NORME INTERNATIONALE

ISO 17059

Deuxième édition
2019-07

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)

Oilseeds — Extraction of oil and preparation of methyl esters of triglyceride fatty acids for analysis by gas chromatography (rapid method)

Numéro de référence
ISO 17059:2019(F)

© ISO 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 **6**

© ISO 2019 – Tous droits réservés

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.

 © ISO 2019 – Tous droits réservés

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 5509:2000[1)] 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 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).

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

© ISO 2019 – Tous droits réservés

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.

© ISO 2019 – Tous droits réservés