,0 pour cent à 17,0 pour cent
- α -humulène : 1,0 pour cent à 4,0 pour cent
- eugénol : supérieur à 80,0 pour cent
- acétyleugénol : 0,2 pour cent à 1,0 pour cent

CONSERVATION

En récipient étanche et bien rempli, à l'abri de la lumière et à une température ne dépassant pas 25 °C.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.



- 1 - β -caryophyllène
- 2 - α -humulène
- 3 - eugénol
- 4 - acétyleugénol

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.