

---

---

**Graines oléagineuses — Extraction de  
l'huile et préparation des esters  
méthyliques d'acides gras de  
triglycérides pour analyse par  
chromatographie en phase gazeuse  
(Méthode rapide)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)  
*Oilseeds — Extraction of oil and preparation of methyl esters of  
triglycerides fatty acids for analysis by gas chromatography (Rapid  
method)*

[ISO 17059:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9B32b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9B32b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 17059:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9b32b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9b32b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2007

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17059 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 2, *Graines et fruits oléagineux et farines de graines oléagineuses*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
ISO 17059:2007  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9f32b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007>

## Introduction

L'analyse chromatographique des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) de graines oléagineuses nécessite l'extraction de l'huile des graines oléagineuses. Cependant, il n'existe aucune Norme internationale spécifiant une méthode d'extraction de l'huile des graines oléagineuses qui soit dédiée à l'analyse des esters méthyliques d'acides gras. Les méthodes généralement utilisées en laboratoire exigent une extraction de l'huile afin de déterminer la teneur en huile et donc sont fastidieuses ou chronophages [2], [3]. Par conséquent, la durée totale et le coût de l'analyse des acides gras de triglycérides dans des graines oléagineuses, y compris l'extraction de l'huile, la préparation et la chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras sont sensiblement augmentés par la seule étape de l'extraction de l'huile.

La présente Norme internationale spécifie une méthode rapide et optimisée associant l'extraction de l'huile et la préparation des esters méthyliques d'acides gras. L'huile n'est que partiellement extraite des graines et la fraction extraite reste suffisamment représentative de la totalité lorsque la méthode est appliquée aux graines spécifiées dans le Domaine d'application [4], [5]. Les esters méthyliques d'acides gras sont préparés conformément à la méthode de transestérification décrite dans l'ISO 5509 et légèrement modifiée pour pouvoir être appliquée sur des solutions d'huile dans l'isooctane.

Compte tenu de l'absence de méthode de référence pour l'extraction de l'huile, la méthode d'extraction de l'huile spécifiée dans la présente Norme internationale a été comparée à l'ISO 659 [2] au cours d'un essai interlaboratoires [6]. Les résultats ont montré une très bonne concordance entre les deux méthodes sauf dans le cas de colza renfermant une forte teneur en acide érucique. Dans ce dernier cas, la présente méthode a abouti à des valeurs de teneur en acide érucique supérieures de l'ordre de 1 % (fraction massique).

[ISO 17059:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9f332b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9f332b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007>

# Graines oléagineuses — Extraction de l'huile et préparation des esters méthyliques d'acides gras de triglycérides pour analyse par chromatographie en phase gazeuse (Méthode rapide)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode rapide pour l'extraction de l'huile et la préparation des esters méthyliques d'acides gras. Les esters méthyliques ainsi obtenus peuvent être utilisés pour la chromatographie en phase gazeuse.

La présente Norme internationale s'applique aux graines oléagineuses suivantes: colza, tournesol, soja, moutarde, lin.

NOTE L'application de la présente méthode rapide au colza à forte teneur en acide érucique conduit à une teneur surestimée en acide érucique de l'ordre de 1 % (fraction massique).

## iTeh STANDARD PREVIEW

## 2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 664, *Graines oléagineuses — Réduction de l'échantillon pour laboratoire en échantillon pour essai*

ISO 5509:2000, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation des esters méthyliques d'acides gras*

## 3 Principe

Extraction à froid de l'huile en agitant les graines préalablement broyées dans de l'isooctane. Après filtration, transestérification par de l'hydroxyde de potassium des acides gras de triglycérides présents dans la solution d'isooctane en esters méthyliques.

## 4 Réactifs

Sauf spécification contraire, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue.

**4.1 Isooctane** (2,2,4-triméthylpentane) de qualité chromatographique. Voir l'Annexe A.

**4.2 Sulfate de sodium anhydre.**

**4.3 Les autres réactifs** utilisés pour la préparation des esters méthyliques sont spécifiés dans l'ISO 5509:2000, 5.3.1 et 5.3.3.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

**5.1 Broyeur à couteaux**, de type moulin à café.

**5.2 Tubes à essai**, en verre, de capacité 10 ml, munis d'un bouchon rodé ou vissé et d'un capuchon en polytétrafluoréthylène (PTFE).

**5.3 Pipette graduée**, de capacité 5 ml.

**5.4 Pipettes Pasteur**, de longueur 150 mm, remplies d'une mèche en laine de verre et de sulfate de sodium anhydre jusqu'à une hauteur de 20 mm.

**5.5 Tubes à essai**, en verre, de capacité 5 ml, munis d'un bouchon rodé ou vissé et d'un capuchon en PTFE.

**5.6 Flacon en verre**, de capacité 2 ml, muni d'un bouchon vissé et d'un capuchon en PTFE.

## 6 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif n'ayant pas subi de dommage ou de modification au cours du transport ou du stockage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage préconisée figure dans l'ISO 542 <sup>[1]</sup>.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 7 Mode opératoire

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9b32b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007>

### 7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Réduire l'échantillon conformément à l'ISO 664 et broyer une quantité d'environ 10 g à l'aide d'un broyeur à couteaux (5.1) pendant 15 s.

NOTE Pour les échantillons qui ne sont pas homogènes, par exemple ceux qui contiennent une quantité significative de graines qui ne peuvent pas être dissociées [telles que les graines de *Sinapis arvensis* (moutarde des champs) dans une récolte de canola] il est peut-être nécessaire d'utiliser une plus grande quantité (un échantillon de 25 g) pour assurer une estimation précise des acides gras.

### 7.2 Prise d'essai

#### 7.2.1 Généralités

Adapter la prise d'essai constituée de matière broyée en fonction de la teneur en huile de l'échantillon afin de permettre l'extraction d'environ 100 mg d'huile.

#### 7.2.2 Cas de graines ayant une teneur en huile supérieure à 30 % (colza, moutarde, tournesol et lin)

Mélanger le broyat et peser environ 0,40 g, à 0,02 g près, dans un tube à essai de capacité 10 ml (5.2).

#### 7.2.3 Cas de graines ayant une teneur en huile comprise entre 15 % et 30 % (soja)

Mélanger le broyat et peser environ 0,80 g, à 0,04 g près, dans un tube à essai de capacité 10 ml (5.2).

### 7.3 Extraction de l'huile

À l'aide d'une pipette (5.3), introduire 5 ml d'isooctane (4.1) dans le tube contenant le broyat et boucher. Mélanger pendant 2 min, laisser reposer ou centrifuger si nécessaire.

Si le surnageant de l'extrait n'est pas limpide, procéder à la filtration et au séchage (7.4).

Si le surnageant de l'extrait est limpide, la filtration et le séchage ne sont pas nécessaires et peuvent être omis. Déposer 3 ml du surnageant dans un tube à essai de capacité 5 ml (5.5). L'extrait est alors prêt pour la préparation des esters méthyliques (7.5).

### 7.4 Filtration et séchage de l'extrait

Placer la pipette Pasteur (5.4) contenant le sulfate de sodium anhydre (4.2) au-dessus d'un tube à essai de capacité 5 ml (5.5). Déposer le surnageant de l'extrait (7.3) dans la pipette Pasteur et laisser s'écouler afin d'obtenir un volume d'environ 3 ml d'extrait limpide dans le tube à essai. L'extrait est alors prêt à la préparation des esters méthyliques (7.5).

### 7.5 Préparation des esters méthyliques

Procéder selon 5.6.2.2 à 5.6.2.4 de l'ISO 5509:2000, avec l'extrait préparé dans le tube à essai de capacité 5 ml (7.3 ou 7.4).

NOTE Les réactifs sont spécifiés dans 5.3.1 et 5.3.3 de l'ISO 5509:2000.

Transférer (avec ou sans dilution, selon 5.6.2.4 de l'ISO 5509:2000, et le mode d'injection dans le système de chromatographie en phase gazeuse) le surnageant contenant les esters méthyliques dans un flacon en verre de capacité 2 ml (5.6) et boucher. La solution est prête à injecter dans le chromatographe en phase gazeuse.

[ISO 17059:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9b32b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007)

## 8 Rapport d'essai

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9b32b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007>

Le rapport d'essai doit spécifier:

- toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale ou facultatifs, ainsi que les détails des incidents éventuels susceptibles d'avoir influé sur le ou les résultats d'essai.

## Annexe A (normative)

### Modes opératoires analytiques généraux

#### A.1 Réactifs

Les réactifs ne doivent pas produire de pics qui interfèrent avec ceux des esters méthyliques d'acides gras au cours de la chromatographie en phase gazeuse.

Par conséquent, il convient de vérifier tout nouveau lot de réactif ou de solvant en l'utilisant pour préparer les esters méthyliques d'acide oléique pur et en les analysant par chromatographie en phase gazeuse. En cas d'apparition de pics supplémentaires, il convient de rejeter le réactif.

#### A.2 Conservation de la solution d'ester méthylique

Il est recommandé d'analyser les esters de préférence dès que possible. Si nécessaire, la solution d'isooctane contenant les esters méthyliques peut être conservée sous gaz inerte dans un réfrigérateur.

Pour une période de conservation plus longue, il est conseillé de protéger les esters méthyliques contre l'autoxydation en ajoutant à la solution un antioxydant à une concentration telle qu'il n'y aura aucune interférence lors de l'analyse suivante, par exemple une solution à 0,05 g/l de BHT (2,6-di-*t*-butyl-4-méthylphénol).

[ISO 17059:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9f332b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9f332b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007>

## Bibliographie

- [1] ISO 542:1990, *Graines oléagineuses — Échantillonnage*
- [2] ISO 659:1998, *Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile (Méthode de référence)*
- [3] XP V 03-030:1991 (Norme française), *Produits agricoles et alimentaires — Extraction de la matière grasse en vue de sa caractérisation*
- [4] BLIN, F., 1988, *Rapid extraction of oil from oilseeds with a view to the analysis of fatty acids*, Report-CETIOM
- [5] QUINSAC, A. et BLIN, F. Validation of a rapid method to extract oil in oleaginous seeds for fatty acid analysis. *Proceedings of the 10th International Rapeseed Congress*, Canberra, Australie, 26 au 29 septembre 1999, 122
- [6] CETIOM, 2002, *Report of the Ring-Test (janvier - avril 2001): Comparison between ISO/WD 17059 and ISO 659 - ISO 5509*
- [7] ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*
- [8] ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 17059:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9b32b3-7338-46a9-94ef-436ec57801d2/iso-17059-2007>