
**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
triglyceride fatty acids for analysis by gas chromatography (rapid
method)*

[ISO 17059:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7db3e34b-308a-492d-8290-85d53a6cab6c/iso-17059-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7db3e34b-308a-492d-8290-85d53a6cab6c/iso-17059-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 17059:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7db3e34b-308a-492d-8290-85d53a6cab6c/iso-17059-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	2
8 Mode opératoire	3
8.1 Préparation de l'échantillon pour essai.....	3
8.2 Prise d'essai.....	3
8.2.1 Généralités.....	3
8.2.2 Cas de graines ayant une teneur en huile supérieure à 30 % (colza, moutarde, tournesol et lin).....	3
8.2.3 Cas de graines ayant une teneur en huile comprise entre 15 % et 30 % (soja).....	3
8.3 Extraction de l'huile.....	3
8.4 Filtration et séchage de l'extrait.....	3
8.5 Préparation des esters méthyliques.....	3
9 Rapport d'essai	4
Annexe A (normative) Modes opératoires analytiques généraux	5
Bibliographie https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7db3e34b-308a-492d-8290-85d53a6cab6c/iso-17059-2019	6

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le Comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, Sous-comité SC 2, *Graines et fruits oléagineux et farines de graines oléagineuses*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 17059:2007) qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- la description de la préparation des esters méthyliques en 8.5 a été mise à jour pour supprimer la référence à l'ISO 5509:2000, qui a été annulée.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

L'analyse chromatographique des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) de graines oléagineuses nécessite l'extraction de l'huile des graines oléagineuses. Les méthodes généralement utilisées en laboratoire exigent une extraction de l'huile afin de déterminer la teneur en huile et sont donc 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.

Le présent document 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 5509:2000¹⁾ 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 le présent document 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).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 17059:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7db3e34b-308a-492d-8290-85d53a6cab6c/iso-17059-2019>

1) Norme annulée. Remplacée par les normes ISO 12966-2:2011 et ISO 12966-3:2009.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17059:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7db3e34b-308a-492d-8290-85d53a6cab6c/iso-17059-2019>

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

Le présent document 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.

Le présent document s'applique aux graines oléagineuses suivantes: colza et moutarde à faible teneur en acide érucique (< 2 %), tournesol, soja, 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). Cette différence a été observée dans la Référence [6] et pourrait être liée à l'extraction partielle de l'huile de l'échantillon (rendement de l'ordre de 70 %). Une forte teneur en acide érucique dans les triglycérides pourrait accroître leur solubilité dans l'hexane en raison de l'effet lipophile de la longue chaîne de carbone (C22). Toutefois, cet effet n'ayant pas été vérifié sur un grand ensemble d'échantillons de colza à forte teneur en acide érucique, il n'est pas approprié d'appliquer de facteur de correction à cette teneur pour l'analyse du colza à forte teneur en acide érucique.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 12966-4, *Corps gras d'origines animale et végétale — Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras — Partie 4: Détermination par chromatographie capillaire en phase gazeuse*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 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.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf spécification contraire.

5.1 Isooctane (2,2,4-triméthylpentane) de qualité chromatographique, conformément à [A.1](#).

5.2 Sulfate de sodium anhydre.

5.3 Hydroxyde de potassium, solution méthanolique, à environ 2 mol/l. Du fait que l'hydroxyde de potassium contient en pratique environ 15 % d'eau, procéder comme suit. Dissoudre, en chauffant modérément, 13,1 g d'hydroxyde de potassium dans 100 ml de méthanol absolu. Ajouter à la solution une quantité suffisante de sulfate de sodium anhydre permettant de la sécher. Filtrer pour obtenir une solution limpide. En cas de conservation nécessaire de la solution pendant une longue période, une petite quantité de précipité blanc de carbonate de sodium est susceptible de se former; ce phénomène n'influe pas sur la préparation des esters méthyliques, à condition d'utiliser le liquide limpide surnageant.

5.4 Hydrogénosulfate de sodium monohydraté.

6 Appareillage

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

6.1 Broyeur à couteaux, de type moulin à café.

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

6.3 Pipette graduée, de 5 ml de capacité.

6.4 Pipette ou pipette automatique, de 200 µl de capacité.

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

6.6 Tubes à essai, en verre, de 5 ml de capacité, munis d'un bouchon rodé ou vissé et d'un capuchon en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

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

7 Échantillonnage

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire. Il convient qu'il n'ait été ni endommagé, ni modifié au cours du transport ou du stockage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 21294.

8 Mode opératoire

8.1 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 (6.1) 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 pourrait être nécessaire d'utiliser une plus grande quantité (un échantillon de 25 g) pour assurer une estimation précise des acides gras.

8.2 Prise d'essai

8.2.1 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.

8.2.2 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 10 ml (6.2).

8.2.3 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 10 ml (6.2).

8.3 Extraction de l'huile

ISO 17059:2019

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7db3e34b-308a-492d-8290-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7db3e34b-308a-492d-8290-85153a91cat6/iso-17059-2019)

À l'aide d'une pipette (6.3), introduire 5 ml d'isooctane (5.1) 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 (voir 8.4).

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 5 ml (6.6). L'extrait est alors prêt pour la préparation des esters méthyliques (voir 8.5).

8.4 Filtration et séchage de l'extrait

Placer la pipette Pasteur (6.5) contenant le sulfate de sodium anhydre (5.2) au-dessus d'un tube à essai de 5 ml (6.6). Déposer le surnageant de l'extrait (voir 8.3) 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 pour la préparation des esters méthyliques (voir 8.5).

8.5 Préparation des esters méthyliques

8.5.1 Utiliser l'extrait préparé dans le tube à essai de 5 ml (voir 8.3 ou 8.4). À l'aide d'une pipette (6.4), ajouter 200 µl de solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (5.3) et boucher le tube à essai. Agiter vigoureusement le mélange pendant environ 30 s. Après une opacification initiale due à la séparation du glycérol, le mélange réactif s'éclaircit.

8.5.2 Ajouter à la solution environ 1 g d'hydrogénosulfate de sodium monohydraté (5.4) et agiter vigoureusement afin de neutraliser l'hydroxyde de potassium.