
**Huiles d'olive et huiles de grignons
d'olive — Détermination de la teneur en
alcools aliphatiques par chromatographie
en phase gazeuse sur colonne capillaire**

*Olive oils and olive-pomace oils — Determination of aliphatic alcohols
content by capillary gas chromatography*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 12871:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010>



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 12871:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe.....	1
5 Réactifs.....	1
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage.....	3
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
9 Mode opératoire.....	4
9.1 Préparation de l'insaponifiable	4
9.2 Séparation des fractions alcooliques.....	4
9.3 Préparation des triméthylsilyléthers	5
9.4 Analyse par chromatographie en phase gazeuse.....	6
10 Fidélité	7
10.1 Essai interlaboratoires.....	7
10.2 Répétabilité	8
10.3 Reproductibilité	8
11 Rapport d'essai.....	8
Annexe A (informative) Détermination de la vitesse linéaire du gaz.....	9
Annexe B (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires.....	10
Bibliographie.....	11

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 12871 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*. (standards.iteh.ai)

ISO 12871:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010>

Introduction

Dans le cadre de la *Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive*, le Conseil oléicole international (COI) a publié la COI/T.20/Doc. 26:2003^[4]. La COI/T.20/Doc. 26 était applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive et était utilisée pour faire la distinction entre les huiles d'olive vierges lampantes et les huiles de grignons d'olive brutes. Les grignons d'olive constituent la pâte résiduelle qui contient encore une quantité variable d'eau et d'huile après pressage ou centrifugation.

En 2008, le COI a soumis le document à l'ISO/TC 34/SC 11 en vue de son adoption en tant que Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 12871:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12871:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010>

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive — Détermination de la teneur en alcools aliphatiques par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur, sous forme de fraction massique exprimée en milligrammes par kilogramme, en alcools aliphatiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive.

NOTE La présente Norme internationale est fondée sur la méthode COI/T.20/Doc. 26:2003^[4].

2 Références normatives

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 661, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai*

[ISO 12871:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010>

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

teneur en alcools aliphatiques

somme des alcools aliphatiques avec un nombre de carbones C_{22} , C_{24} , C_{26} et C_{28} , sous forme de fraction massique, déterminée selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

4 Principe

L'huile, additionnée de 1-éicosanol comme étalon interne, est saponifiée avec de l'hydroxyde de potassium en solution dans l'éthanol, puis l'insaponifiable est extrait avec de l'éther diéthylique. La fraction des alcools est séparée de l'extrait insaponifiable par chromatographie sur plaque de gel de silice basique; les alcools récupérés dans le gel de silice sont transformés en triméthylsilyléthers (TMSE) et analysés par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — Il est nécessaire de se conformer à toute réglementation locale relative à la manipulation des substances dangereuses. Des mesures de sécurité technique, organisationnelle et personnelle doivent être suivies.

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique, $c(\text{KOH}) \approx 2 \text{ mol/l}$.

Dissoudre, tout en refroidissant, 130 g d'hydroxyde de potassium [$w(\text{KOH}) = 85 \%$, fraction massique minimale] dans 200 ml d'eau et compléter à 1 l avec de l'éthanol. Conserver la solution dans une bouteille de verre opaque bien bouchée.

5.2 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique, $c(\text{KOH}) \approx 0,2 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 13 g d'hydroxyde de potassium dans 20 ml d'eau distillée et compléter à 1 l avec de l'éthanol.

5.3 Éther diéthylique.

5.4 Sulfate de sodium anhydre.

5.5 Plaques de verre, recouvertes de gel de silice, sans indicateur de fluorescence, de 0,25 mm d'épaisseur.

Des produits prêts à l'emploi appropriés sont disponibles dans le commerce.

5.6 Benzène, qualité pour chromatographie.

5.7 Acétone, qualité pour chromatographie.

5.8 Hexane, qualité pour chromatographie.

5.9 Éther diéthylique, qualité pour chromatographie.

5.10 Chloroforme, qualité pour chromatographie.

5.11 Solution de référence pour chromatographie sur couche mince: solution de 1-eicosanol, à 0,5 g/100 ml dans du chloroforme, ou une fraction d'alcools obtenue comme indiqué en 9.2 à partir de l'insaponifiable d'une huile de grignons d'olive.

5.12 Dichloro-2',7' fluorescéine, solution éthanolique à 0,2 g/100 ml. Rendre légèrement basique par addition de quelques gouttes de solution alcoolique d'hydroxyde de potassium (5.1).

5.13 Pyridine anhydre, qualité pour chromatographie.

5.14 Hexaméthylidisilazane (HMDS).

5.15 Triméthylchlorosilane (TMCS).

5.16 Solutions étalons de triméthylsilyl'éthers (TMSE), des alcools aliphatiques de C_{20} à C_{28} . À préparer au moment de l'emploi à partir de mélanges d'alcools purs.

5.17 Solution étalon interne: solution de 1-eicosanol dans le chloroforme, concentration massique de 0,1 g/100 ml.

5.18 Gaz vecteur: hydrogène ou hélium, qualité pour chromatographie en phase gazeuse.

5.19 Gaz auxiliaire: azote, qualité pour chromatographie en phase gazeuse.

6 Appareillage

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

6.1 Ballon, d'une capacité de 250 ml, muni d'un réfrigérant à reflux avec embouts rodés.

- 6.2 Ampoule à décanter**, d'une capacité de 500 ml.
- 6.3 Ballons**, d'une capacité de 250 ml.
- 6.4 Enceinte pour chromatographie sur couche mince**, adaptée pour des plaques de verre de dimensions 20 cm × 20 cm.
- 6.5 Lampe à lumière ultraviolette**, de longueur d'onde de 366 nm ou 254 nm.
- 6.6 Microseringues**, de capacités 100 µl et 500 µl.
- 6.7 Creuset cylindrique filtrant** à filtre poreux G3 (porosité 15 µm à 40 µm), de dimensions d'environ 2 cm de diamètre et 5 cm de hauteur, avec embout approprié pour filtration sous vide et embout rodé mâle 12/21.
- 6.8 Fiole à vide**, d'une capacité de 50 ml, avec embout rodé femelle 12/21 adaptable au creuset filtrant (6.7).
- 6.9 Tube à essai**, d'une capacité de 10 ml, à fond conique, avec bouchon hermétique.
- 6.10 Chromatographe en phase gazeuse**, approprié au fonctionnement avec colonnes capillaires, équipé des éléments spécifiés de 6.10.1 à 6.10.4.
- 6.10.1 Four pour colonne**, permettant de maintenir une température à $\pm 1^\circ \text{C}$.
- 6.10.2 Injecteur à division de flux**, réglable en température, avec élément vaporisateur en verre persilylé, ou de type «on column».
- 6.10.3 Détecteur à ionisation de flamme.**
- 6.10.4 Système d'intégration.**
- 6.11 Colonne capillaire en silice fondue**, de 20 m à 30 m de long, de 0,25 mm à 0,32 mm de diamètre intérieur, avec phase liquide SE-52 ou SE-54¹⁾ ou équivalent, avec une épaisseur de film comprise entre 0,10 µm et 0,30 µm.
- 6.12 Microseringue pour chromatographie en phase gazeuse**, d'une capacité de 10 µl, avec aiguille rigide.
- 6.13 Balance analytique**, ayant une sensibilité de 1 mg (avec affichage de 0,1 mg).
- 6.14 Dessiccateur**, avec chlorure de calcium comme déshydratant.
- 6.15 Étuve.**

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 5555^[1].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif non endommagé ou modifié lors du transport ou de l'entreposage.

1) SE-52 et SE-54 sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.