
**Huiles essentielles et extraits
aromatiques — Détermination de la teneur
en benzène résiduel**

*Essential oils and aromatic extracts — Determination of residual benzene
content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14714:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/39fdcb93-cc6d-4a8b-a763-8a5e9f674a72/iso-14714-1998)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/39fdcb93-cc6d-4a8b-a763-
8a5e9f674a72/iso-14714-1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/39fdcb93-cc6d-4a8b-a763-8a5e9f674a72/iso-14714-1998)



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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 14714 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 54, *Huiles essentielles*.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/39fdcb93-cc6d-4a8b-a763-8a5e9f674a72/iso-14714-1998>

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Huiles essentielles et extraits aromatiques — Détermination de la teneur en benzène résiduel

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de détermination des traces résiduelles de benzène dans les huiles essentielles et extraits aromatiques, par chromatographie en phase gazeuse de l'espace de tête statique.

Elle s'applique à des teneurs résiduelles de l'ordre de 10×10^{-6} (10 ppm) dans le produit analysé.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 356, *Huiles essentielles — Préparation des échantillons pour essai*.

ISO 7609, *Huiles essentielles — Analyse par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire — Méthode générale*.

3 Principe

Analyse par chromatographie en phase gazeuse de l'espace de tête statique sur colonne capillaire, soit par détecteur à ionisation de flamme, soit par détection au moyen de la spectrométrie de masse.

Détermination de la teneur en benzène résiduel par la méthode de l'étalon externe (par calibration).

4 Réactifs

4.1 Substance de référence: benzène, de pureté minimale 99 %, comme déterminée par chromatographie en phase gazeuse.

4.2 Phtalate de diéthyle, exempt de toute trace de benzène, à vérifier dans les conditions de l'essai.

5 Appareillage

5.1 Chromatographe, enregistreur et intégrateur

Voir l'ISO 7609.

5.2 Colonne capillaire, ayant les caractéristiques suivantes:

- longueur: 30 m à 60 m;
- diamètre intérieur: 0,20 mm à 0,5 mm;
- phase stationnaire: le type méthylsilicone est recommandé.

5.3 Détecteur à ionisation de flamme ou détecteur de masse.

5.4 Dispositif d'échantillonnage pour espace de tête, permettant l'injection des vapeurs d'espace de tête, comprenant l'un ou l'autre de 5.4.1 ou 5.4.2.

5.4.1 Système de seringue à gaz (manuel), avec verrous d'étanchéité.

5.4.2 Équipement automatique d'injection.

6 Préparation de l'échantillon

Voir l'ISO 356.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14714:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/39fdcb93-cc6d-4a8b-a763-8a5e9f674a72/iso-14714-1998>

7 Conditions opératoires

7.1 Conditions opératoires chromatographiques

7.1.1 La température de l'injecteur doit être de 150 °C.

7.1.2 La température du four doit être maintenue à une valeur isothermique comprise entre 40 °C et 60 °C pendant 15 min, suivie d'une programmation rapide en température pour éluer tout produit moins volatil.

7.1.3 La température du détecteur à ionisation de flamme doit être comprise entre 200 °C et 250 °C.

7.1.4 Pour le débit du gaz vecteur et des gaz auxiliaires, voir l'ISO 7609.

7.2 Conditions opératoires pour le dispositif d'échantillonnage d'espace de tête

7.2.1 La température de l'échantillon doit être stabilisée, à l'aide d'un thermostat, entre 70 °C et 75 °C.

7.2.2 Cette température doit être maintenue pendant 30 min au minimum.

8 Méthode de dosage

8.1 Courbe d'étalonnage externe

8.1.1 Préparation des solutions étalons

Préparer, en pesant à 0,000 1 g près, une solution mère de benzène dans le phtalate de diéthyle (4.2) contenant une fraction massique de benzène de 1 %. Par dilutions pondérales successives, préparer une gamme de solutions

étalons contenant une fraction massique de benzène comprise entre 1×10^{-6} et 25×10^{-6} (1 ppm et 25 ppm), soit 25×10^{-6} , 10×10^{-6} , 5×10^{-6} et 1×10^{-6} (25 ppm, 10 ppm, 5 ppm et 1 ppm).

8.1.2 Injection de la phase vapeur des solutions étalons

La prise d'essai est introduite dans le flacon du dispositif d'échantillonnage pour espace de tête (5.4) et doit être:

- identique dans tous les cas (étalonnage et dosage);
- comprise entre le dixième et la moitié du volume total du flacon.

8.1.3 Traçage de la courbe d'étalonnage externe

Rapporter les aires des signaux du benzène obtenues pour les injections successives dans l'espace de tête des solutions étalons. Tracer la courbe des aires en fonction des concentrations.

8.1.4 Validation de la courbe d'étalonnage externe

Avant chaque analyse, valider la courbe d'étalonnage en préparant, par une nouvelle pesée, une solution de benzène contenant une fraction massique comprise entre 0 et 25×10^{-6} (25 ppm). L'injection de la phase vapeur de cette solution de validation dans les mêmes conditions que celles utilisées pour l'étalonnage doit donner un point situé sur la courbe d'étalonnage.

Dans le cas contraire, il est nécessaire de procéder à la détermination complète d'une nouvelle courbe d'étalonnage, avec nouvelle pesée et nouvelle validation.

8.2 Dosage

8.2.1 Préparation de l'échantillon

La prise d'essai de l'échantillon dans le flacon d'espace de tête doit être identique à celle retenue pour l'étalonnage. Dans le cas de teneurs supérieures au domaine de la courbe d'étalonnage, procéder à une dilution dans le même solvant.

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/39fdcb93-cc6d-4a8b-a763-8a5e9f674a72/iso-14714-1998>

8.2.2 Injection de l'échantillon

Procéder de façon identique à celle décrite en 8.1.2.

8.2.3 Détermination de la teneur en benzène résiduel

Déterminer la teneur en benzène en utilisant la courbe d'étalonnage tracée en 8.1 pour lire la teneur en benzène correspondant à l'aire de l'analyse de l'échantillon, en tenant compte d'une dilution éventuelle.

Si l'on utilise un spectromètre de masse, la méthode analytique est la même. Procéder à l'étalonnage et au dosage au moins sur l'ion 78, en visualisant le spectre dans la zone de rétention chromatographique du benzène.

NOTE L'utilisation du détecteur de masse est recommandée dans les cas de difficultés de séparation ou d'identification du benzène.

9 Fidélité

9.1 Résultats de l'essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires organisé en 1991 avec la participation de sept laboratoires a donné les résultats indiqués, à titre indicatif, à l'annexe A.

9.2 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excédera 6,5 % que dans 5 % des cas au plus.

9.3 Reproductibilité

La différence entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera 13,5 % que dans 5 % des cas au plus.

10 Rapport d'essai

Voir l'ISO 7609.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14714:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/39fdcb93-cc6d-4a8b-a763-8a5e9f674a72/iso-14714-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/39fdcb93-cc6d-4a8b-a763-8a5e9f674a72/iso-14714-1998>

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoires

Tableau A.1

Il convient de multiplier les valeurs par 10^{-6} (ppm)

Nombre de mesures	Laboratoires						
	1	2	3	4	5	6 ^a	7
7	9,52	10,20	9,60	10,00	9,20	9,50	10,40
7	9,97	10,30	9,60	11,00	9,90	10,40	10,20
6	10,13	10,30	9,20	10,80	9,30		10,30
6	10,16	10,00	9,20	11,10	9,90		10,10
5	10,58	10,40	8,80	10,40			10,40
5	10,58	10,10	9,20	11,30			9,90
5	9,68	10,60	9,00	11,00			9,60
5	9,54	10,60	8,80	10,00			10,30
4		10,60	8,70	10,50			10,20
2			8,80				9,80
1			9,20				
1			9,20				
54							
Résultats							
Minimum:	9,52	10,00	8,70	10,00	9,20	9,50	9,60
Maximum:	10,58	10,60	9,60	11,30	9,90	10,40	10,40
Moyenne:	10,02	10,34	9,11	10,68	9,58	9,95	10,12
Écart minimum:	0,50	0,34	0,41	0,68	0,38	0,45	0,52
Écart maximum:	0,56	0,26	0,49	0,62	0,33	0,45	0,28
Écart maximum relatif:	5,59 %	3,33 %	5,40 %	6,35 %	3,92 %	4,52 %	5,14 %
Variance:	0,18	0,05	0,09	0,23	0,14	0,41	0,07
Écart-type de répétabilité:	0,42	0,22	0,30	0,48	0,38	0,64	0,27
Minimum:	8,70						
Maximum:	11,30						
Moyenne:	9,95						
Écart minimum:	1,25 = 12,55 %						
Écart maximum:	1,35 = 13,58 %						
Variance:	0,41						
Écart-type de reproductibilité:	0,64						
a Les valeurs indiquées sont les minima et maxima des sept mesures.							

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14714:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/39fdcb93-cc6d-4a8b-a763-8a5e9f674a72/iso-14714-1998>

ICS 71.100.60

Descripteurs: huile, huile essentielle, analyse chimique, dosage, résidu chimique, benzène, chromatographie en phase gazeuse.

Prix basé sur 5 pages
