
NORME INTERNATIONALE 3794

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Huiles essentielles (contenant des alcools tertiaires) — Évaluation de la teneur en alcools libres par détermination de l'indice d'ester après acétylation

Essential oils (containing tertiary alcohols) — Estimation of free alcohols content by determination of ester value after acetylation

Première édition — 1976-12-15

standards.iteh.ai

[ISO 3794:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a6744d7e-e3ff-4c76-9af2-f26e0836c780/iso-3794-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a6744d7e-e3ff-4c76-9af2-f26e0836c780/iso-3794-1976>

CDU 668.5 : 543.85

Réf. n° : ISO 3794-1976 (F)

Descripteurs : huile essentielle, analyse chimique, dosage, alcool, indice d'ester

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 3794 a été établie par le comité technique ISO/TC 54, *Huiles essentielles*, et a été soumise aux Comités Membres en février 1975.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Sri Lanka
Allemagne	Inde	Turquie
Belgique	Italie	Yougoslavie
Canada	Pays-Bas	
Espagne	Portugal	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Huiles essentielles (contenant des alcools tertiaires) — Évaluation de la teneur en alcools libres par détermination de l'indice d'ester après acétylation

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode d'évaluation de la teneur en alcools libres des huiles essentielles, par détermination de l'indice d'ester après acétylation.¹⁾

La méthode est applicable aux huiles essentielles contenant une quantité notable d'alcools tertiaires, et notamment du linalol et du terpinéol, qui sont exclus du domaine d'application de l'ISO/R 1241.

La méthode n'est pas applicable aux huiles essentielles contenant des quantités notables de phénols, d'anthranilates, de lactones et d'aldéhydes, comme indiqué dans l'ISO/R 1241.

2 RÉFÉRENCES

ISO 212, *Huiles essentielles — Échantillonnage.*

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

ISO/R 709, *Détermination de l'indice d'esters et de la teneur en esters des huiles essentielles.*

ISO/R 1241, *Huiles essentielles — Évaluation de la teneur en alcools libres par détermination de l'indice d'ester après acétylation.*

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 le chlorure d'acétyle et l'anhydride acétique, en présence de diméthylaniline. Isolement et séchage de l'huile essentielle acétylée. Détermination de l'indice d'ester après acétylation. Calcul de la teneur en alcools libres en tenant compte de l'indice d'ester de la même huile essentielle non acétylée.

5 RÉACTIFS

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

5.1 Chlorure d'acétyle.

5.2 Diméthylaniline, fraîchement distillée et exempte de monométhylaniline et d'aniline.

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

5.4 Sulfate de magnésium, ou sulfate de sodium, anhydre, récemment séché et pulvérisé.

5.5 Sulfate de sodium (Na_2SO_4), solution à 100 g/l.

5.6 Acide chlorhydrique, solution.

Diluer 5 parties d'acide chlorhydrique (ρ_{20} 1,19 g/ml) à 100 parties en volume de la solution de sulfate de sodium (5.5).

5.7 Hydrogénocarbonate de sodium, solution.

Dissoudre 50 g d'hydrogénocarbonate de sodium dans 1 l de la solution de sulfate de sodium (5.5).

5.8 Hydroxyde de potassium, solution aqueuse 0,1 N.

5.9 Hydroxyde de potassium, solution titrée 0,5 N dans l'éthanol à 95 % (V/V).

5.10 Acide chlorhydrique, solution titrée 0,5 N.

5.11 Papier de tournesol.

5.12 Phénolphaléine, solution à 2 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Dispositif d'acétylation, comprenant un ballon d'acétylation, de capacité 100 ml, relié, par un joint rodé, à un tube en verre, d'au moins 1 m de longueur et de 10 mm environ de diamètre intérieur, servant de réfrigérant à air, et un bouchon en verre rodé s'adaptant au ballon.

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

1) Cette méthode est généralement connue sous le nom de « méthode de Fiore ».

6.2 Éprouvettes, de capacité 10 ml.

6.3 Éprouvettes, de capacité 50 ml.

6.4 Bain de glace fondante.

6.5 Bain d'eau, réglé à 40 ± 1 °C.

6.6 Bain d'eau bouillante.

6.7 Ampoule à décanter, de capacité minimale 250 ml.

6.8 Dispositif de saponification, comprenant un ballon en verre résistant aux alcalis, de capacité 250 ml, auquel peut s'adapter un réfrigérant à reflux.

6.9 Burettes étalonnées, de capacité 50 ml, graduées en 0,1 ml.

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, selon l'ISO/R 709.

8.3 Acétylation

Mesurer, à l'aide d'une éprouvette (6.2), 10 ml de l'échantillon pour essai et les introduire dans le ballon d'acétylation (6.1). Ajouter 20 ml de la diméthylaniline (5.2), mélanger soigneusement et refroidir dans le bain de glace fondante (6.4).

Ajouter ensuite, en maintenant le ballon dans le bain de glace fondante, 8 ml du chlorure d'acétyle (5.1) et 5 ml de l'anhydride acétique (5.3). Retirer le ballon du bain de glace fondante et le laisser à la température ambiante durant 30 min. Le placer ensuite dans le bain d'eau (6.5) maintenu à une température de 40 ± 1 °C, et l'y laisser séjourner 16 h.

Laisser refroidir à la température ambiante et verser le liquide dans l'ampoule à décanter (6.7). Laver ensuite l'huile acétylée de la façon suivante :

a) deux fois avec 75 ml de la solution de sulfate de sodium (5.5);

b) au moins cinq fois avec des fractions de 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.6), jusqu'à l'obtention de liquides de lavage exempts de diméthylaniline¹⁾;

c) deux fois avec 25 ml de la solution d'hydrogéné-carbonate de sodium (5.7);

d) deux fois avec 25 ml de la solution de sulfate de sodium (5.5).

Agiter énergiquement durant 30 s après chaque addition et laisser décanter jusqu'à la séparation nette en deux couches. Au cours de la dernière décantation, vérifier la neutralité de la couche aqueuse avec du papier de tournesol (5.11).

Transvaser la couche huileuse dans une fiole, sécher sur du sulfate de magnésium ou du sulfate de sodium anhydre (5.4), et filtrer.

8.4 Détermination de l'indice d'ester après acétylation

Déterminer l'indice d'ester selon l'ISO/R 709.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en alcools libres, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{M(I.E._2 - I.E._1)}{561 - 0,42 I.E._2}$$

La teneur en alcools combinés, exprimée en pourcentage en masse, peut être calculée à partir de l'indice d'ester, à l'aide de la formule

$$\frac{M \times I.E._1}{561}$$

La teneur en alcools totaux, exprimée en pourcentage en masse, est égale à la somme des deux pourcentages précédents.

Dans les formules précédentes,

M est la masse molaire de l'alcool de référence, indiqué dans la Norme Internationale relative à l'huile essentielle analysée;

$I.E._1$ est l'indice d'ester de l'huile essentielle avant acétylation (8.2), calculé conformément aux prescriptions de l'ISO/R 709;

$I.E._2$ est l'indice d'ester de l'huile essentielle après acétylation (8.4), calculé conformément aux prescriptions de l'ISO/R 709.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. 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 le résultat.

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

1) Vérifier l'absence de diméthylaniline par l'essai suivant : dans 15 ml de liquide de lavage chlorhydrique, ajouter 2 gouttes d'une solution saturée de permanganate de potassium. Agiter énergiquement. Une coloration jaune orangé apparaissant en moins de 15 s indique la présence de diméthylaniline.