
**Huiles essentielles — Détermination de
l'indice d'ester, avant et après acétylation,
et évaluation des teneurs en alcools libres
et en alcools totaux**

*Essential oils — Determination of ester values, before and after acetylation,
and evaluation of the contents of free and total alcohols*

(standards.iteh.ai)

[ISO 1241:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9631b9b-2c4e-407e-9572-7ccfc78ea9d5/iso-1241-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9631b9b-2c4e-407e-9572-7ccfc78ea9d5/iso-1241-1996>



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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1241:1980), dont elle constitue une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 1241:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9631b9b-2c4e-407e-9572-7ccfc78ea9d5/iso-1241-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9631b9b-2c4e-407e-9572-7ccfc78ea9d5/iso-1241-1996>

© ISO 1996

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 central@isocs.iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Huiles essentielles – Détermination de l'indice d'ester, avant et après acétylation, et évaluation des teneurs en alcools libres et en alcools totaux

1 DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour l'évaluation de la teneur en alcools libres et en alcools totaux dans les huiles essentielles par détermination de l'indice d'ester avant et après acétylation par l'anhydride acétique en présence d'acétate de sodium.

La méthode n'est pas applicable aux huiles essentielles contenant des quantités notables d'alcools tertiaires (par exemple du linalol et des terpinéols), qui ne seraient pas complètement acétylés.

NOTE — Pour ces huiles essentielles, il convient d'utiliser la méthode décrite dans l'ISO 3794¹⁾.

La méthode n'est pas non plus applicable aux huiles essentielles renfermant des quantités notables de phénols, de lactones, d'aldéhydes ou de cétones énoles qui s'acétylèrent en même temps que les alcools libres.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9631b9b-2c4e-407e-9572-7ccfc78ea9d5/iso-1241-1996>

2 RÉFÉRENCES NORMATIVES

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 212:1973, *Huiles essentielles - Échantillonnage.*

ISO 356:1996, *Huiles essentielles - Préparation des échantillons pour essai.*

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire - Burettes - Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 709:1980, *Huiles essentielles - Détermination de l'indice d'ester.*

1) ISO 3794:1976, *Huiles essentielles (contenant des alcools tertiaires) - Évaluation de la teneur en alcools libres par détermination de l'indice d'ester après acétylation.*

3 DÉFINITIONS

Pour les besoins de la présente Norme internationale les définitions suivantes s'appliquent.

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

3.2 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

4.1 Détermination de l'indice d'ester de l'huile essentielle conformément à l'ISO 709.

4.2 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 conformément à l'ISO 709.

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

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

5 RÉACTIFS

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

ISO 1241:1996

5.1 Réactifs pour la détermination de l'indice d'ester

5.1.1 Éthanol, à 95 % (V/V) à 20 °C, récemment neutralisé par la solution d'hydroxyde de potassium (5.1.2) en présence de l'indicateur coloré (5.1.4) utilisé pour la détermination.

5.1.2 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique titrée, $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.1.3 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$

5.1.4 Indicateur coloré: phénolphaléine, solution à 2 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V) ou, si l'huile essentielle à analyser renferme des groupes phénoliques, **rouge de phénol**, solution à 0,4 g/l dans l'éthanol à 20 % (V/V).

5.2 Réactifs pour l'acétylation

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

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

5.2.3 Chlorure de sodium, solution saturée.

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

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

5.2.6 Papier de tournesol.

6 APPAREILLAGE

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

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

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

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

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

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

6.5 Dispositif de chauffage approprié, pour le maintien de l'ébullition de l'anhydride acétique, sans surchauffes locales.

6.6 Ampoule à décanter, d'au moins 250 ml de capacité.

6.7 Dispositif de saponification, comprenant un ballon en verre résistant aux alcalis, de 100 ml à 250 ml de capacité, auquel peut être adapté un réfrigérant à reflux d'au moins 1 m de longueur et de 10 mm de diamètre intérieur.

6.8 Burette, de 50 ml de capacité, graduée en 0,1 ml, conforme aux exigences de l'ISO 385-1.

6.9 Balance analytique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1241:1996

7 ÉCHANTILLONNAGE

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9631b9b-2c4e-407e-9572-7ccfc78ea9d5/iso-1241-1996>

L'échantillonnage doit être réalisé conformément à l'ISO 212.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

L'échantillon pour essai doit être préparé conformément à l'ISO 356.

8.2 Détermination de l'indice d'ester avant acétylation

Déterminer l'indice d'ester avant acétylation, conformément à la méthode donnée dans l'ISO 709.

8.3 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 (5.2.1.) et 2 g d'acétate de sodium anhydre (5.2.2).

Ajouter quelques fragments de pierre ponce ou de porcelaine et adapter le réfrigérant à reflux sur le ballon.

Chauffer le ballon au moyen du dispositif de chauffage (6.5) et maintenir le liquide à ébullition modérée pendant 2 h ou pendant 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 distillée et chauffer sur le bain d'eau (6.4) réglé entre 40 °C et 50 °C, pendant 15 min, en agitant fréquemment. Laisser 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 à chaque fois et recueillir 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

- a) 50 ml de la solution de chlorure de sodium (5.2.3.),
- b) 50 ml de la solution de carbonate de sodium/chlorure de sodium (5.2.4),
- c) 50 ml de la solution de chlorure de sodium (5.2.3), et
- d) 20 ml d'eau.

Si les lavages ont été correctement effectués, l'eau doit être neutre au papier de tournesol (5.2.6). Soutirer la phase huileuse en la recueillant dans une fiole sèche et agiter plusieurs fois pendant 15 min avec au moins 3 g de sulfate de magnésium ou de sodium (5.2.5). Filtrer. Renouveler le contact et l'agitation avec des portions supplémentaires de 3 g de sulfate de magnésium ou de sodium jusqu'à ce que l'huile essentielle acétylée soit exempte d'eau.

8.4 Détermination de l'indice d'ester après acétylation

Déterminer l'indice d'ester de l'huile essentielle acétylée (8.3) conformément à l'ISO 709 avec, comme prise d'essai, environ 2 g, pesés à 0,05 mg près, d'huile essentielle acétylée, et en utilisant 50 ml de solution titrée d'hydroxyde de potassium (5.1.2).

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1241:1996

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

$$E_2 = \frac{28,05}{m} (V'_0 - V'_1)$$

9.2 La teneur en alcools libres, exprimée en pourcentage en masse, par rapport à un alcool donné, est donnée par la formule:

$$\frac{M_r(E_2 - E_1)}{561 - 0,42E_2}$$

NOTE — Cette formule tient compte de l'augmentation de masse de la prise d'essai lors de l'acétylation.

9.3 La teneur en alcools combinés, exprimée en pourcentage en masse, par rapport à un alcool donné, est donnée par la formule:

$$\frac{M_r \times E_1}{561}$$

9.4 La teneur en alcools totaux, exprimée en pourcentage en masse, par rapport à un alcool donné, est égale à la somme des deux pourcentages obtenus en 9.2 et en 9.3.

Dans les formules précédentes:

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai d'huile essentielle acétylée;

V'_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (5.1.3.), utilisé pour l'essai à blanc;

V'_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (5.1.3), utilisé pour la détermination de l'indice d'ester après acétylation;

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

E_1 est l'indice d'ester de l'huile essentielle avant acétylation (8.2), calculé conformément à l'ISO 709;

E_2 est l'indice d'ester de l'huile essentielle après acétylation (8.4), calculé conformément à l'ISO 709.

10 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les 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.

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

ISO 1241:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9631b9b-2c4e-407e-9572-7ccfc78ea9d5/iso-1241-1996>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1241:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9631b9b-2c4e-407e-9572-7ccfc78ea9d5/iso-1241-1996>

ICS 71.100.60

Descripteurs: produit dérivé des fruits et légumes, huile essentielle, analyse chimique, dosage, alcool, indice d'ester.

Prix basé sur 5 pages
