



Huiles essentielles — Détermination de l'indice d'ester après acétylation et évaluation de la teneur en alcools libres et en alcools totaux

Essential oils — Determination of ester value after acetylation and evaluation of free alcohols and total alcohols content

Première édition — 1980-09-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1241:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e45545-bc25-4bfd-8057-c3f01947ccaf/iso-1241-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e45545-bc25-4bfd-8057-c3f01947ccaf/iso-1241-1980>

CDU 665.5 : 543.86 : 543.851.1

Réf. n° : ISO 1241-1980 (F)

Descripteurs : huile essentielle, essai, détermination, indice d'ester, alcool.

Prix basé sur 3 pages

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 1241 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 54 *Huiles essentielles*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la recommandation ISO/R 1241-1971, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suède
Bulgarie	Italie	Thaïlande
Canada	Japon	Turquie
Égypte, rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	URSS
France	Pays-Bas	
Grèce	Portugal	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Huiles essentielles — Détermination de l'indice d'ester après acétylation et évaluation de la teneur en alcools libres et en alcools totaux

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice d'ester après acétylation.

Elle permet, grâce à la détermination de l'indice d'ester avant et après acétylation, d'évaluer la teneur en alcools libres et en alcools totaux.

La méthode n'est pas applicable aux huiles essentielles contenant des quantités notables

- d'alcools tertiaires qui ne seraient pas complètement acétylés, ou
- de phénols, de lactones, d'aldéhydes ou de cétones énolisables, qui s'acétylèrent en même temps que les alcools libres.

2 Références

ISO 212, *Huiles essentielles — Échantillonnage.*

ISO 356, *Huiles essentielles — Préparation de l'échantillon pour essai.*

ISO/R 385, *Burettes.*

ISO 709, *Huiles essentielles — Détermination de l'indice d'ester.*

3 Définition

indice d'ester après acétylation : Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libérés par l'hydrolyse des esters contenus dans 1 g de l'huile essentielle acétylée.

4 Principe

Acétylation de l'huile essentielle par l'anhydride acétique en présence d'acétate de sodium. Isolement et séchage de l'huile essentielle acétylée, et détermination de son indice d'ester selon l'ISO 709.

Évaluation de la teneur en alcools libres, en alcools combinés et en alcools totaux au moyen des indices d'ester avant et après acétylation.

5 Réactifs

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

Réactifs spécifiés dans l'ISO 709, et

5.1 Anhydride acétique, de titre au moins égal à 98 %.

5.2 Acétate de sodium, anhydre, récemment fondu et pulvérisé.

5.3 Chlorure de sodium, solution saturée.

5.4 Carbonate de sodium /chlorure de sodium, solution de carbonate de sodium anhydre à 20 g/l, saturée de chlorure de sodium.

5.5 Sulfate de magnésium anhydre, ou **sulfate de sodium** anhydre et neutre, récemment séché et pulvérisé.

5.6 Papier de tournesol.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Dispositif d'acétylation, comprenant un ballon d'acétylation de capacité 100 à 250 ml, à col rodé, muni d'un tube en verre servant de réfrigérant à reflux d'au moins 1 m de longueur et d'au moins 10 mm de diamètre intérieur.

Le ballon et le réfrigérant doivent être soigneusement séchés avant l'emploi.

6.2 Éprouvettes, de capacité 10 ml, graduées en 0,1 ml.

6.3 Éprouvettes, de capacité 50 ml, graduées en 1 ml.

6.4 Bain d'eau, réglable entre 40 et 50 °C.

6.5 Dispositif de chauffage approprié au maintien de l'ébullition, excluant les surchauffes locales.

6.6 Ampoule à décanter, de capacité minimale 250 ml.

6.7 Dispositif de saponification, comprenant un ballon en verre résistant aux alcalis, de capacité 100 à 250 ml, auquel peut être adapté un réfrigérant à reflux, d'au moins 1 m de longueur et d'au moins 1 cm de diamètre intérieur.

6.8 Burette, de capacité 50 ml, graduée en 0,1 ml, conforme aux spécifications de l'ISO/R 385.

7 Échantillonnage

Voir ISO 212.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Voir ISO 356.

8.2 Détermination de l'indice d'ester avant acétylation

Déterminer l'indice d'ester avant acétylation, conformément aux spécifications de l'ISO 709.

8.3 Détermination de l'indice d'ester après acétylation

Dans le ballon du dispositif d'acétylation (6.1), mélanger environ 10 ml d'échantillon pour essai (8.1) avec 10 ml d'anhydride acétique (5.1) et 2 g d'acétate de sodium anhydre (5.2). Ajouter quelques fragments de pierre ponce ou de porcelaine et adapter le réfrigérant à reflux.

Chauffer le ballon au moyen du dispositif de chauffage (6.5) et maintenir le liquide à ébullition modérée durant 2 h ou durant le temps indiqué dans la Norme internationale relative à l'huile essentielle analysée.

À la fin de cette période, laisser refroidir le liquide, ajouter 50 ml d'eau et chauffer sur le bain d'eau (6.4) réglé entre 40 et 50 °C, durant 15 min en agitant fréquemment. Refroidir à la température ambiante, démonter le tube à reflux et verser le liquide dans l'ampoule à décanter (6.6). Laver le ballon à deux reprises avec 10 ml d'eau chaque fois, en recueillant les eaux de lavage dans l'ampoule à décanter. Laisser décanter jusqu'à séparation complète des phases, puis soutirer et rejeter la phase aqueuse.

Laver successivement la phase huileuse par agitation avec

- 50 ml de la solution de chlorure de sodium (5.3),
- 50 ml de la solution de carbonate de sodium/chlorure de sodium (5.4),
- 50 ml de la solution de chlorure de sodium (5.3), et
- 20 ml d'eau.

Opérer en agitant l'huile essentielle acétylée avec les solutions saturées (a, b, c) et, avec précaution, avec l'eau (d) qui, si les lavages ont été correctement effectués, doit être neutre au

papier de tournesol (5.6). Soutirer la phase huileuse en la recueillant dans un tube sec et agiter plusieurs fois durant 15 min avec au moins 3 g de sulfate de magnésium ou de sodium (5.5). Filtrer. Renouveler le contact et l'agitation avec des quantités supplémentaires de 3 g de sulfate de magnésium ou de sodium, jusqu'à ce que l'huile essentielle acétylée soit exempte d'eau.

Déterminer son indice d'ester, conformément aux spécifications de l'ISO 709, mais en utilisant environ 2 g, pesés à 0,5 mg près, d'huile acétylée et 50 ml de solution titrée d'hydroxyde de potassium à 0,5 mol/l.

9 Expression des résultats

9.1 L'indice d'ester après acétylation est donné par la formule

$$IE_2 = \frac{28,05}{m} (V'_0 - V'_1)$$

9.2 Le pourcentage en masse d'alcools libres, par rapport à un ester convenu, est donné par la formule

$$\frac{M_r \times (IE_2 - IE_1)}{561 - 0,42 IE_2}$$

9.3 Le pourcentage en masse d'alcools combinés, par rapport à un ester convenu, est donné par la formule

$$\frac{M_r \times IE_1}{561}$$

9.4 Le pourcentage en masse d'alcools totaux est égal à la somme des deux pourcentages précédents.

Dans les formules précédentes,

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai effectuée pour la détermination de l'indice d'acide (voir ISO 1242) (en général $2 \pm 0,05$ g);

V'_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (5.3 de l'ISO 709), utilisé pour l'essai à blanc (7.2 de l'ISO 709);

V'_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (5.3 de l'ISO 709), utilisé pour la détermination (7.1 de l'ISO 709) de l'indice d'ester après acétylation;

M_r est la masse moléculaire relative de l'ester utilisé pour exprimer conventionnellement le résultat et qui est indiqué dans la Norme internationale relative à l'huile essentielle analysée;

IE_1 est l'indice d'ester de l'huile essentielle avant acétylation (8.2), calculé conformément aux spécifications de l'ISO 709;

IE₂ est l'indice d'estér de l'huile essentielle après acétylation (8.3), calculé conformément aux spécifications de l'ISO 709.

résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 1241:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6c45545-bc25-4bfd-8057-c3f01947ccaf/iso-1241-1980>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1241:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e45545-bc25-4bfd-8057-c3f01947ccaf/iso-1241-1980>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1241:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e45545-bc25-4bfd-8057-c3f01947ccaf/iso-1241-1980>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1241:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e45545-bc25-4bfd-8057-c3f01947ccaf/iso-1241-1980>