

NORME
INTERNATIONALE

ISO
8968-1

FIL
20-1

Première édition
2001-12-15

**Lait — Détermination de la teneur en
azote —**

**Partie 1:
Méthode Kjeldahl**

*Milk — Determination of nitrogen content —
Part 1: Kjeldahl method*
(standards.iteh.ai)

ISO 8968-1:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/322d2340-7b00-4347-a1fa-f8e382f61d2a/iso-8968-1-2001>



Numéros de référence
ISO 8968-1:2001(F)
FIL 20-1:2001(F)

© ISO et FIL 2001

PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO et la FIL déclinent toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8968-1:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/322d2340-7b00-4347-a1fa-f8e382f61d2a/iso-8968-1-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/322d2340-7b00-4347-a1fa-f8e382f61d2a/iso-8968-1-2001>

© ISO et FIL 2001

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 soit de l'ISO soit de la FIL à l'adresse respective ci-après.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Fédération Internationale de Laiterie
41 Square Vergote • B-1030 Bruxelles
Tel. + 32 2 733 98 88
Fax + 32 2 733 04 13
E-mail info@fil-idf.org
Web www.fil-idf.org

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Référence normative	1
3 Terme et définition	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
9 Mode opératoire	4
9.1 Prise d'essai et prétraitement	4
9.2 Détermination	4
9.3 Essai à blanc	6
9.4 Essais de récupération	6
10 Calcul et expression des résultats	7
10.1 Calcul de la teneur en azote	7
10.2 Calcul de la teneur en matière azotée totale	8
11 Fidélité	8
11.1 Essai interlaboratoires	8
11.2 Répétabilité	8
11.3 Reproductibilité	8
12 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Mode opératoire modifié pour l'analyse d'autres produits laitiers lorsqu'une norme particulière n'existe pas pour ces produits	10
Bibliographie	12

ITeCh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 8968-1:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/322d2340-7b00-4347-a1fa->

<f8e382f61d2a/iso-8968-1-2001>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20 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.

La Norme internationale ISO 8968-1 | FIL 20-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

L'ISO 8968 | FIL 20 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait — Détermination de la teneur en azote*:

- *Partie 1: Méthode Kjeldahl*
- *Partie 2: Méthode de minéralisation en bloc (Méthode macro)*
- *Partie 3: Méthode de minéralisation en bloc (Méthode pratique semi-micro)*
- *Partie 4: Détermination de la teneur en azote non protéique*
- *Partie 5: Détermination de la teneur en azote protéique*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20 est donnée uniquement à titre d'information.

Avant-propos

La **FIL (Fédération internationale de laiterie)** est une fédération mondiale du secteur laitier avec un Comité National dans chacun de ses pays membres. Chaque Comité National a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO et avec l'AOAC International pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

Les projets de Normes internationales adoptés par les Équipes d'Action et les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux votants.

La Norme internationale ISO 8968-1|FIL 20-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO/FIL/AOAC, *Composés azotés*, du Comité permanent chargé des *Composants principaux du lait*, sous la conduite de son chef de projet, M. D.M. Barbano (États-Unis d'Amérique).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 8968-1:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/322d2340-7b00-4347-a1fa-f8e382f61d2a/iso-8968-1-2001>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8968-1:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/322d2340-7b00-4347-a1fa-f8e382f61d2a/iso-8968-1-2001>

Lait — Détermination de la teneur en azote —

Partie 1: Méthode Kjeldahl

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20 peut impliquer l'utilisation de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. La présente Norme internationale ne prétend pas aborder tous les risques liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques appropriées d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité de restrictions réglementaires locales.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20 spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en azote du lait liquide, entier ou écrémé, selon le principe de Kjeldahl.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20, le terme et la définition suivants s'appliquent.

3.1

teneur en azote

rapport de masse d'azote, déterminé par le mode opératoire décrit dans la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20

NOTE La teneur en azote est exprimée sous forme de pourcentage en masse.

4 Principe

Minéralisation d'une prise d'essai avec un mélange d'acide sulfurique concentré et de sulfate de potassium, en utilisant du sulfate de cuivre(II) comme catalyseur pour convertir ainsi l'azote organique présent en sulfate d'ammonium. (La fonction du sulfate de potassium est d'élever le point d'ébullition de l'acide sulfurique et de permettre d'obtenir un mélange oxydant plus fort pour la minéralisation.) Addition d'hydroxyde de sodium excédentaire au minéralisat refroidi pour libérer de l'ammoniac. Distillation de l'ammoniac libéré dans un excédent de solution d'acide borique, puis titrage en utilisant de l'acide chlorhydrique. Calcul de la teneur en azote à partir de la quantité d'ammoniac produite.

5 Réactifs

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Sulfate de potassium (K_2SO_4), exempt d'azote.

5.2 Solution de sulfate de cuivre(II), $c(CuSO_4) = 5,0$ g par 100 ml.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 5,0 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) dans de l'eau. Diluer jusqu'au repère avec de l'eau, puis mélanger.

5.3 Acide sulfurique (H_2SO_4), avec un rapport de masse compris entre 95 % et 98 %, sans azote ($\rho_{20} =$ environ 1,84 g/ml).

5.4 Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), exempte d'azote, contenant 50 g d'hydroxyde de sodium par 100 g de solution.

5.5 Solution indicatrice.

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans de l'éthanol à 95 % (rapport de volume) et diluer à 50 ml avec de l'éthanol. Dissoudre 0,5 g de vert de bromocrésol dans de l'éthanol à 95 % (rapport de volume) et diluer à 250 ml avec de l'éthanol. Mélanger une dose de la solution de rouge de méthyle à cinq doses de la solution de vert de bromocrésol ou combiner et mélanger l'ensemble des deux solutions.

5.6 Solution d'acide borique, $c(H_3BO_3) = 40,0$ g/l.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 40,0 g d'acide borique dans 1 litre d'eau chaude. Laisser refroidir la fiole et son contenu à 20 °C. Compléter au volume avec de l'eau, ajouter 3 ml de la solution indicatrice (5.5) et mélanger. Conserver la solution, qui doit être orange clair, dans une bouteille en verre de borosilicate. Durant le stockage, protéger la solution de la lumière et des sources de vapeurs d'ammoniac.

En cas de titrage électronique du pH avec point final, l'ajout de la solution indicatrice à la solution d'acide borique peut être omis. D'autre part, le changement de couleur peut aussi servir à contrôler le mode opératoire de titrage.

5.7 Solution volumétrique standard d'acide chlorhydrique, $c(HCl) = (0,1 \pm 0,000 5)$ mol/l.

Il est recommandé d'acheter ce matériau déjà prénormalisé, répondant à ces spécifications.

NOTE Souvent, les erreurs systématiques (qui peuvent être évitées) introduites par un analyste qui dilue un acide concentré, puis détermine la molarité de l'acide, peuvent diminuer la reproductibilité de la méthode. Il convient que l'analyste n'utilise pas de solution de titrage de concentration supérieure à 0,1 mol/l car cela réduirait le volume total de titrage par échantillon, et l'incertitude de lecture de la burette représenterait un pourcentage plus élevé de la valeur. Cela aura un impact négatif sur la répétabilité et la reproductibilité de la méthode. Les mêmes problèmes se posent, avec le risque d'erreurs supplémentaires, lorsqu'un autre acide (par exemple l'acide sulfurique) est substitué à l'acide chlorhydrique. Ces substitutions ne sont donc pas recommandées.

5.8 Sulfate d'ammonium $[(NH_4)_2SO_4]$, ayant une pureté minimale de 99,9 % (rapport de masse) sur matière sèche.

Immédiatement avant l'emploi, sécher le sulfate d'ammonium à $102 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ pendant au moins 2 h. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

5.9 Tryptophane ($C_{11}H_{12}N_2O_2$) ou **hydrochlorure de lysine** ($C_6H_{15}ClN_2O_2$), ayant une pureté minimale de 99,9 % (rapport de masse).

Ne pas sécher ces réactifs dans une étuve avant l'emploi.

5.10 Saccharose, dont la teneur en azote est inférieure à 0,002 % (fraction massique).

Ne pas sécher la saccharose dans une étuve avant l'emploi.

6 Appareillage

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

6.1 Bain d'eau, pouvant être maintenu à une température de $38\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

6.2 Ballons de Kjeldahl, d'une capacité de 500 ml ou 800 ml.

6.3 Balance analytique, permettant de peser à 0,1 mg près.

6.4 Corps facilitant l'ébullition, par exemple pierre ponce incandescente, poussière de zinc, pièces de porcelaine dures ou granules d'alundon amphotères (carbarundon) lisses, d'une pureté élevée et d'une taille de mailles de 10.

Ne pas réutiliser ces corps.

NOTE Des billes de verre d'environ 5 mm de diamètre sont parfois utilisées, mais celles-ci peuvent être moins efficaces pour l'ébullition que les granules d'alundon, et des problèmes de formation de mousse pendant la minéralisation risquent davantage de se poser avec les billes de verre.

6.5 Burette ou **pipette automatique**, permettant d'obtenir des doses de 1,0 ml de solution de sulfate de cuivre (5.2).

6.6 Éprouvettes graduées, d'une capacité de 50 ml, 100 ml et 500 ml.

6.7 Appareil de minéralisation pour maintenir les ballons de Kjeldahl (6.2) en position inclinée (à environ 45°), pourvu de résistances électriques ou de bords à gaz ne chauffant pas les ballons au-delà du niveau de leur contenu, ainsi que d'un système d'évacuation des fumées.

Il convient que la source chauffante soit réglable pour permettre de contrôler le réglage maximal de l'élément chauffant à appliquer durant la minéralisation. Préchauffer la source chauffante au réglage de l'élément chauffant à évaluer. La durée de préchauffage doit être de 10 min dans le cas d'un bec à gaz et de 30 min dans le cas d'un élément chauffant électrique. Déterminer, pour chacun des éléments chauffants, le réglage qui permet de porter à ébullition 250 ml d'eau et 5 à 10 corps facilitant l'ébullition (en partant d'une température initiale de 25 °C) en 5 min à 6 min. Ce réglage correspond au réglage maximal de l'élément chauffant à appliquer durant la minéralisation.

6.8 Appareil de distillation, en verre de borosilicate ou autre matière appropriée, pouvant être équipé d'un ballon de Kjeldahl (6.2), se composant d'une tête antiprojections efficace, relié à un condenseur efficace avec tube intérieur droit et un tube d'écoulement fixé à son extrémité inférieure.

Le tubage de connexion et le(s) bouchon(s) doivent être étanches et de préférence en néoprène.

6.9 Fioles coniques, d'une capacité de 500 ml, graduées tous les 200 ml.

6.10 Burette, d'une capacité de 50 ml, graduée au moins tous les 0,01 ml, conformes aux exigences de l'ISO 385, classe A.

Il est également possible d'utiliser une burette automatique satisfaisant aux mêmes exigences.

6.11 Dispositif de titrage automatique pourvu d'un pH-mètre.

Il convient que le pH-mètre soit correctement étalonné dans la gamme de pH 4 à pH 7 selon les méthodes normales d'étalonnage du pH en laboratoire.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 707.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif et n'ayant pas été endommagé ou modifié durant le transport ou le stockage.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Chauffer l'échantillon pour essai dans le bain d'eau (6.1) réglé à 38 °C. Bien mélanger, mais délicatement, au moyen de retournements répétés du récipient, sans causer ni mousse ni barattage. Laisser refroidir l'échantillon à température ambiante immédiatement avant de peser la prise d'essai (9.1).

NOTE Si l'on souhaite appliquer cette méthode à des produits laitiers autres que le lait, voir l'annexe A pour des recommandations sur la taille de l'échantillon pour essai.

9 Mode opératoire

9.1 Prise d'essai et prétraitement

Introduire dans le ballon de Kjeldahl (6.2) propre et sec de 5 à 10 corps facilitant l'ébullition (6.4), 15,0 g de sulfate de potassium (5.1), 1,0 ml de solution de sulfate de cuivre(II) (5.2), environ 5 ml \pm 0,1 ml de l'échantillon pour essai préparé (article 8), pesé à 0,1 mg près, et 25 ml d'acide sulfurique (5.3). À cet effet, utiliser l'acide sulfurique pour entraîner tout résidu de la solution de sulfate de cuivre(II), du sulfate de potassium ou de la prise d'essai restant sur le col du ballon. S'il reste un peu de minéralisat brûlé sur le col, rincer avec une petite quantité d'eau. Mélanger doucement le contenu du ballon de Kjeldahl.

NOTE Si l'on souhaite appliquer cette méthode à des produits laitiers autres que le lait, voir l'annexe A pour des recommandations sur la taille de la prise d'essai.

9.2 Détermination

9.2.1 Minéralisation

Brancher le système d'évacuation des fumées de l'appareil de minéralisation (6.7) avant de commencer la minéralisation. Chauffer le ballon de Kjeldahl et son contenu (9.1) sur l'appareil de minéralisation en réglant l'élément chauffant sur une température suffisamment basse pour que le minéralisat brûlé ne déborde pas en moussant par le col du ballon de Kjeldahl. Effectuer la minéralisation à ce réglage de l'élément chauffant jusqu'à ce que de la fumée blanche apparaisse dans le ballon au bout d'environ 20 min. Augmenter le réglage de l'élément chauffant jusqu'à une position correspondant à la moitié du réglage maximal déterminé en 6.7 et continuer le chauffage pendant 15 min. Au terme des 15 min, augmenter le chauffage jusqu'au réglage maximal déterminé en 6.7. Une fois que le minéralisat s'est éclairci (il devient transparent avec une coloration bleu clair à vert), continuer à faire bouillir le contenu pendant 1 h à 1,5 h au réglage maximal. Si le liquide ne bout pas, il est possible que le réglage final du bec à gaz soit trop faible. La durée totale de la minéralisation sera comprise entre 1,8 h et 2,25 h.

Pour déterminer le temps d'ébullition spécifique nécessaire pour les conditions d'analyse du lait dans un laboratoire particulier utilisant un ensemble bien défini d'appareils, sélectionner un échantillon de lait à haute teneur en protéines et en matières grasses et déterminer sa teneur en protéines en appliquant différents temps d'ébullition (de 1 h à 1,5 h) après l'éclaircissement. Le résultat moyen de la teneur en protéines augmente avec le temps d'ébullition, se stabilise, puis diminue quand le temps d'ébullition est trop long. Choisir le temps d'ébullition qui permet d'obtenir la teneur maximale en protéines.

Au terme de la minéralisation, le minéralisat doit être transparent et exempt de matière non digérée. Laisser refroidir le minéralisat à température ambiante dans des flacons ouverts pendant environ 25 min. Si les ballons refroidissent sur les becs encore chauds, le temps pour atteindre la température ambiante sera plus long. À la fin

de cette période de refroidissement de 25 min, il convient que le minéralisat refroidi soit complètement liquide ou liquide avec quelques petits cristaux au fond du ballon. Ne pas laisser le minéralisat non dilué dans les ballons pendant toute une nuit. En effet, le minéralisat non dilué peut se cristalliser lors de cette période et il sera ensuite très difficile de le remettre en solution.

NOTE La cristallisation excessive au bout de 25 min est le résultat d'une perte d'acide trop importante au cours de la minéralisation et risque de donner des valeurs d'essai faibles. Cette perte d'acide est causée par une aspiration excessive des fumées ou par une minéralisation trop longue due à un réglage maximal incorrect du bec.

Ajouter 300 ml d'eau dans les ballons de Kjeldahl de 500 ml, ou 400 ml d'eau dans les ballons de Kjeldahl de 800 ml, en utilisant également l'eau pour éliminer tout résidu sur le col des ballons. Mélanger complètement le contenu en s'assurant que tous les cristaux qui se sont formés sont dissous. Ajouter de 5 à 10 corps facilitant l'ébullition (6.4). Laisser le mélange refroidir à température ambiante avant de procéder à la distillation. Les minéralisats dilués peuvent être conservés dans des fioles bouchées et utilisés ultérieurement pour la distillation.

9.2.2 Distillation

Faire circuler l'eau du condenseur pour l'appareil de distillation (6.8). Ajouter 75 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.4) au minéralisat dilué (9.2.1) en versant délicatement la solution dans le col incliné du ballon de Kjeldahl, de façon à former une couche au fond du bulbe du ballon. Il convient que l'interface entre les deux solutions soit nette. Pour réduire le risque de perte d'ammoniac, relier le ballon de Kjeldahl à l'appareil de distillation (6.8) immédiatement après l'adjonction de la solution d'hydroxyde de sodium dans le ballon. La pointe du tube d'écoulement du condenseur est plongée dans 50 ml de la solution d'acide borique (5.6) contenue dans une fiole conique (6.9). Agiter vigoureusement par un mouvement de rotation le ballon de Kjeldahl jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de couches de solution séparées visibles dans le ballon. Placer le ballon sur le bec et mettre en marche le bec à un réglage suffisamment élevé pour porter le mélange à ébullition. Continuer la distillation jusqu'à ce qu'une ébullition irrégulière (ébullition pulsatoire) commence, puis déconnecter immédiatement le ballon de Kjeldahl et arrêter le chauffage. Arrêter l'eau du condenseur. Rincer à l'eau l'intérieur et l'extérieur de l'extrémité du tube d'écoulement, recueillir l'eau de rinçage dans la fiole conique et mélanger.

Le débit de distillation doit permettre de recueillir environ 150 ml de distillat avant que ne commence l'ébullition irrégulière (ébullition pulsatoire). Le volume total contenu dans la fiole conique sera d'environ 200 ml. Si le volume de distillat recueilli est inférieur à 150 ml, il est probable qu'une quantité d'eau inférieure à 300 ml a été ajoutée pour diluer le minéralisat. L'efficacité du condenseur doit être telle que la température du contenu de la fiole conique ne dépasse pas 35 °C pendant la distillation en cas d'utilisation d'un point final de titrage colorimétrique.

9.2.3 Titrage

Titrer le contenu de la fiole conique (9.2.2) avec l'acide chlorhydrique (5.7) à l'aide d'une burette (6.5). Le point final de titrage est atteint à la première trace de rose dans le contenu. Estimer la lecture de la burette à 0,05 ml près. Une plaque agitatrice magnétique éclairée peut faciliter la visualisation du point final de titrage.

Il est également possible de titrer le contenu de la fiole conique (9.2.2) avec l'acide chlorhydrique (5.7) au moyen d'un dispositif de titrage automatique étalonné équipé d'un pH-mètre (6.11). Le point final de titrage est atteint au pH 4,6, qui correspond au point le plus haut de la courbe de titrage (point d'inflexion). Lire la quantité de solution titrée utilisée sur le dispositif de titrage automatique.

NOTE 1 La première trace de rose est observée entre pH 4,6 et pH 4,3 pour le système indicateur et la solution d'acide borique à 4 % spécifiée dans la présente méthode. En pratique, la variation du pH en fonction de l'ajout d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l est très rapide dans cette gamme de pH. Il faut environ 0,05 ml d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l pour changer le pH de 0,3 unité dans la gamme de pH comprise entre 4,6 et 4,3 dans ce système.

NOTE 2 Les statistiques intralaboratoires et interlaboratoires concernant cette méthode ont été déterminées à l'aide d'un titrage à point final colorimétrique. La comparaison entre les résultats d'essai, y compris ceux des essais à blanc, obtenus avec un point final de pH 4,6 et les résultats d'un titrage à point final colorimétrique a montré que, statistiquement, aucune différence significative n'était démontrable entre ces résultats.