
Norme internationale 5504

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

Graines oléagineuses et tourteaux — Dosage des isothiocyanates et de la vinylthiooxazolidone

Oilseeds and oilseed residues — Determination of isothiocyanates and vinyl thiooxazolidone

Première édition — 1983-09-01

CDU 665.117 : 543.422 : 547.491 : 547.78

Réf. n° : ISO 5504-1983 (F)

Descripteurs : produit agricole, oléagineux, tourteau, analyse chimique, dosage.

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 5504 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne, R. F.	Inde	Royaume-Uni
Brésil	Irlande	Tchécoslovaquie
Chili	Israël	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Kenya	URSS
Éthiopie	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
France	Pologne	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Canada
Pays-Bas

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

Graines oléagineuses et tourteaux — Dosage des isothiocyanates et de la vinylthiooxazolidone

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage des isothiocyanates (ITC) et de la vinyl-5 thiooxazolidone (VTO) provenant de l'hydrolyse enzymatique des glucosinolates, dans les graines oléagineuses de colza (*Brassica napus*) et de navette (*Brassica rapa*) et leurs tourteaux.

Dans les conditions opératoires décrites, cette méthode ne permet pas de déterminer les isothiocyanates et la vinylthiooxazolidone libres.

Elle donne également, en annexe, une méthode de dosage des isothiocyanates par argentimétrie, susceptible d'être substituée à la méthode par chromatographie en phase gazeuse, par accord entre les parties. Cette dernière méthode n'est cependant pas applicable aux graines et tourteaux de colza et de navette ayant une faible teneur en glucosinolates.

2 Références

ISO 659, *Graines oléagineuses — Détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile».*

ISO 664, *Graines oléagineuses — Réduction des échantillons pour laboratoire en échantillons pour analyse.*

ISO 734, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile».*

3 Principe

Après délipidation, si nécessaire, et déshydratation des graines ou du tourteau, hydrolyse enzymatique des glucosinolates, puis extraction des isothiocyanates par le dichlorométhane ou le chloroforme et de la vinylthiooxazolidone par l'oxyde diéthylique.

Détermination des ITC par chromatographie en phase gazeuse et de la VTO par spectrophotométrie dans l'ultraviolet.

4 Réactifs

Les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

4.1 Réactifs pour le dosage des ITC

4.1.1 **Dichlorométhane**, ou, à défaut, **chloroforme**.

4.1.2 ***n*-Hexane**, ou, à défaut, **éther de pétrole** (intervalle de distillation 40 à 60 °C).

4.1.3 **Solution tampon**, de pH 7, du commerce ou, par exemple, une solution préparée comme suit :

Verser 35,3 ml d'une solution d'acide citrique monohydraté ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) à 0,1 mol/l (solution à 21,01 g/l) dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter au trait repère avec une solution d'hydrogène-orthophosphate disodique dihydraté ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$) à 0,2 mol/l (solution à 35,61 g/l). Vérifier le pH et l'ajuster éventuellement.

4.1.4 **Support enzymatique**, préparé à partir de graines de moutarde blanche (*Sinapis alba* L.)¹⁾

Broyer finement les graines de moutarde blanche de façon que 80 % au moins de la mouture passent au travers d'un tamis de 280 µm d'ouverture de maille.

Procéder ensuite à une délipidation de la mouture obtenue au moyen d'hexane ou, à défaut, d'éther de pétrole (4.1.2), à froid, en effectuant l'extraction par une méthode permettant de délipider jusqu'à obtention d'un produit ne contenant pas plus de 2 % d'huile, sans que la température dépasse 30 °C, par exemple avec un appareil de type Soxhlet à double paroi, ou en procédant à des extractions par broyage dans l'hexane à l'aide d'un microbroyeur refroidi par un courant d'eau. Éliminer les traces de solvant à température ambiante, en utilisant, de préférence, un léger courant d'air.

Conserver le support enzymatique ainsi obtenu à 4 °C et obligatoirement dans un flacon de verre hermétiquement

1) Utiliser des semences dont plus de 85 % des graines germent en moins de 72 h et ayant moins de 2 ans d'âge.

fermé. Dans ces conditions, celui-ci se conserve environ 6 semaines; il est cependant préférable d'employer un support enzymatique fraîchement préparé.

Il est conseillé d'effectuer un essai à blanc pour s'assurer que le support enzymatique ne contient pas d'ITC en quantité suffisante pour modifier significativement les résultats.

4.1.5 Isothiocyanate de butyle, solution étalon.

Préparer une solution à 0,500 g/l d'isothiocyanate de butyle dans le dichlorométhane ou le chloroforme (4.1.1). La conserver à 4 °C.

Cette solution peut être diluée si la teneur présumée en isothiocyanates est faible.

4.1.6 Gaz pour la chromatographie en phase gazeuse.

Gaz vecteur : azote soigneusement desséché et contenant moins de 10 mg d'oxygène par kilogramme.

Gaz auxiliaires : hydrogène et air.

4.2 Réactifs pour le dosage de la VTO

4.2.1 Oxyde diéthylique, de qualité pour spectrophotométrie.

4.2.2 Antimousse, par exemple octanol-2.

4.2.3 Solution tampon, de pH 7 (voir 4.1.3).

4.2.4 Support enzymatique (voir 4.1.4).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

5.1 Appareillage pour la préparation de l'échantillon pour essai et la déshydratation de la prise d'essai

5.1.1 Tamis, de 280 µm d'ouverture de maille.

5.1.2 Appareillage nécessaire à la délipidation selon l'ISO 659 ou l'ISO 734, si nécessaire.

5.1.3 Broyeur.

5.1.4 Dessiccateur.

5.1.5 Balance analytique.

5.1.6 Étuve électrique, réglable à 103 ± 2 °C.

5.1.7 Fiole conique, de 25 ml de capacité.

5.2 Appareillage pour le dosage des ITC

5.2.1 Chromatographe, avec détecteur à ionisation de flamme et enregistreur, équipé par exemple d'une colonne de 2 m de longueur, de 3,2 mm de diamètre extérieur et de 2 mm de diamètre intérieur, rempli avec 10 % de succinate de diéthylène glycol (DEGS) sur GAS/CHROM P 150 à 180 µm (80 à 100 mesh) (traité à l'hexaméthylsilazane).

5.2.2 Système agitateur-secoueur pour fioles coniques, ou agitateur magnétique.

5.2.3 Microseringue, de 1 µl de capacité.

5.2.4 Pipettes, de 5 et 10 ml de capacités.

5.3 Appareillage pour le dosage de la VTO

5.3.1 Spectrophotomètre, de préférence avec enregistreur, approprié aux mesurages dans l'ultraviolet, équipé de cuves en silice de 10 mm de parcours optique.

5.3.2 Système agitateur-secoueur pour fioles coniques, ou agitateur magnétique.

5.3.3 Fioles coniques, de 100 et 200 ml de capacités.

5.3.4 Fioles jaugées à un trait, de 25 et 100 ml de capacités.

5.3.5 Bécher, de 50 ml de capacité.

5.3.6 Ampoule à décanter, de 50 ml de capacité.

5.3.7 Pipette, de 1 ml de capacité.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

6.1.1 Cas des graines oléagineuses

Après réduction de l'échantillon pour laboratoire selon l'ISO 664, prélever environ 10 g de graines que l'on délipide en suivant le mode opératoire spécifié dans l'ISO 659. Après élimination du solvant, broyer, si nécessaire, de façon que 80 % au moins de la mouture obtenue passent au travers du tamis (5.1.1).

6.1.2 Cas des tourteaux

Une délipidation n'étant pas nécessaire en dessous d'une teneur en huile de 5 %, utiliser les tourteaux tels quels après broyage, si nécessaire, de façon que 80 % au moins de la mouture obtenue passent au travers du tamis (5.1.1).

Les résultats étant exprimés par rapport à l'échantillon délipidé, il est nécessaire de déterminer parallèlement la teneur en huile du tourteau en utilisant la méthode spécifiée dans l'ISO 734 ou toute autre méthode convenable.

Cependant, si la teneur en huile des tourteaux est supérieure à 5 % (tourteaux de pression), procéder sur 10 g de tourteaux à une délipidation en suivant le mode opératoire spécifié dans l'ISO 734. Puis, après élimination du solvant, broyer si nécessaire.

6.2 Dosage des ITC

6.2.1 Prise d'essai

Introduire environ 2,2 g de l'échantillon pour essai (6.1) dans une fiole conique de 25 ml (5.1.7) préalablement séchée, puis tarée à 1 mg près. La porter à l'étuve (5.1.6) réglée à 103 ± 2 °C, pendant au moins 8 h, et la laisser refroidir dans le dessiccateur (5.1.4) jusqu'à température ambiante.

NOTE — Effectuer simultanément la déshydratation de la prise d'essai pour le dosage de la VTO, dans le bécher, si cette analyse est demandée (voir 6.3.1).

Peser la fiole conique, à 1 mg près, et déterminer la masse de la prise d'essai délipidée éventuellement et séchée (environ 2 g).

6.2.2 Détermination

Ajouter à la prise d'essai 5 ml de la solution tampon (4.1.3), 0,25 g de support enzymatique (4.1.4) et 10 ml, prélevés à la pipette (5.2.4), de la solution étalon d'isothiocyanate de butyle (4.1.5), en utilisant une solution plus diluée, si nécessaire, de telle manière que la hauteur du pic de la solution étalon soit du même ordre que celle du pic le plus haut.

Agiter pendant 2 h, à la température du laboratoire, à l'aide du système agitateur-secoueur ou de l'agitateur magnétique (5.2.2). Laisser décanter ou centrifuger si nécessaire.

Prélever, à l'aide de la microsiringue (5.2.3), 1 µl de la phase au dichlorométhane ou au chloroforme, en évitant de prélever des particules en suspension, et l'injecter dans le chromatographe (5.2.1), réglé, par exemple, comme indiqué ci-après :

température de l'injecteur : 135 °C

température de la colonne : 90 °C

température du détecteur : 130 °C

pression ou débit du gaz vecteur : 80 kPa* ou débit de 20 à 30 ml/min.

L'ordre d'élution est le suivant :

isothiocyanate d'allyle,

isothiocyanate de butyle,

isothiocyanate de butényle,

isothiocyanate de pentényle.

NOTES

1 À titre indicatif, en utilisant comme phase stationnaire le succinate de diéthylène glycol (DEGS), les temps de rétention relatifs rapportés à l'isothiocyanate de butyle sont les suivants :

isothiocyanate d'allyle : 0,70

isothiocyanate de butényle : 1,45

isothiocyanate de pentényle : 2,45.

2 La solution injectée étant très corrosive, nettoyer immédiatement après utilisation la microsiringue à l'aide d'un solvant.

6.3 Dosage de la VTO

6.3.1 Prise d'essai

Introduire environ 2,2 g de l'échantillon pour essai (6.1) dans un bécher de 50 ml (5.3.5) préalablement séché puis taré à 1 mg près. Le porter à l'étuve (5.1.6) réglée à 103 ± 2 °C, pendant au moins 8 h, et le laisser refroidir dans le dessiccateur (5.1.4) jusqu'à température ambiante.

Peser le bécher, à 1 mg près, et déterminer la masse de la prise d'essai délipidée éventuellement et séchée (environ 2 g).

6.3.2 Détermination

Transvaser quantitativement la prise d'essai dans une fiole conique de 200 ml (5.3.3) et ajouter 70 ml de solution tampon (4.2.3) bouillante, dont une partie servira à rincer le bécher. Laisser refroidir jusqu'à environ 30 °C, puis ajouter 0,50 g de support enzymatique (4.2.4) et quelques gouttes d'un anti-mousse (4.2.2). Agiter pendant 2 h, à la température du laboratoire, à l'aide de l'agitateur-secoueur ou l'agitateur magnétique (5.3.2).

Transvaser aussitôt quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml (5.3.4) en rinçant avec de l'eau et compléter au trait repère avec de l'eau. Filtrer et récupérer le filtrat dans une fiole conique de 100 ml (5.3.3). Agiter modérément pendant 30 s et prélever à la pipette (5.3.7) 1 ml que l'on introduit dans une ampoule à décanter de 50 ml (5.3.6). Procéder à deux extractions de la VTO en utilisant chaque fois 10 ml d'oxyde diéthylique (4.2.1). Récupérer les phases étherées dans une fiole jaugée de 25 ml (5.3.4). Compléter au trait repère avec de l'oxyde diéthylique.

Déterminer la courbe d'absorption de 220 à 280 nm et soustraire la valeur de l'absorbance lue à 280 nm de celle lue au maximum d'absorbance qui se situe aux environs de 250 nm, pour obtenir l'absorbance de la prise d'essai.

Si les valeurs d'absorbances obtenues sortent des limites de l'appareil, procéder à une dilution adéquate avec de l'oxyde diéthylique.

6.3.3 Essai à blanc

Effectuer, dans les mêmes conditions, un essai à blanc en omettant la prise d'essai, afin de déterminer l'absorbance due au support enzymatique.

* 80 kPa = 0,8 bar

7 Expression des résultats

NOTE — En alimentation animale, les résultats sont généralement exprimés par rapport au produit tel quel. En conséquence, si une telle expression des résultats est souhaitée, effectuer les corrections nécessaires pour tenir compte de la teneur en eau et de la teneur en huile.

7.1 Teneur en ITC

La teneur en ITC, exprimée en milligrammes par gramme de matière sèche de l'échantillon délipidé¹⁾, est égale à

$$\frac{m_e}{115,19 \times S_e \times m} \left[(4/3 \times 99,15 \times S_a) + (4/4 \times 113,18 \times S_b) + (4/5 \times 127,21 \times S_p) \right]$$

$$= \frac{m_e}{S_e \times m} (1,15 S_a + 0,98 S_b + 0,88 S_p)$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai délipidée et séchée (6.2.1);

m_e est la masse, en milligrammes, d'isothiocyanate de butyle contenue dans 10 ml de solution (généralement 5 mg);

S_e est l'aire du pic correspondant à l'isothiocyanate de butyle;

S_a est l'aire du pic correspondant à l'isothiocyanate d'allyle;

S_b est l'aire du pic correspondant à l'isothiocyanate de butényle;

S_p est l'aire du pic correspondant à l'isothiocyanate de pentényle.

NOTE — Les valeurs 4/3, 4/4 et 4/5 sont les coefficients de réponse conventionnels des isothiocyanates.

7.2 Teneur en VTO

La teneur en VTO, exprimée en milligrammes par gramme de matière sèche de l'échantillon délipidé¹⁾, est égale à

$$(A_E - A_B) C_p \times 25 \times 100 \times \frac{1}{m} \times 10^{-3}$$

où

A_E est l'absorbance de la solution d'essai (6.3.2);

A_B est l'absorbance de la solution d'essai à blanc (6.3.3);

C_p est un facteur de conversion, en milligrammes par litre par unité d'absorbance, qui est égal à 8,20;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.3.1).

D'où la formule simplifiée

$$\frac{20,5 \times (A_E - A_B)}{m}$$

Tenir compte d'une dilution éventuelle de la solution d'essai.

8 Procès-verbal d'essai

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

1) Dans le cas des tourteaux non délipidés, il est nécessaire de tenir compte de la teneur en huile déterminée en 6.1.2.

Annexe

Dosage des isothiocyanates par argentimétrie

A.0 Introduction

Pour les laboratoires ne possédant pas d'appareil de chromatographie en phase gazeuse pour le dosage des ITC, il est recommandé d'utiliser la méthode par argentimétrie décrite ci-après qui a été comparée à la méthode par chromatographie en phase gazeuse, lors d'essais interlaboratoires effectués sur le plan international et dont les résultats se sont avérés comparables, à condition que la teneur en glucosinolatés soit suffisamment importante.

Il est cependant important de noter que l'expression des résultats est différente dans les deux méthodes; pour la chromatographie en phase gazeuse ils sont exprimés en milligrammes d'isothiocyanates détectés, tandis que pour l'argentimétrie ils sont exprimés conventionnellement en milligrammes d'isothiocyanate de butényle.

A.1 Principe

Après délipidation, si nécessaire, et déshydratation des graines ou du tourteau, hydrolyse enzymatique des glucosinolates, puis entraînement des ITC par distillation en présence d'éthanol, qui sont recueillis dans une solution d'ammoniaque diluée. Action du nitrate d'argent sur les dérivés de la thiourée ainsi formés.

Titrage en retour de l'excès de nitrate d'argent à l'aide d'une solution de thiocyanate d'ammonium.

A.2 Réactifs et produits

Les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

A.2.1 Éthanol, à 95 % (V/V).

A.2.2 Antimousse, par exemple octanol-2.

A.2.3 Acide nitrique, solution, $c(\text{HNO}_3) = 6 \text{ mol/l}$.

A.2.4 Ammoniaque, solution à 10 % (m/m).

A.2.5 Sulfate double d'ammonium et de fer(III), solution à 80 g/l.

A.2.6 Nitrate d'argent, solution titrée, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

A.2.7 Thiocyanate d'ammonium, solution titrée, $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

A.2.8 Solution tampon, de pH 4, du commerce ou, par exemple, la préparation suivante :

Dissoudre 42 g d'acide citrique monohydraté dans 1 l d'eau.

Amener à pH 4 avec une solution d'hydroxyde de sodium concentrée.

A.2.9 Support enzymatique, préparé à partir de graines de moutarde blanche (*Sinapis alba* L.) (voir 4.1.4).

A.2.10 Régularisateur d'ébullition.

A.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

A.3.1 Appareillage pour la préparation de l'échantillon pour essai et la déshydratation de la prise d'essai

Voir 5.1.

A.3.2 Appareillage pour le dosage des ITC

A.3.2.1 Étuve électrique, réglable à 25 °C ou à 40 °C.

A.3.2.2 Appareil à distillation, du type de celui représenté à la figure, comprenant en particulier :

- une fiole conique (a), de 500 ml de capacité;
- un ballon récepteur à fond rond (b), de 250 ml de capacité, ayant un trait repère à 70 ml.

A.3.2.3 Bain d'eau glacée.

A.3.2.4 Bain d'eau bouillante.

A.3.2.5 Fiole conique, de 100 ml de capacité.

A.3.2.6 Fiole jaugée à un trait, de 100 ml de capacité.

A.3.2.7 Pipettes, de 10 et 25 ml de capacités.

A.3.2.8 Papier filtre.

A.3.2.9 Réfrigérant à reflux, adaptable au ballon (b) de l'appareil à distillation (A.3.2.2).

A.4 Mode opératoire

A.4.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai comme décrit en 6.1.

A.4.2 Prise d'essai

Introduire environ 2,2 g de l'échantillon pour essai (A.4.1) dans la fiole conique préalablement séchée puis tarée à 1 mg près. La porter à l'étuve (5.1.6) réglée à 103 ± 2 °C, pendant au moins 8 h, et la laisser refroidir dans le dessiccateur (5.1.4) jusqu'à température ambiante.

Peser la fiole conique, à 1 mg près, et déterminer la masse de la prise d'essai délipidée éventuellement et séchée (environ 2 g).

A.4.3 Hydrolyse

Transvaser quantitativement la prise d'essai dans la fiole conique (a) de l'appareil à distillation (A.3.2.2) et ajouter 100 ml de solution tampon de pH 4 (A.2.8) dont une partie servira à rincer la fiole conique contenant la prise d'essai, puis ajouter 0,50 g de support enzymatique (A.2.9). Boucher la fiole et l'agiter modérément, puis la mettre dans l'étuve (A.3.2.1) pendant 16 h à 25 °C, ou 3 h à 40 °C. Pendant cette période, agiter la fiole à intervalles réguliers.

A.4.4 Préparation du ballon récepteur

Dans le ballon récepteur (b) de l'appareil à distillation (A.3.2.2), introduire 10 ml de la solution de nitrate d'argent (A.2.6) mesurés à la pipette (A.3.2.7) et 2,5 ml de la solution d'ammoniaque (A.2.4).

Adapter le ballon au réfrigérant de l'appareil à distillation et le mettre dans un bain d'eau glacée (A.3.2.3). L'extrémité du tube du réfrigérant doit plonger dans la solution de nitrate d'argent-ammoniaque.

A.4.5 Distillation

Laisser la fiole conique (voir A.4.3) refroidir à température ambiante, y introduire un régularisateur d'ébullition (A.2.10) et quelques gouttes d'un antimousse (A.2.2), puis l'adapter à l'appareil à distillation. Ajouter dans la fiole, à l'aide de l'entonnoir placé au-dessus du réfrigérant, 10 ml d'éthanol (A.2.1) ainsi que 3 ml d'éthanol dans le tube de sûreté du ballon récepteur.

Distiller lentement jusqu'à obtention d'un total de 70 ml de liquide dans le ballon récepteur.

A.4.6 Détermination

Retirer le ballon, y verser l'éthanol contenu dans le tube de sûreté. Mettre un réfrigérant à reflux (A.3.2.9) et chauffer le

ballon pendant 30 min dans un bain d'eau bouillante (A.3.2.4), puis le refroidir à l'eau froide.

Verser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml (A.3.2.6) le contenu du ballon en rinçant avec de l'eau et compléter au trait repère. Agiter et filtrer sur papier filtre. Prélever, à la pipette (A.3.2.7), 25 ml du filtrat que l'on introduit dans une fiole conique de 100 ml (A.3.2.5). Ajouter 1 ml de la solution d'acide nitrique (A.2.3) et 0,5 ml de la solution de sulfate double d'ammonium et de fer(III) (A.2.5) qui sert d'indicateur.

Titre l'excès de nitrate d'argent avec la solution de thiocyanate d'ammonium (A.2.7) jusqu'à obtention d'une coloration rosâtre stable.

A.4.7 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc sans mettre la prise d'essai, en suivant le même mode opératoire.

A.5 Expression des résultats

La teneur en ITC, exprimée en milligrammes d'isothiocyanate de butényle par gramme de matière sèche de l'échantillon délipidé,¹⁾ est égale à

$$\frac{4 (V_1 - V_2) \times c \times 56,59}{m}$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (A.4.2);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium, utilisé pour l'essai à blanc (A.4.7);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium, utilisé pour la détermination (A.4.6);

c est la concentration exacte de la solution de thiocyanate d'ammonium utilisée.

A.6 Procès-verbal d'essai

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

1) Dans le cas des tourteaux non délipidés, il est nécessaire de tenir compte de la teneur en huile déterminée en 6.1.2.

Dimensions en millimètres

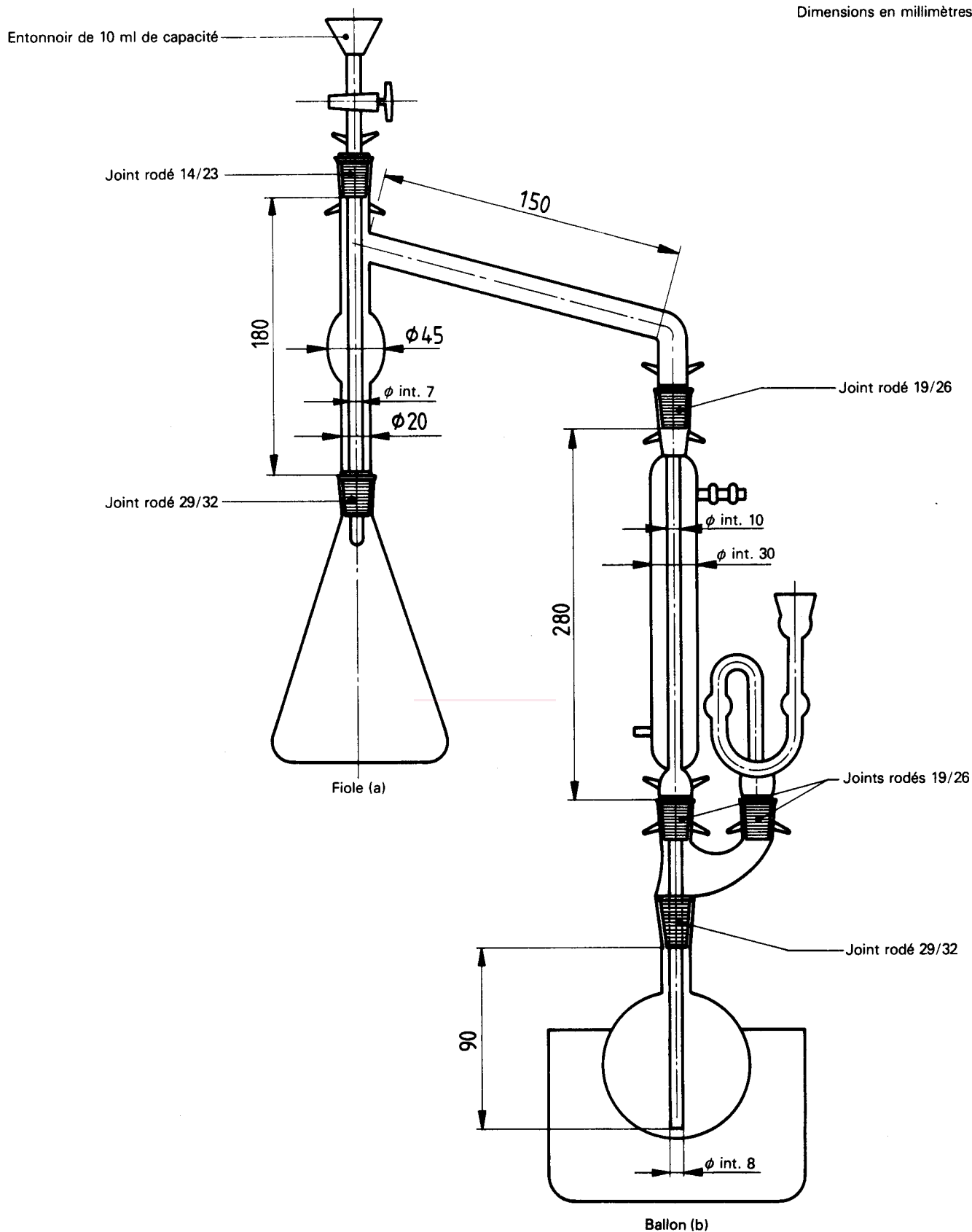


Figure — Exemple d'appareillage pour la distillation des isothiocyanates

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5504:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ad682bb-f63e-42e5-90b3-f1a7dce4b2be/iso-5504-1983>