



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 16634.2

ISO/TC 34

Secrétariat: MSZT

Début de vote:
2006-05-11

Vote clos le:
2006-07-11

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

Céréales, légumineuses, produits céréaliers de mouture, graines oléagineuses et aliments des animaux — Détermination de la teneur en azote total par combustion selon le principe Dumas et calcul de la teneur en protéines brutes

Cereals, pulses, milled cereal products, oilseeds and animal feeding stuffs — Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas principle and calculation of the crude protein content

ICS 65.120; 67.060; 67.200

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 16634.2](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3078e168-96ca-46eb-9714-390cdeeb4a9c/iso-dis-16634-2)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3078e168-96ca-46eb-9714-390cdeeb4a9c/iso-dis-16634-2>

ENQUÊTE PARALLÈLE ISO/CEN

Le Secrétaire général du CEN a informé le Secrétaire général de l'ISO que le présent ISO/DIS couvre un sujet présentant un intérêt pour la normalisation européenne. **Conformément au mode de collaboration sous la direction de l'ISO, tel que défini dans l'Accord de Vienne, une consultation sur cet ISO/DIS a la même portée pour les membres du CEN qu'une enquête au sein du CEN sur un projet de Norme européenne.** En cas d'acceptation de ce projet, un projet final, établi sur la base des observations reçues, sera soumis en parallèle à un vote de deux mois sur le FDIS au sein de l'ISO et à un vote formel au sein du CEN.

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

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 décline 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. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 16634.2](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3078e168-96ca-46eb-9714-390cdeeb4a9c/iso-dis-16634-2)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3078e168-96ca-46eb-9714-390cdeeb4a9c/iso-dis-16634-2>

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées 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 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
9 Mode opératoire	5
9.1 Généralités	5
9.2 Prise d'essai	5
9.3 Contrôle du besoin en oxygène	5
9.4 Étalonnage	5
9.5 Dosage	6
9.6 Détection et intégration	6
10 Calcul et expression des résultats	6
10.1 Calcul	6
10.1.1 Teneur en azote	6
10.1.2 Teneur en protéines brutes	7
10.2 Expression des résultats	7
11 Fidélité	7
11.1 Essais interlaboratoires	7
11.2 Répétabilité	7
11.3 Reproductibilité	8
12 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Organigramme élémentaire d'un appareil de Dumas	9
Annexe B (informative) Schéma d'appareils de Dumas appropriés	10
Annexe C (informative) Étalonnage du matériel	13
C.1 Étalonnage des composés	13
C.2 Exemples pour le calcul de l'estimation du besoin en oxygène	13
C.2.1 Exemple 1	13
C.2.2 Exemple 2	14
Annexe D (informative) Facteurs de conversion pour obtenir la teneur en protéines à partir de la teneur en azote	15
Annexe E (informative) Résultat des essais interlaboratoires	16
E.1 Généralités	16
E.2 Abréviations	16
E.3 Données de fidélité	17
Annexe F (informative) Rapport entre l'azote Dumas et l'azote Kjeldahl	29
Bibliographie	35

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 2.

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 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.

L'ISO 16634.2 a été élaborée par l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, en collaboration avec le CEN/TC 327, *Aliments des animaux - Méthodes d'échantillonnage et d'analyse*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3078e168-96ca-46eb-9714-390cdeeb4a9c/iso-dis-16634-2>

Introduction

Longtemps, la méthode Kjeldahl a été la méthode la plus fréquemment utilisée pour la détermination de la teneur en protéines des produits alimentaires. Cependant, au cours des dernières années, elle a de plus en plus souvent été remplacée par la méthode de Dumas qui est plus rapide et n'utilise pas de produits chimiques dangereux. Bien que les principes des deux méthodes soient différents, toutes deux mesurent le teneur en azote du produit. Il est possible de convertir l'azote pour obtenir la teneur en protéines à l'aide d'un facteur approprié. La valeur de ce facteur varie avec les quantités relatives des différentes protéines et leur composition en acides aminés dans le produit donné.

Ni la méthode de Dumas ni la méthode Kjeldahl ne distinguent l'azote protéique de l'azote non protéique. Dans la plupart des cas, les résultats obtenus avec la méthode de Dumas sont légèrement supérieurs à ceux produits par la méthode Kjeldahl. En effet, la méthode de Dumas mesure presque tout l'azote non protéique alors que la méthode Kjeldahl n'en mesure qu'une partie.

Compte tenu du fait que la teneur en protéines d'un produit calculée à l'aide des deux méthodes ne fait que se rapprocher de la valeur vraie, il appartient de décider laquelle est acceptée. La solution la plus appropriée consiste à utiliser un second facteur afin d'éliminer l'erreur systématique causée par la teneur en azote non protéique des différents produits. Néanmoins, ce second facteur doit être déterminé pour chaque produit, tout comme les facteurs existants qui présentent le rapport de la teneur en protéines en fonction de la teneur en azote.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 16634.2](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3078e168-96ca-46eb-9714-390cdeeb4a9c/iso-dis-16634-2)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3078e168-96ca-46eb-9714-390cdeeb4a9c/iso-dis-16634-2>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/DIS 16634.2

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3078e168-96ca-46eb-9714-390cdeeb4a9c/iso-dis-16634-2>

Céréales, légumineuses, produits céréaliers de mouture, graines oléagineuses et aliments des animaux — Détermination de la teneur en azote total par combustion selon le principe Dumas et calcul de la teneur en protéines brutes

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en azote total et le calcul de la teneur en protéines brutes des céréales, des légumineuses, des produits céréaliers de mouture, des graines oléagineuses et des aliments pour animaux.

Cette méthode, comme la méthode Kjeldahl, ne distingue pas l'azote protéique de l'azote non protéique. Divers facteurs de conversion sont utilisés pour le calcul de la teneur en protéines (voir l'Annexe D).

Cette méthode ne s'applique pas au lait et aux produits laitiers, pour lesquels une méthode est spécifiée dans l'ISO 14891 | IDF 185.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

[ISO/DIS 16634.2](#)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour des 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 665, Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.

ISO 712, Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau — Méthode de référence pratique.

ISO 771, Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.

ISO 6496, Aliments des animaux — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.

ISO 6498, Aliments des animaux — Préparations des échantillons pour essai.

ISO 6540, Maïs — Détermination de la teneur en eau (sur grains broyés et sur grains entiers).

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

teneur en azote

fraction massique de l'azote total, déterminée selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en azote est exprimée en g pour 100 g.

3.2 teneur en protéines brutes

teneur en azote (3.1) multipliée par un facteur, généralement égal à 6,25

NOTE 1 Le facteur 5,7 peut être utilisé pour le blé, le seigle et leurs produits de mouture.

NOTE 2 Une liste d'autres facteurs pouvant être utilisés selon les différents produits est donnée à l'Annexe D.

NOTE 3 Étant donné que la méthode utilise les mêmes facteurs que la méthode Kjeldahl, le recours à ces facteurs doit être vérifié en raison de la légère différence dans les résultats obtenus avec les méthodes Kjeldahl et de Dumas.

4 Principe

Combustion des échantillons dans un tube à combustion. Élimination de tous les composants interférents du mélange gazeux obtenu. Transformation en azote moléculaire des composés azotés du mélange gazeux ou d'une partie représentative de ceux-ci. Dosage quantitatif au moyen d'un détecteur à conductivité thermique. Calcul sur système informatique de la teneur en azote de l'échantillon.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue ou des réactifs d'une pureté équivalente selon les spécifications des fabricants d'appareils. À l'exception des matériaux de référence (5.12), aucun réactif ne doit contenir d'azote.

5.1 **Gaz vecteur(s)** : utiliser l'un des gaz cités ci-après.

5.1.1 **Dioxyde de carbone** (CO₂), aussi pur que possible et au minimum à 99,99 % (fraction volumique).

5.1.2 **Hélium** (He), aussi pur que possible et au minimum à 99,99 % (fraction volumique).

5.2 **Oxygène** (O₂), aussi pur que possible et au minimum à 99,99 % (fraction volumique).

5.3 **Produit absorbant le SO₂ et les halogènes**, par exemple le chromate de plomb (PbCrO₄) ou la laine d'acier, afin d'éliminer toute trace de composés soufrés de l'échantillon.

5.4 **Catalyseur au platine et à l'oxyde de cuivre** (matériau de remplissage du tube de postcombustion).

Le catalyseur au platine (5 % de Pt sur Al₂O₃) est mélangé à de l'oxyde de cuivre CuO dans un rapport de 1:7 ou 1:8, selon les recommandations du fabricant.

Afin d'éviter une séparation de ces deux matériaux en raison de leurs masses volumiques différentes, il n'est pas recommandé de préparer le mélange avant de remplir le tube. Il est conseillé de verser simultanément le catalyseur au platine et l'oxyde de cuivre dans le tube de postcombustion, en utilisant un entonnoir adapté.

5.5 **Laine d'argent ou de cuivre**

Il convient de désagréger la laine d'argent ou de cuivre avant de l'introduire dans le tube de postcombustion ou de réduction.

5.6 **Silice (quartz) ou laine de verre ou ouate**, selon ce qui est recommandé par le fabricant d'appareils.

5.7 **Cuivre (sous forme de fils, de copeaux, de tournures ou de poudre)**, pour le tube de réduction.

Il est également possible d'utiliser du tungstène comme catalyseur.

L'utilisation de fils de cuivre améliorera la fidélité des résultats analytiques dans le cas d'échantillons à faibles teneurs en azote (1 g pour 100 g environ).

5.8 Pentoxyde de phosphore (P_2O_5) ou **perchlorate de magnésium en granulés** [$Mg(ClO_4)_2$] ou autre matériau de support approprié, afin de remplir les tubes de déshydratation.

5.9 Sphères creuses de corindon ou **pastilles d'oxyde d'aluminium**, pour le tube de combustion.

5.10 Oxyde de cuivre (CuO), comme matériau pour le remplissage du tube de combustion.

5.11 Hydroxyde de sodium ($NaOH$), sur un matériau de support.

5.12 Composés étalons, par exemple **acide aspartique** ($C_4H_7NO_4$) ou **acide éthylènediamine tétraacétique** ($C_{10}H_{16}N_2O_8$) ou **acide glutamique** ($C_5H_9NO_4$) ou **acide hippurique** ($C_9H_9NO_3$), ou autres matériaux de référence appropriés de teneur en azote certifiée, connue et constante.

Il convient que le dosage minimal soit égal à 99 %.

5.13 Éther de pétrole, dont le point d'ébullition est compris entre 30 °C et 60 °C.

Il est également possible d'utiliser de l'acétone ou de l'éthanol.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et en particulier les éléments cités ci-après.

6.1 Balance analytique, permettant des pesées à 0,0001 g lu.

6.2 Broyeur, adapté à la nature de l'échantillon.

6.3 Tamis, fabriqué dans un matériau ne comprenant pas de fer et dont le vide de maille est égal à 0,80 mm ou 1 mm.

6.4 Creusets (par exemple en acier inoxydable, quartz, céramique ou platine) ou **capsules en étain**, adaptés à l'appareil de Dumas utilisé.

NOTE 1 Un certain nombre d'appareils disponibles dans le commerce sont fournis avec un échantillonneur automatique.

NOTE 2 Certains échantillons sous forme solide (par exemple des poudres) peuvent être agglomérés de façon à obtenir des pastilles.

6.5 Appareil de Dumas¹⁾ équipé d'un four capable de maintenir une température donnée supérieure ou égale à 850 °C, d'un détecteur à conductivité thermique et d'un dispositif d'intégration du signal.

Les appareils de Dumas disponibles sur le marché fonctionnent selon le principe général décrit dans l'Annexe A, malgré des disparités d'aspect, de composition et de fonctionnement.

NOTE Les schémas correspondant à trois types d'appareils disponibles dans le commerce figurent, à titre d'exemple, dans l'Annexe B (Figures B.1, B.2 et B.3).

1) L'appareil de Dumas produit par les fabricants Elementar Analysensysteme GmbH, Sumika Chemical Analysis Service, Ltd et LECO Instruments sont des exemples d'appareillages appropriés disponibles dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité pour les utilisateurs de la présente Norme internationale et ne constitue pas une recommandation de cet appareillage par l'ISO.

Afin d'éviter les fuites, les joints toriques utilisés pour assurer l'étanchéité doivent être légèrement lubrifiés avec une graisse compatible avec un vide poussé avant d'être mis en place.

L'expérience montre qu'il est important de nettoyer soigneusement toutes les pièces de silice et les matériaux en verre, d'ôter les traces de doigts sur les tubes au moyen d'un solvant approprié (par exemple acétone) avant de placer ces derniers dans le four.

7 Échantillonnage

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

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Des méthodes d'échantillonnage recommandées sont données dans l'ISO 542 pour les graines oléagineuses, dans l'ISO 5500 pour les tourteaux de graines oléagineuses, dans l'ISO 13690 pour les céréales, légumineuses et produits de mouture et dans l'ISO 6497 pour les aliments des animaux.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

L'échantillon de laboratoire doit être préparé de façon à obtenir un échantillon pour essai homogène et représentatif du produit selon l'ISO 664 ou l'ISO 6498.

À l'aide d'un broyeur approprié (6.2), broyer l'échantillon de laboratoire de manière à obtenir un coefficient de variation (*RSD*) inférieur à 2 % sur tous les produits (pour dix passages successifs). Généralement, cette condition est satisfaite lorsque les échantillons broyés passent au travers du tamis (6.3) à vide de maille de 0,80 mm pour les échantillons de petite taille (inférieure à 300 mg) ou du tamis à vide de maille de 1 mm pour les échantillons de taille plus élevée (300 mg ou plus)^[15]. Les broyeurs qui produisent des particules aux dimensions répondant aux spécifications données dans le Tableau 1 donneront des résultats acceptables.

Tableau 1 — Dimension des particules requise

Vide de maille du tamis (µm)	Quantité traversant le tamis (%)
710	100
500	95 à 100
200	85 ou moins

Le broyage peut résulter en une perte d'humidité et, par conséquent, il convient d'analyser également la teneur en humidité de l'échantillon broyé lorsque les valeurs relatives à l'azote et aux protéines sont rapportées à la matière sèche ou à une base constante d'humidité. La détermination de l'humidité doit être réalisée conformément aux Normes internationales pertinentes : ISO 665, ISO 712, ISO 771, ISO 6496 ou ISO 6498.

L'efficacité du broyeur peut être vérifiée en analysant un mélange broyé de maïs et de graines de soja dans un rapport de 2:1. Il convient que le coefficient de variation obtenu sur l'échantillon ainsi préparé soit inférieur à 2 %.

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

Suivre attentivement les instructions du fabricant concernant l'installation, l'optimisation, l'étalonnage et l'utilisation de l'appareil. Mettre l'appareil en position de marche et le laisser se stabiliser comme défini dans les procédures locales.

Il convient de réaliser un essai de performance de l'appareil tous les jours, à l'aide d'un matériau de référence conforme à 5.12. Il convient de récupérer l'azote à plus de 99,0 %.

Un essai de performance de la méthode et d'applicabilité doit être réalisé sur chaque type de matériau d'échantillon pour chaque lot, à l'aide de matériaux de référence ayant une teneur en azote certifiée.

9.2 Prise d'essai

Peser, à 0,0001 g lu, au moins 0,1 g de l'échantillon pour essai dans un creuset ou une capsule en étain (6.4). Pour les échantillons à faible teneur en protéines (< 1 g pour 100 g), la quantité de prise d'essai peut aller jusqu'à 3,5 g, selon l'équipement de Dumas employé et la nature de la prise d'essai.

Si les échantillons contiennent plus de 17 % d'humidité, les sécher avant l'analyse.

9.3 Contrôle du besoin en oxygène

Pour certains types d'équipements de Dumas, il est nécessaire de procéder à une estimation du besoin en oxygène de la prise d'essai. Le besoin en oxygène de certains composés utilisés pour l'étalonnage est donné dans l'Annexe C. Pour les appareils équipés d'un moyen de contrôle de l'oxygène auto-optimisant, il est nécessaire que la teneur résiduelle en oxygène soit comprise entre 2 % et 8 %.

Réaliser cinq dosages de blanc atmosphérique en utilisant pour chacun une masse équivalente de sucrose à la place de l'échantillon, chaque ensemble de dosages de l'azote ou des protéines étant destiné à simuler l'échantillon pour essai à analyser. Le blanc à base de sucrose fournit la quantité d'azote qui est apportée par les gaz atmosphériques et piégée dans une source de matériau organique en poudre. Utiliser la valeur moyenne des dosages de blanc atmosphérique comme une correction d'erreur dans le calcul du dosage de l'azote ou des protéines de chaque échantillon pour essai.

9.4 Étalonnage

Utiliser des composés purs dont la teneur en azote est connue et constante, par exemple l'acide aspartique (5.12), comme étalons pour l'étalonnage à long terme de l'appareil. Effectuer deux analyses de trois composés purs, chacun à trois concentrations différentes, choisies selon la plage de mesure des échantillons réels.

Pour l'élaboration de la courbe d'étalonnage, il convient de choisir le composé et sa quantité de façon à pouvoir détecter une quantité absolue d'azote comprise entre 4 mg et 200 mg. Pour l'étalonnage, utiliser entre 10 et 20 échantillons étalons (ou davantage), également répartis sur la gamme de masses de l'azote allant jusqu'à 200 mg. Pour des quantités d'azote supérieures à 200 mg, la courbe d'étalonnage est théoriquement non linéaire. Dans la section non linéaire, l'étalonnage peut être réalisé en plusieurs segments de taille réduite. Afin de garantir la qualité de l'étalonnage dans cette gamme, il convient de faire des ajouts par pas de 1 mg à 5 mg d'azote.

L'étalonnage peut également être effectué à l'aide de solutions aqueuses étalons.

Avant de procéder à une série de déterminations, vérifier la qualité de réponse de l'appareil en soumettant à l'essai au moins trois étalons dont la teneur en azote est connue. Lorsque la réponse est constante et que les valeurs obtenues correspondent aux conditions de l'étalonnage à long terme définies précédemment, procéder à la détermination du facteur d'étalonnage quotidien en analysant au moins quatre échantillons étalons contenant plus d'azote que les échantillons à analyser.

Utiliser ce facteur pour étalonner la série de mesures de routine.

Un réétalonnage total est nécessaire si le facteur d'étalonnage quotidien s'écarte de plus de 10 % de la valeur prévue ou si des composants essentiels de l'appareil, ayant une influence directe sur l'étalonnage (par exemple le détecteur à conductivité thermique), ont été remplacés.

9.5 Dosage

L'appareil étant en marche et stabilisé, y introduire la prise d'essai conformément aux instructions du fabricant.

Pendant l'analyse, les processus suivants se déroulent dans l'appareil (voir les Figures B.1, B.2 ou B.3).

La prise d'essai est soumise à une combustion quantitative dans des conditions normalisées, à des températures comprises entre 850 °C et 1 200 °C, en fonction de l'appareil et du matériau en cours d'analyse.

Les produits volatils issus de la décomposition (principalement N₂, NO_x, CO₂, H₂O) sont transportés par le gaz vecteur (5.1) à travers l'appareil.

Les oxydes d'azote sont réduits en azote moléculaire et l'oxygène en excès est retenu sur le cuivre ou le tungstène dans la colonne de réduction (5.7).

L'eau est éliminée au moyen d'un condenseur rempli de pentoxyde de phosphore / perchlorate de magnésium, ou d'autres agents de déshydratation (5.8). À moins que le dioxyde de carbone ne soit utilisé comme gaz vecteur (5.1.1), il est éliminé après passage sur un matériau absorbant approprié, par exemple de l'hydroxyde de sodium sur un matériau de support (5.11).

Les composés interférents (par exemple les gaz halogènes et les composés soufrés volatils) sont éliminés au moyen de matériaux absorbants (5.3) ou de matériaux de rétention [par exemple de la laine d'argent (5.5) ou de l'hydroxyde de sodium sur un matériau de support approprié (5.11)].

L'azote présent dans le mélange gazeux résiduel contenant l'azote et le gaz vecteur est acheminé à travers un détecteur à conductivité thermique.

9.6 Détection et intégration

Une cellule à conductivité thermique, optimisée pour le gaz vecteur employé et pouvant être munie d'un système de mise à zéro automatique entre les mesurages des prises d'essai individuelles, est utilisée pour le dosage quantitatif de l'azote. Après amplification et numérisation du signal fourni par le détecteur, les données obtenues sont traitées par un ordinateur périphérique.

10 Calcul et expression des résultats

10.1 Calcul

10.1.1 Teneur en azote

Les résultats indiquant la teneur en azote total, w_N , exprimée en g pour 100 g, sont généralement fournis par les sorties sur imprimante des appareils.

10.1.2 Teneur en protéines brutes

La teneur en protéines brutes, w_p , exprimée en g pour 100 g, est donnée par l'équation suivante :

$$w_p = w_N \cdot F$$

où

w_N est la valeur numérique de la teneur en azote, exprimée en g pour 100 g de l'échantillon tel quel à sa teneur en humidité naturelle ;

F est le rapport généralement reconnu pour le produit analysé, égal à 5,7 pour le blé, le seigle et leurs produits de mouture, et à 6,25 pour les autres matrices (voir également l'Annexe D).

Au besoin, la teneur en protéines brutes peut être exprimée en g pour 100 g de la matière sèche à l'aide de l'équation suivante :

$$w_{pd} = \frac{100w_p}{100 - w_m}$$

où

w_{pd} est la valeur numérique de la teneur en protéines brutes, exprimée en g pour 100 g de la matière sèche ;

w_m est la valeur numérique de la teneur en humidité, exprimée en g pour 100 g, déterminée conformément à l'ISO 665, l'ISO 712, l'ISO 771, l'ISO 6496 ou l'ISO 6498.

[ISO/DIS 16634.2](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3078e168-96ca-46cb-9714-390cdeeb4a9c/iso-dis-16634-2)

10.2 Expression des résultats

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3078e168-96ca-46cb-9714-390cdeeb4a9c/iso-dis-16634-2>

Exprimer les résultats avec trois chiffres significatifs (par exemple 9,53 % ou 20,5 % ou 35,4 %).

11 Fidélité

11.1 Essais interlaboratoires

Les détails d'essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont présentés à l'Annexe E.

Les valeurs dérivées de ces essais interlaboratoires peuvent ne pas être applicables à des gammes de concentrations ou à des matrices autres que celles décrites.

11.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus par la même méthode, sur un matériel d'essai identique, dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même équipement pendant un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure dans plus de 5 % des cas à :

- 0,1 g pour 100g si l'échantillon contient moins de 4 g pour 100 g d'azote ; et
- 2 % de la teneur en azote si l'échantillon contient plus de 4 g pour 100 g d'azote.