

Évaluation de la qualité du safran par spectroscopie UV-Vis conformément à la norme ISO 3632

Analyse quantitative intégrée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 et d'une station de travail Cary UV



Auteur

Yasurika Heenatigala
Agilent Technologies, Inc.

Résumé

Le safran est une épice coûteuse dont le prix dépend directement de la qualité et de l'authenticité du produit. Cela rend le safran souvent sujet à des adultérations et à des étiquetages trompeurs. Le safran commercial peut être classé en fonction de ses propriétés spectrophotométriques UV-Vis, conformément aux normes industrielles ISO 3632-1:2025 et ISO 3632-2:2010. Les résultats obtenus permettent de classer le safran en quatre qualités commerciales, Extra Class (catégorie supérieure), I, II et III, ce qui permet de standardiser l'approche en matière d'assurance qualité.

Conformément aux méthodes décrites dans les clauses 7, 10 et 14 de la norme ISO 3632-2, le spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicuves a été utilisé pour évaluer la qualité d'un échantillon de safran en quantifiant les principaux marqueurs bioactifs. L'échantillon a été classé dans la catégorie supérieure, conformément à la norme ISO 3632-1. Cette étude met en évidence les avantages du logiciel Agilent Cary UV Workstation, qui permet une évaluation rapide et simplifiée de la qualité du safran et facilite les processus de contrôle qualité courants, la vérification de l'authenticité et la confiance des consommateurs.

Introduction

Le safran est l'épice la plus chère au monde, son prix au gramme dépendant de sa qualité, de son origine et de sa pureté. Il est réputé pour sa couleur vive et son arôme caractéristique, des qualités qui contribuent grandement à son attrait culinaire. Cependant, la valeur marchande élevée du safran et sa production limitée le rendent vulnérable aux adultérations, à la dégradation de la qualité et aux étiquetages trompeurs, qui constituent autant de risques pour la santé, la sécurité et la confiance des consommateurs.

La spectroscopie ultraviolet-visible (UV-Vis) est une technique d'analyse rapide et fiable qui permet d'évaluer la qualité des épices en quantifiant les marqueurs moléculaires bioactifs. Dans le safran, la crocine est le composé caroténoïde responsable de l'intensité de la couleur, la picrocrocine est le principal agent amer et le safranal est le principal contributeur à l'arôme.

Dans cette note d'application, nous avons utilisé un spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 et le logiciel Agilent Cary UV Workstation pour analyser un échantillon de safran commercial. L'objectif de l'étude était d'évaluer la qualité de l'échantillon conformément aux normes ISO 3632-1:2025 et ISO 3632-2:2010 Épices – Safran (*Crocus sativus* L.).^{1,2} Ces normes industrielles reconnues définissent les spécifications et les méthodes d'essai pour l'analyse du safran séché, y compris les filaments, les filaments coupés et la poudre. Les méthodes d'essai normalisées décrites dans la norme ISO 3632-2 permettent la classification et l'évaluation de la qualité du safran. Les méthodes concernent la détermination de la teneur en humidité et en matières volatiles (clause 7), le broyage et le tamisage des échantillons destinés aux essais (clause 10) et la détermination des principales caractéristiques à l'aide d'une méthode spectrométrique UV-Vis (clause 14). Sur la base de ces évaluations et des critères de qualité définis dans la norme ISO 3632-1:2025, les échantillons de safran peuvent être classés en quatre qualités commerciales : Extra Class (EC), I, II et III, EC indiquant la meilleure qualité.

Méthode expérimentale

Préparation d'échantillons

Détermination de la teneur en humidité et en matières volatiles

Tout d'abord, 2,5 g de filaments de safran (achetés localement) ont été pesés à 0,1 mg près (2,5018 g) dans une nacelle de pesée propre, sèche et tarée. Cette portion d'essai a ensuite été placée à découvert dans un four et maintenue à une température de 100 ± 1 °C pendant 16 heures. Après refroidissement, l'échantillon a été pesé à nouveau avec une précision de 0,1 mg. La teneur en humidité et en matières volatiles (w_{MV}) a été calculée et exprimée en pourcentage de l'échantillon initial. Cette valeur a été rapportée à quatre décimales près et utilisée dans les analyses spectrophotométriques UV-Vis ultérieures.

Détermination des principales caractéristiques du safran à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis

Blanc : De l'eau distillée (Milli-Q IQ 7005, Sigmamilli- m-Aldrich, Merck) a été utilisée comme blanc ; 3 mL d'eau distillée ont été transférés dans une cuve en quartz standard de 3,5 mL, d'une longueur de trajet optique de 10 mm (Agilent Technologies, référence 50613387).

Extrait aqueux de l'échantillon : 1 g de filaments de safran a été broyé à l'aide d'un mortier et d'un pilon jusqu'à ce que 95 % de la fraction massique puisse passer à travers un tamis dont les mailles ont un diamètre de pores de 500 µm. Ensuite, 0,5 g de l'échantillon broyé a été pesé à 0,1 mg près, dans une nacelle de pesée propre, sèche et tarée (0,5330 g), et ce poids a été considéré comme le poids de la portion d'échantillon à tester. Cette portion d'essai a été transférée dans un bécher de 1 000 mL et 900 mL d'eau distillée ont été ajoutés. La solution a été agitée à l'aide d'un agitateur magnétique pendant une heure, à l'abri de la lumière. Après cette période, la barre magnétique a été retirée, et le bécher a été rempli d'eau distillée jusqu'au repère, puis mélangé. Une aliquote de 20 mL a été prélevée et transférée dans une fiole jaugée de 200 mL, puis complétée jusqu'au trait avec de l'eau distillée. La fiole a été bouchée et mélangée. La solution a été rapidement filtrée à l'abri de la lumière à l'aide d'une membrane de filtration en ester de cellulose mixte (MCE) d'un diamètre de pores de 0,45 µm (HAWP02400, Sigma-Aldrich, Merck). Enfin, 3 mL de la solution claire (extrait aqueux de l'échantillon) ont été transférés dans une cuve en quartz standard de 10 mm, prête pour l'analyse par UV-Vis.

Instruments

La cuve du blanc et la cuve contenant l'extrait aqueux de l'échantillon ont été placées dans le spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicuves (figure 1), qui a été utilisé avec les paramètres indiqués dans le tableau 1. L'instrument est alimenté par une lampe flash au xénon qui ne nécessite aucun temps de préchauffage et permet d'effectuer un balayage complet du spectre en moins d'une seconde. La lampe bénéficie d'une garantie de remplacement de 10 ans, ce qui réduit la fréquence et le coût des remplacements. La conception modulaire du Cary 3500 permet de configurer cette série de spectrophotomètres en fonction des différents besoins en matière de flexibilité d'échantillonnage et d'évolutivité. Pour les applications à échantillon unique et les laboratoires disposant d'un espace de travail réduit, le spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Compact permet à l'utilisateur de mesurer un seul échantillon et une seule référence dans une configuration à température ambiante ou contrôlée. Cette application peut également être réalisée sur le spectrophotomètre UV-Vis flexible Agilent Cary 3500, qui dispose d'un compartiment plus grand pour les mesures d'échantillons liquides et solides, et pour une utilisation avec des accessoires.

Le profil UV-Vis de l'extrait aqueux de safran a été recueilli après avoir défini la ligne de base en mesurant le blanc.



Figure 1. Le spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicuves dispose de huit positions de cellules fixes ainsi que d’une conception optique à double faisceau avec technologie à fibre optique et huit détecteurs respectifs, permettant de mesurer simultanément jusqu’à sept échantillons et une référence.

Tableau 1. Paramètres de collecte des données UV-Vis pour l’analyse du safran à l’aide d’un spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicuves.

Valeur	Paramètre
Gamme de longueurs d’onde	200–700 nm
Longueurs d’onde d’analyse	257, 330, 440 nm
Durée d’intégration du signal	0,020 s
Intervalle de données	1 nm
Bande passante spectrale	2 nm

Résultats et discussion

Détermination de la teneur en humidité et en matières volatiles

La teneur en humidité et en composés volatils (w_{MV}) de l’échantillon a été calculée à 6,43 % du poids initial. Conformément à la norme ISO 3632-1:2025, cette valeur classe l’échantillon de safran dans la catégorie EC, comme indiqué dans le tableau 2. La valeur w_{MV} est également utilisée pour déterminer les principales caractéristiques du safran, comme décrit dans la section suivante.

Tableau 2. Calculs de la teneur en humidité et en composés volatils.

Caractéristiques	Échantillon	Unité		
Portion d'essai (m0)	2,5018	g		
Résidu sec (m4)	2,3410	g		
Teneur en humidité et en matières volatiles (w _{MV})	6,4274	%		
Classification				
Catégories selon spécifications	EC	I	II	III
Sous forme de filaments	<12 %			
Sous forme de poudre	<10 %			
Catégorisation selon spécifications des échantillons	Extra class			

Détermination des principales caractéristiques du safran à l’aide d’une méthode spectrométrique UV-Vis

Le spectre UV-Vis du safran a été recueilli dans la gamme de longueurs d’onde comprise entre 200 et 700 nm à l’aide du spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Multicuves, comme le montre la figure 2. Les résultats des trois principaux composants du safran ont été obtenus par lecture directe de l’absorbance spécifique aux trois longueurs d’onde suivantes :

- $A_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (257 nm) : absorbance à ~ 257 nm (λ_{max} de picrocrocine)
- $A_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (330 nm) : absorbance à ~ 330 nm (λ_{max} de safranal)
- $A_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (440 nm) : absorbance à ~ 440 nm (λ_{max} de crocine)

Le classement quantitatif de l’échantillon de safran a été effectué conformément à la norme ISO 3632-1:2025, qui définit les paramètres de qualité en fonction de la force d’absorbance des trois constituants. Une fois les valeurs d’absorbance enregistrées à ces longueurs d’onde avec une précision de quatre décimales, les valeurs de concentration ont été calculées à l’aide de la méthodologie décrite dans la norme ISO 3632-2:2010.

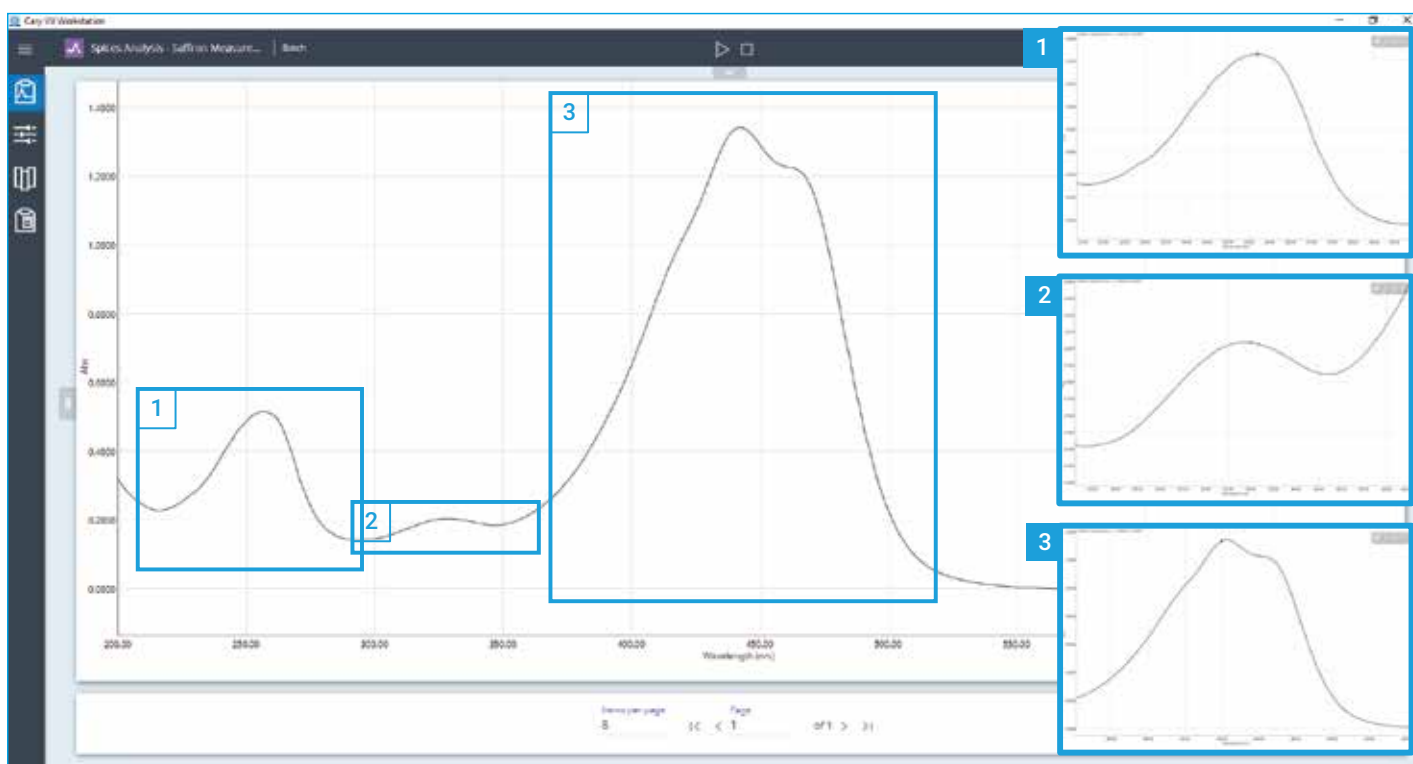


Figure 2. Spectre UV-Vis allant de 200 à 700 nm de l'extrait aqueux de safran. (1) montre l'absorbance maximale de la picrocrocine, (2) montre la forme caractéristique en épaulement du safranal autour de 330 nm, et (3) montre la forme caractéristique du spectre d'absorbance de la crocine.

La concentration d'un composant du safran peut être calculée à l'aide de l'équation 1.

Équation 1.

$$A \frac{1\%}{1\text{ cm}} (\lambda_{\text{max}}) = \frac{D \times 10\,000}{m \times (100 - w_{\text{MV}})}$$

où :

D = absorbance spécifique du constituant

10 000 = facteur de conversion unitaire permettant la comparaison entre différents échantillons de safran

m = masse, en grammes, de la portion d'essai

w_{MV} = teneur en humidité et en matières volatiles, exprimée en fraction massique, de l'échantillon

Les calculs des constituants ont été exprimés à l'aide des équations suivantes :

Équation 2.

$$(\text{picrocrocine, agent aromatique}) = \frac{D(257\text{ nm}) \times 10\,000}{0,5330 \times (100 - 6,4274)}$$

Équation 3.

$$(\text{safranal, agent aromatique}) = \frac{D(330\text{ nm}) \times 10\,000}{0,5330 \times (100 - 6,4274)}$$

Équation 4.

$$(\text{crocine, agent colorant}) = \frac{D(440\text{ nm}) \times 10\,000}{0,5330 \times (100 - 6,4274)}$$

Ces calculs fournissent des valeurs permettant de classer le goût, l'arôme et la puissance colorante de l'échantillon de safran, ce qui permet de le classer EC, I, II ou III conformément aux spécifications de la norme ISO 3632-1:2025.

L'analyse des données a été réalisée à l'aide du logiciel Cary UV Workstation, qui a permis à la fois l'acquisition des données et le calcul automatisé des valeurs de concentration au sein de la même plateforme.

Comme le montre la figure 3, la page de configuration de la séquence a permis l'intégration de paramètres personnalisés, tels que la masse de l'échantillon, et la mise en œuvre des trois calculs suivants à l'aide de l'outil d'analyse « End of sequence » (Fin de séquence) :

- Analyse 1 : intensité gustative (picrocrocine)
- Analyse 2 : intensité aromatique (safranal)
- Analyse 3 : intensité colorante (crocine)

Une fois le balayage terminé, la station de travail Cary UV a généré un spectre évolutif et des tableaux d'analyse affichant les valeurs d'absorbance et de concentration calculées pour chaque composé. Les valeurs d'absorbance obtenues pour les composés picrocrocine, safranal et crocine dans l'échantillon testé (0,5330 g) sont indiquées dans le tableau 3.

Tableau 3. Résultats concernant l'absorbance des composés picrocrocine, safranal et crocine dans l'extraît aqueux de safran (échantillon de 0,5330 g).

Composé	λ	Abs.
Picrocrocine	257	0,5156
Safranal	330	0,2035
Crocine	440	1,3351

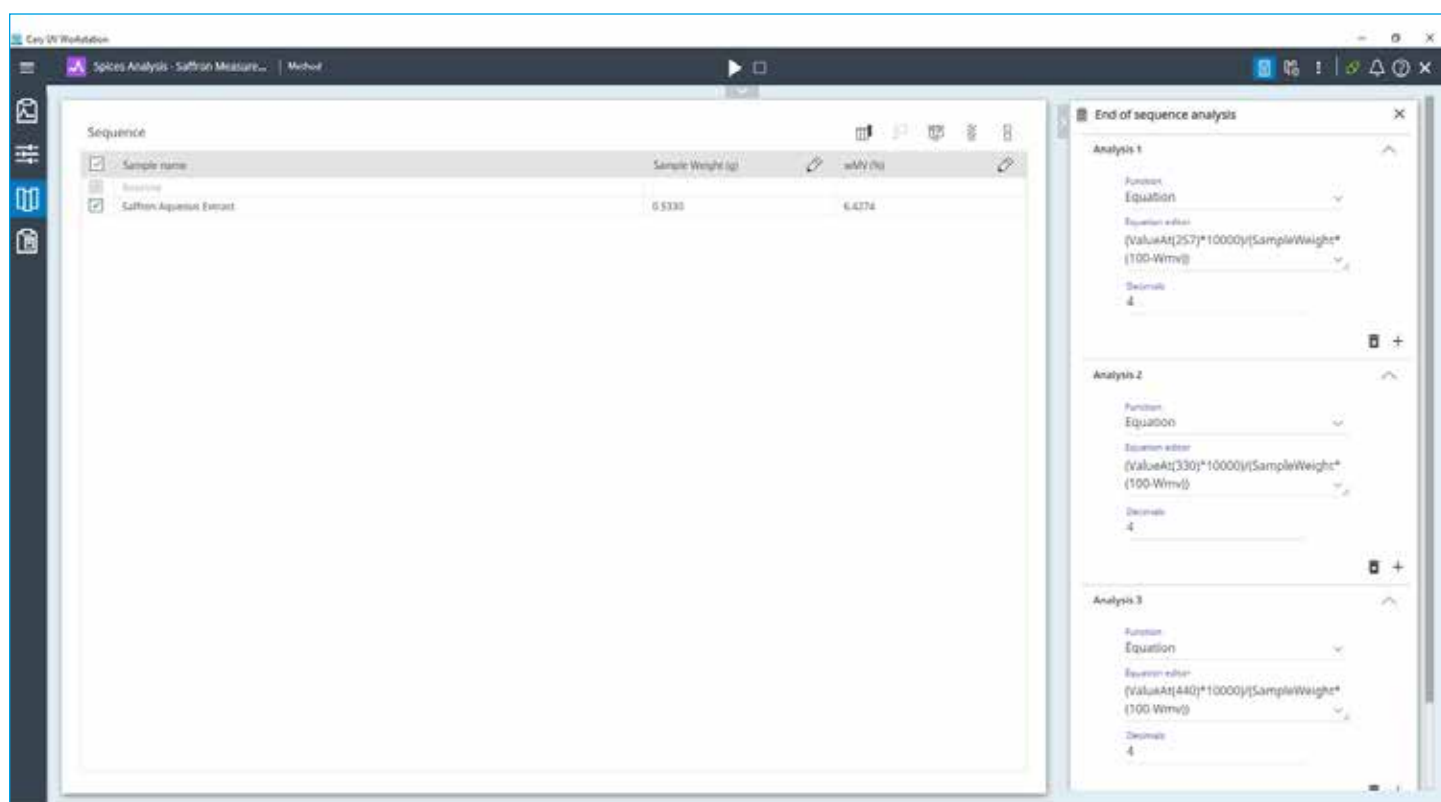


Figure 3. La page de configuration des séquences dans la station de travail Agilent Cary UV, qui permet à l'utilisateur de créer les méthodes d'essai et de calcul. Le poids de l'échantillon a été ajouté en tant que paramètre personnalisé et les trois équations ont été saisies dans la fonctionnalité End of sequence analysis (analyse de fin de séquence), permettant ainsi le calcul automatique des principales caractéristiques du safran.

Ces valeurs d'absorbance ont été traitées afin de déterminer la classification de l'échantillon de safran sur la base des exigences minimales (et maximales) de concentration définies par la norme ISO. Les valeurs d'absorbance (figure 4, balayage de longueur d'onde) et un exemple de calcul de l'intensité gustative, basé sur l'absorbance à 257 nm pour la picrocrocine (figure 4, analyse 1), sont présentés.

La station de travail Cary UV a transformé les données de spectroscopie UV-Vis en informations commercialement exploitables. Grâce à une analyse quantitative automatisée, qui peut être enregistrée comme méthode accessible, le logiciel a fourni une notation numérique de l'échantillon conformément au système de classification commerciale défini par la norme ISO 3632.

Comme indiqué dans le tableau 4, les trois caractéristiques de l'extrait de safran répondaient aux exigences EC conformément à la norme ISO 3632-1:2025, garantissant ainsi la haute qualité de l'échantillon. La teneur en humidité et en matières volatiles (w_{MV}), évaluée séparément à 6,43 %, se situait elle aussi à un niveau acceptable pour la classification EC. Cette valeur a également été prise en compte dans les calculs de concentration.

Dans l'ensemble, la station de travail Cary UV a permis de rationaliser et de simplifier la procédure de travail en intégrant la collecte de données, l'analyse spectrale et les calculs conformes aux normes ISO dans une seule et même plateforme. Cette approche automatisée réduit les erreurs manuelles et simplifie le classement du safran pour les applications de recherche et de contrôle de la qualité commerciale.

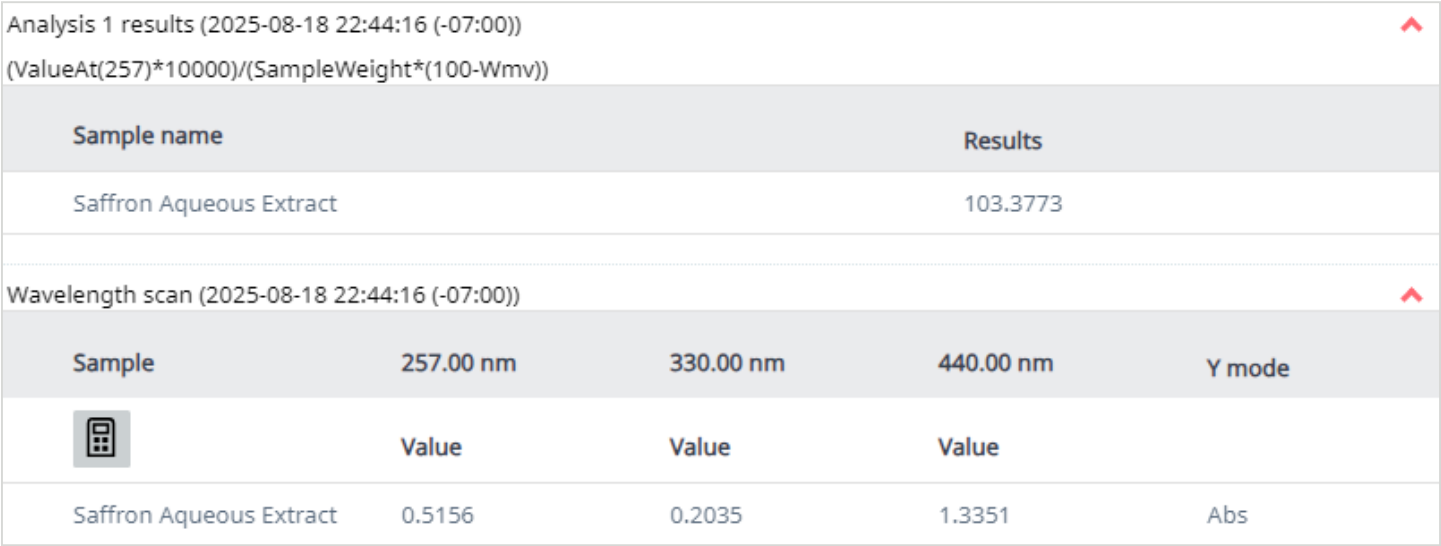


Figure 4. Résultats de l'analyse 1, intensité gustative de l'extrait aqueux de safran et absorbance spécifique des trois principaux composants du safran, calculés automatiquement à l'aide du logiciel Agilent Cary UV Workstation.

Tableau 4. Concentrations et résultats de classification des composés picrocrocine, safranal et crocine dans l'extrait aqueux de safran.

Caractéristiques	λ (nm)	Spécifications ISO relatives à la concentration	EC	I	II	III	Concentration calculée	Classification de l'échantillon
Intensité du goût	257	Minimum	80	70	55	40	103,3773	Extra class
Intensité aromatique	330	Minimum	30	20	20	20	40,8105	Extra class
		Maximum	50	50	50	50		
Intensité de coloration	440	Minimum	230	200	170	120	267,6997	Extra class

Reporting

Une documentation précise et traçable est essentielle pour garantir la reproductibilité des analyses, l'assurance qualité et la conformité. La station de travail Cary UV facilite cette traçabilité grâce à un système de rapport intégré. Ces rapports peuvent être générés au format PDF et/ou CSV, ce qui réduit les erreurs de transcription.

Un fichier au format CSV a d'abord été exporté (figure 5) vers un emplacement personnalisé, détaillant la méthode, la séquence et les paramètres de l'échantillon, ainsi que les résultats des calculs. L'export CSV facilite le transfert des données de laboratoire vers le LIMS, ce qui permet un suivi rapide des échantillons, une gestion efficace des procédures de travail et une plus grande précision des données.

Le logiciel génère également automatiquement des rapports de balayage intuitifs, qui regroupent des informations essentielles telles que les paramètres des instruments, la configuration de méthode, les informations relatives aux échantillons, les spectres d'absorbance des analytes cibles et les résultats quantitatifs (figure 6).

Analysis 1 results	2025-08-18 22:44:16 (-07:00)		
(Value at(257) * 10000)/(SAMPLEWEIGHT*(100-WMV))			
Sample Name	Results		
Saffron Aqueous Extract	103.377		
Analysis 2 results	2025-08-18 22:44:16 (-07:00)		
(Value at(330) * 10000)/(SAMPLEWEIGHT*(100-WMV))			
Sample Name	Results		
Saffron Aqueous Extract	40.8105		
Analysis 3 results	2025-08-18 22:44:16 (-07:00)		
(Value at(440) * 10000)/(SAMPLEWEIGHT*(100-WMV))			
Sample Name	Results		
Saffron Aqueous Extract	267.7		
Wavelength scan	2025-08-18 22:44:16 (-07:00)		
Sample	257.00 nm 330.00 nm 440.00 nm Y mode		
	Value Value Value		
Saffron Aqueous Extract	0.51559 0.20354 1.33513 Abs		

Figure 5. La station de travail Agilent Cary UV génère un fichier CSV détaillant les analyses et les résultats de fin de séquence, ce qui facilite la traçabilité et simplifie la gestion des données.

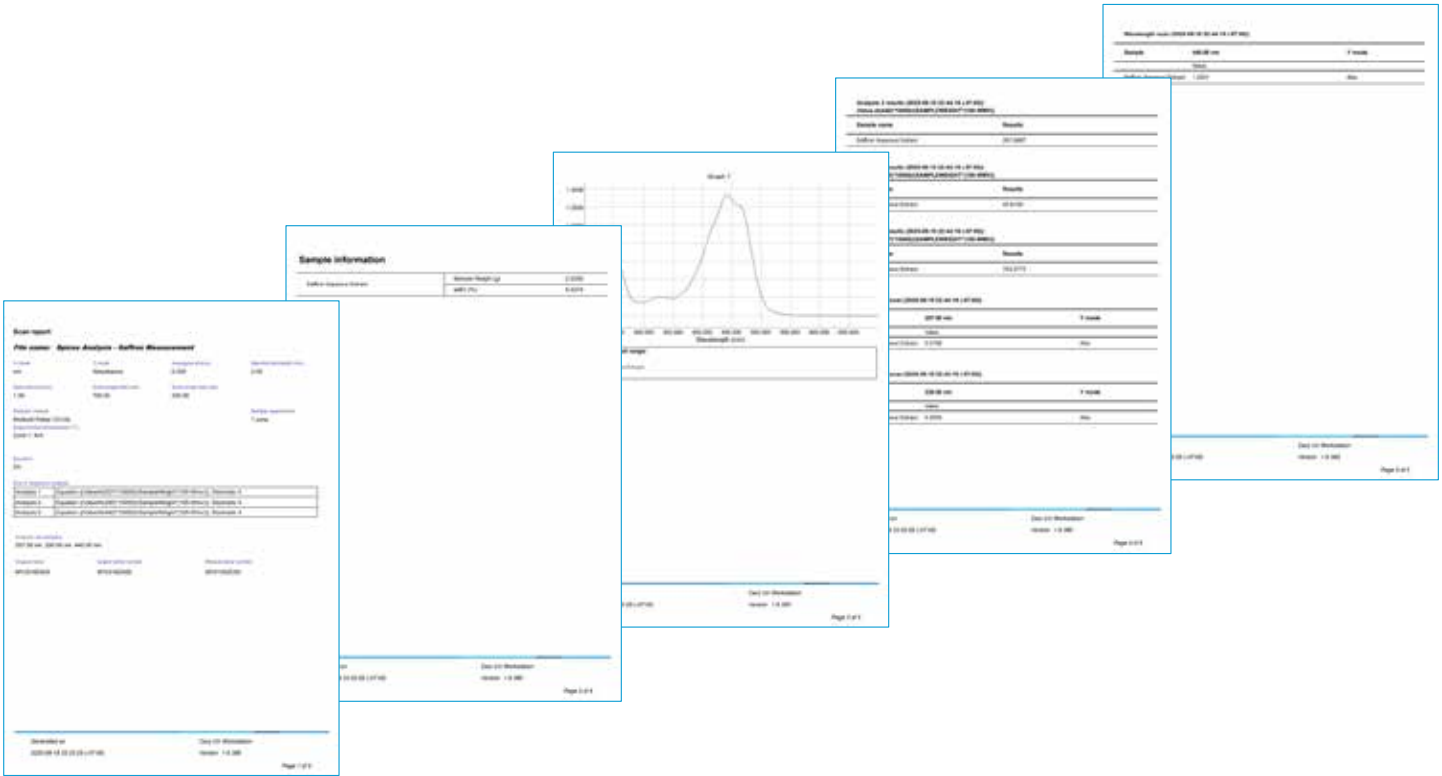


Figure 6. Exemple d'un rapport de balayage détaillé généré par la station de travail Agilent Cary UV pour la mesure du safran.

Conclusion

Le spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicuves, associé au logiciel Agilent Cary UV Workstation, a permis une quantification précise de la couleur, du goût et de l'arôme grâce à la mesure des composés crocine, picrocrocine et safranal, respectivement. Cette méthode permet d'évaluer la qualité du safran conformément à la norme industrielle ISO 3632, ce qui permet de classer de manière fiable les échantillons commerciaux tout en signalant les cas potentiels d'adultération, de dégradation ou d'étiquetage erroné.

L'UV-Vis Cary 3500 utilise une lampe flash au xénon fiable et durable qui ne nécessite aucun temps de préchauffage. Il peut ainsi fonctionner immédiatement et réaliser des balayages spectraux complets pour des échantillons de blanc et de safran en moins d'une seconde. Ces fonctionnalités permettent une grande cadence analytique des épices grâce à la mesure précise des pics d'absorbance spécifiques à chaque composé.

Les outils spectraux intégrés, les calculs automatisés et les fonctionnalités de rapport claires de la station de travail Cary UV ont considérablement simplifié la procédure de travail, de l'échantillonnage au rapport, pour l'analyse du safran.

Les calculs personnalisés définis dans la norme ISO 3632 accélèrent le traitement des données et réduisent les erreurs de calcul. Le logiciel fournit également des résultats via une interface conviviale, idéale pour la traçabilité.

Ensemble, le spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 et la station de travail Cary UV offrent un gain de temps considérable. Ainsi, la durée nécessaire à l'analyse des données est réduite, ce qui permet de consacrer plus de temps à l'assurance qualité des échantillons. Le système Cary 3500 représente une solution performante pour déterminer les principales caractéristiques du safran conformément à la clause 14 de la norme ISO 3632-2:2010.

Références

1. Organisation internationale de normalisation, ISO 3632-1:2025 – Épices – Safran (*Crocus sativus* L.), Partie 1 : Spécifications, ISO, Genève, Suisse, 2025
2. Organisation internationale de normalisation, ISO 3632-2:2010 – Épices – Safran (*Crocus sativus* L.), Partie 2 : Méthodes d'essai, ISO, Genève, Suisse, 2010

Informations complémentaires

- Spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Multicell
- Logiciel Cary UV Workstation
- Spectroscopie et spectrophotométrie UV-Vis – FAQ

www.agilent.com

DE-009373

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2025
Imprimé aux États-Unis, le 12 septembre 2025
5994-8611FR