
**Aliments des animaux — Dosage de
l'azote et calcul de la teneur en protéines
brutes —**

**Partie 2:
Méthode de digestion en bloc et
distillation à la vapeur**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Animal feeding stuffs — Determination of nitrogen content and
calculation of crude protein content —*

Part 2: Block digestion/steam distillation method

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b46d1457-14a6-4789-9cb1-0e3a5ffa622f/iso-5983-2-2005>



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 5983-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b46d1457-14a6-4789-9cb1-0e3a5ffa622f/iso-5983-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b46d1457-14a6-4789-9cb1-0e3a5ffa622f/iso-5983-2-2005>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2005

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 de l'ISO à l'adresse ci-après ou du 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

Version française parue en 2008

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|--|----|
| Avant-propos..... | iv |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 2 |
| 4 Principe | 2 |
| 5 Réactifs | 2 |
| 6 Appareillage | 4 |
| 7 Échantillonnage | 5 |
| 8 Préparation de l'échantillon d'essai | 5 |
| 9 Mode opératoire | 5 |
| 10 Calcul et expression des résultats | 7 |
| 11 Fidélité | 9 |
| 12 Rapport d'essai | 9 |
| Annexe A (informative) Résultats d'essai interlaboratoires | 11 |
| Annexe B (informative) Distillation automatique avec détection potentiométrique du point de virage | 14 |
| Bibliographie | 15 |

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 5983-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

Cette première édition de l'ISO 5983-2, conjointement à l'ISO 5983-1:2005, annule et remplace l'ISO 5983:1997, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 5983 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Aliments des animaux* — *Dosage de l'azote et calcul de la teneur en protéines brutes*:

- *Partie 1: Méthode Kjeldahl*
- *Partie 2: Méthode de digestion en bloc et distillation à la vapeur*

Aliments des animaux — Dosage de l'azote et calcul de la teneur en protéines brutes —

Partie 2:

Méthode de digestion en bloc et distillation à la vapeur

ATTENTION — La mise en œuvre de cette méthode peut impliquer l'emploi de matériaux, d'opérations et d'équipements dangereux. La présente norme n'a pas pour objectif de traiter de tous les risques de sécurité associés à son emploi. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente norme d'établir les pratiques de santé et sécurité adaptées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires locales avant usage.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5983 spécifie une méthode de dosage de l'azote dans les aliments pour animaux suivant la méthode de Kjeldahl, ainsi qu'une méthode pour le calcul de la teneur en protéines brutes.

Elle traite d'une semi-microméthode (à l'usage) de routine rapide utilisant la digestion en bloc, le cuivre comme catalyseur et une distillation à la vapeur dans de l'acide borique.

La méthode est applicable au dosage de l'azote Kjeldahl à plus de 0,5 % dans les aliments des animaux, la nourriture pour animaux de compagnie et leurs matières premières.

Cette méthode ne mesure pas les formes oxydées de l'azote ni les composés azotés hétérocycliques.

Elle ne fait pas la différence entre l'azote protéique et l'azote non protéique.

NOTE S'il est important de déterminer la teneur en azote non protéique, une méthode appropriée peut être utilisée.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 tous ses amendements).

ISO 385:2005, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

ISO 1871, *Produits agricoles alimentaires — Directives générales pour le dosage de l'azote selon la méthode de Kjeldahl*

ISO 6498:1998, *Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai*

3 Termes et définitions

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

3.1

teneur en azote

fraction massique d'azote déterminée par le mode opératoire spécifié dans le présent document

NOTE La teneur en azote est exprimée en pourcentage en masse ou en grammes par kilogramme.

3.2

teneur en protéines brutes

teneur en azote (3.1) multipliée par le facteur 6,25

NOTE La teneur en protéines brutes est exprimée en pourcentage en masse ou en grammes par kilogramme.

4 Principe

La prise d'essai est digérée en utilisant une digestion en bloc ou un appareillage équivalent. L'acide sulfurique concentré est utilisé pour convertir l'azote protéique en sulfate d'ammonium à un point d'ébullition élevé par l'addition de sulfate de potassium. Un catalyseur au cuivre est utilisé pour accélérer la réaction. De l'hydroxyde de sodium est ajouté en excès au digestat refroidi afin de libérer de l'ammoniac.

L'ammoniac libéré est distillé au moyen d'une unité de distillation à la vapeur manuelle ou automatisée partiellement ou entièrement. Dans le cas d'une distillation à la vapeur manuelle ou semi-automatique, la distillation de l'ammoniac dans un excès de solution d'acide borique est suivie du titrage avec une solution d'acide chlorhydrique jusqu'à un point de virage coloré. Lorsqu'un système entièrement automatique est utilisé, le titrage automatique de l'ammoniac est effectué simultanément à la distillation.

ISO 5983-2:2005

La teneur en azote est calculée à partir de la quantité d'ammoniac produite. La teneur en protéines brutes est obtenue en multipliant le résultat par le facteur de conversion conventionnel de 6,25.

NOTE 1 Tout comme dans l'ISO 5983-1, le titrage automatique de l'ammoniac peut être effectué avec une détection du point de virage au moyen d'un système pH potentiométrique (voir Annexe B).

NOTE 2 En principe, de l'acide sulfurique peut aussi être utilisé pour le titrage.

5 Réactifs

Sauf spécification contraire, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de pureté équivalente.

5.1 Comprimés de catalyseur Kjeldahl, constitués de 3,5 g de sulfate de potassium et de 0,4 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté par comprimé.

Ces comprimés sont disponibles tout prêts dans le commerce.

D'autres types de comprimés peuvent être utilisés à condition

- qu'ils contiennent une quantité de sulfate de potassium telle que 7 g de sulfate de potassium et 0,8 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté puissent être libérés par un nombre entier de comprimés entiers, et
- qu'ils ne contiennent pas de sels de métaux toxiques tels que du sélénium ou du mercure.

5.2 Acide sulfurique (H_2SO_4), ayant une fraction massique d'au moins 98 %, sans azote (approximativement $\rho_{20} = 1,84$ g/ml).

5.3 Solution de peroxyde d'hydrogène, contenant environ 30 g de H_2O_2 pour 100 ml.

5.4 Agent antimoussant.

Une préparation à la silicone est recommandée, par exemple avec une fraction massique de 30 % d'émulsion aqueuse.

5.5 Hydroxyde de sodium (NaOH) en solution, à environ 40 % (fraction massique), sans azote (< 5 μ g d'azote par gramme).

5.6 Solutions d'indicateurs.

5.6.1 Solution de rouge de méthyle.

Dissoudre 100 mg de rouge de méthyle ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) dans 100 ml d'éthanol ou de méthanol.

5.6.2 Solution de vert de bromocrésol.

Dissoudre 100 mg de vert de bromocrésol ($C_{21}H_{14}Br_4O_5S$) dans 100 ml d'éthanol ou de méthanol.

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

Dissoudre 400 g d'acide borique dans environ 5 l à 6 l d'eau déminéralisée chaude. Mélanger et ajouter encore de l'eau déminéralisée chaude jusqu'à un volume d'environ 9 l. Laisser refroidir à température ambiante. Ajouter 70 ml de solution de rouge de méthyle (5.6.1) et 100 ml de solution de vert de bromocrésol (5.6.2) puis mélanger. Diluer avec de l'eau jusqu'à un volume final de 10 l et bien homogénéiser. En fonction de l'eau utilisée, le pH de la solution d'acide borique peut différer d'un bidon à l'autre. Souvent un ajustement avec un petit volume d'alcali est nécessaire pour obtenir un blanc positif (de 0,05 ml à 0,15 ml de solution titrée). La couleur doit virer au vert lorsqu'on ajoute 100 ml d'eau distillée à 25 ml de solution d'acide borique. Si la solution reste rouge, titrer avec NaOH à 0,1 mol/l jusqu'à un «gris neutre» et calculer la quantité de base nécessaire pour le bidon de 10 l.

Entreposer la solution, de couleur rouge, à température ambiante et à l'abri de la lumière et des sources de vapeurs d'ammoniac.

5.8 Solution d'acide borique diluée, $c(H_3BO_3) = 10,0$ g/l (solution de piégeage facultative pour les titrimètres qui démarrent automatiquement le titrage au début de la distillation).

Dissoudre 100 g d'acide borique dans environ 5 l à 6 l d'eau déminéralisée chaude, agiter et ajouter encore de l'eau déminéralisée chaude jusqu'à un volume d'environ 9 l. Laisser refroidir à température ambiante. Ajouter 70 ml de solution de rouge de méthyle (5.6.1) et 100 ml de solution de vert de bromocrésol (5.6.2), puis agiter. Diluer jusqu'à un volume final de 10 l. En fonction de l'eau utilisée, le pH de la solution d'acide borique peut différer d'un bidon à l'autre. Souvent un ajustement avec un petit volume de base est nécessaire pour obtenir un blanc positif (de 0,05 ml à 0,15 ml de solution titrée). La couleur doit virer au vert lorsqu'on ajoute 100 ml d'eau distillée à 25 ml de solution d'acide borique. Si la solution reste rouge, titrer avec NaOH à 0,1 mol/l jusqu'à un «gris neutre» et calculer la quantité de base nécessaire pour le bidon de 10 l.

Entreposer la solution, de couleur vert clair, à température ambiante et à l'abri de la lumière et des sources de vapeurs d'ammoniac.

NOTE L'addition d'environ 3 ml à 4 ml de NaOH à 0,1 mol/l dans 1 l d'acide borique à 1 % donne généralement de bons ajustements.

5.9 Solution étalon volumétrique d'acide chlorhydrique, $c(HCl) = 0,100 0$ mol/l.

D'autres concentrations d'HCl ou d'acide sulfurique peuvent être utilisées si les calculs en tiennent compte. Il convient que les concentrations soient toujours exprimées jusqu'à la quatrième décimale.

5.10 Sulfate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$, minimum 99,5 % (fraction massique) avec une pureté certifiée. Sécher le sulfate d'ammonium à $102\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant 4 h et le stocker dans un dessiccateur.

Le pourcentage d'azote dans le sulfate d'ammonium (pur à 99,5 %) est de 21,09.

5.11 Sulfate de fer(II) ammoniacal $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, de pureté certifiée.

Le pourcentage d'azote dans le sulfate de fer (II) ammoniacal (pur à 100 %) est de 7,145.

5.12 Matériaux étalons.

L'un des matériaux étalons suivants (5.12.1 ou 5.12.2) peut être utilisé.

En plus des matériaux étalons répertoriés ci-dessous, il convient que des matériaux de référence appropriés ayant une valeur d'azote/protéines kjeldahl certifiée soient employés aussi souvent que possible.

NOTE La teneur en humidité peut être contrôlée sur un échantillon séparé.

5.12.1 Tryptophane ($\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$), ayant un point de fusion à 282 °C et une teneur en azote de 137,2 g/kg. Sécher le tryptophane avant emploi.

5.12.2 Acétanilide ($\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}$), concentration minimale: 99 % (fraction massique); teneur en azote: 103,6 g/kg. Ne pas sécher à l'étuve avant utilisation.

5.13 Saccharose ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$), avec une teneur en azote inférieure ou égale à 0,002 % (fraction massique). Ne pas sécher à l'étuve avant utilisation.

(standards.iteh.ai)

6 Appareillage

ISO 5983-2:2005

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

6.1 Balance analytique, capable de peser à 0,1 mg près avec un affichage de 0,1 mg.

6.2 Bloc de digestion, bloc en alliage d'aluminium ou bloc équivalent, pourvu d'un contrôle de la température réglable et d'un dispositif de mesure de la température du bloc, chauffé jusqu'à $420\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

6.3 Tubes de digestion, d'une capacité de 250 ml, adaptés au bloc de digestion (6.2).

6.4 Collecteur d'échappement, adapté aux tubes de digestion (6.3).

6.5 Laveur centrifugeur, pompe à filtre ou aspirateur, bâti en matériau résistant aux acides, pour un usage sur l'alimentation en eau du réseau.

6.6 Pipettes automatiques (distributeurs), capables de délivrer des volumes jusqu'à 25 ml.

6.7 Éprouvettes graduées, d'une capacité de 50 ml.

6.8 Unité de distillation, permettant une distillation à la vapeur, manuelle ou semi-automatique, pouvant recevoir les tubes de digestion (6.3) et les erlenmeyers (6.9), ou permettant une distillation à la vapeur et l'autotitrage.

6.9 Erlenmeyers, d'une capacité de 250 ml.

6.10 Burette, d'une capacité de 25 ml ou de capacité appropriée, permettant au minimum une lecture à 0,05 ml, conforme aux exigences de l'ISO 385:2005, classe A.

Autrement, une burette automatique remplissant les mêmes exigences peut être utilisée.

7 Échantillonnage

Il convient que le laboratoire ait reçu un échantillon représentatif. Il convient que ce dernier 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 partie de l'ISO 5983. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 6497.

8 Préparation de l'échantillon d'essai

Préparer l'échantillon d'essai conformément à l'ISO 6498.

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

Généralement, il convient que les échantillons d'essai soient analysés en lots, conformément au mode opératoire décrit. Pour les consignes générales d'application de la méthode Kjeldahl, voir l'ISO 1871.

9.2 Prise d'essai

Comme prise d'essai, peser, à 0,1 mg près,

- environ 1,0 g pour les matériaux avec 3 % à 30 % de protéines,
- environ 0,5 g pour les matériaux avec 30 % à 80 % de protéines, ou
- environ 0,3 g pour les matériaux avec plus de 80 % de protéines.

Ne pas dépasser 1,2 g.

Toujours mettre en œuvre un contrôle qualité et des étalons ainsi qu'un blanc de réactif pour chaque lot.

9.3 Détermination

9.3.1 Digestion

Transférer la prise d'essai (voir 9.2) dans le tube de digestion (6.3) et ajouter deux comprimés de catalyseur (5.1) dans chaque tube. Au moyen d'un distributeur, ajouter 12 ml d'acide sulfurique (5.2) dans chaque tube. Prendre 15 ml pour les matériaux particulièrement gras (> 10 % de graisse). Il est possible de s'arrêter à ce niveau et de reprendre le jour suivant.

Si la formation de mousse est un problème, ajouter doucement 3 ml à 5 ml de peroxyde d'hydrogène (5.3). Remuer calmement et laisser la réaction s'estomper. Autrement, il est aussi possible d'utiliser quelques gouttes d'agent antimoissant (5.4).

Accrocher les plaques latérales chauffantes au porte-éprouvettes. Fixer le collecteur d'échappement (6.4) fermement sur les tubes et mettre en marche l'aspirateur d'eau ou le laveur (6.5). Placer le porte-éprouvettes dans le bloc de digestion préchauffé (420 °C).

Après 10 min, arrêter l'aspirateur d'eau jusqu'à ce que les fumées acides soient juste contenues par la calotte d'échappement. Une zone de condensation doit être maintenue dans le tube. Après que le gros des fumées d'oxyde de soufre ait été produit au cours des phases de digestion initiales, la source de dépression doit être réduite afin d'éviter la perte d'acide sulfurique.

Digérer pendant encore 50 min. Le temps total de digestion doit être d'environ 60 min.

Éteindre le digesteur. Retirer le porte-éprouvettes avec l'échappement toujours en place et le placer en refroidissement pendant 10 min à 20 min. Une fois l'émission de vapeurs terminée, retirer le collecteur et arrêter l'aspirateur. Retirer les plaques latérales.

Laisser refroidir les tubes. Il est recommandé de diluer préalablement les échantillons manuellement avant distillation. Équipé de gants et de protection oculaire, ajouter précautionneusement quelques millilitres d'eau déminéralisée dans chaque tube. S'il y a des éclaboussures, cela signifie que les tubes sont toujours trop chauds. Laisser refroidir quelques minutes de plus. Ajouter de l'eau dans chaque tube jusqu'à un volume total d'environ 80 ml.

Si l'échantillon se solidifie, placer le tube contenant le digestat dilué dans le bloc de digestion et le chauffer lentement en remuant par moments jusqu'à ce que les sels se dissolvent ou bien distiller pendant encore 30 s à 60 s.

NOTE 1 Certains instruments accomplissent automatiquement l'addition d'eau. La dilution préalable avant de placer le tube dans l'instrument n'est nécessaire que si des agrégats très durs se forment.

NOTE 2 Certains instruments de distillation commencent par ajouter de la vapeur avant la base, ce qui entraîne une dissolution des agrégats de sels et une réaction moins violente au cours de l'ajout de base. La cristallisation pendant la digestion peut provoquer des pertes d'azote.

9.3.2 Distillation

Transférer le tube de digestion (voir 9.3.1) dans l'unité de distillation (6.8).

Lorsque le titrage de la teneur en ammoniac du distillat est effectué manuellement, le mode opératoire ci-après s'applique. Lorsque l'unité de distillation est totalement automatisée et comprend le titrage de la concentration en ammoniac du distillat, suivre les instructions du fabricant pour le fonctionnement de l'unité de distillation.

Placer un erlenmeyer (6.9) contenant 25 ml à 30 ml de solution d'acide borique concentrée (5.7) sous la sortie du condenseur de sorte que le tube de sortie soit sous la surface de la solution d'acide borique en excès. Régler l'unité de distillation pour dispenser 50 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.5). Faire fonctionner l'unité de distillation conformément aux instructions du fabricant et distiller l'ammoniac libéré par l'addition de la solution d'hydroxyde de sodium. Collecter le distillat dans la solution réceptrice d'acide borique. La quantité de distillat (temps de distillation à la vapeur) dépend de la quantité d'azote dans l'échantillon. Suivre les instructions du fabricant.

NOTE Dans une unité de distillation semi-automatique, l'ajout d'hydroxyde de sodium en excès et la distillation à la vapeur sont effectués automatiquement.

9.3.3 Titrage

Titre le contenu de l'erlenmeyer (voir 9.3.2) avec la solution étalon volumétrique d'acide chlorhydrique (5.9) au moyen d'une burette (6.10) et lire la quantité de solution titrée utilisée. Le point de virage est atteint à la première trace de couleur rose dans le contenu. Estimer la lecture de burette à 0,05 ml près. Une plaque d'agitateur magnétique éclairée ou un détecteur photométrique peut aider à la visualisation du point de virage.

Cela peut-être fait automatiquement au moyen d'un distillateur à vapeur avec titrage automatique.

Suivre les instructions du fabricant pour le fonctionnement du distillateur ou distillateur/titrimètre en question.

En cas d'utilisation d'un système de titrage automatique, le titrage commence immédiatement après le début de la distillation et il convient d'employer la solution d'acide borique à 1 % (5.8).

Lorsqu'un système de distillation entièrement automatisé est utilisé, le titrage automatique de l'ammoniac peut aussi être effectué avec une détection du point de virage au moyen d'un système de mesure de pH potentiométrique (voir Annexe B).

9.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc suivant le mode opératoire décrit en 9.1 et en 9.3.3 en prenant 2 ml d'eau et environ 0,7 g de saccharose (5.13) au lieu de la prise d'essai. Garder un enregistrement des valeurs du blanc. Si les valeurs du blanc changent, identifier la cause de ce changement.

La quantité de solution de titrage utilisée pour l'essai à blanc doit toujours être supérieure à 0,0 ml. Il convient que les blancs d'un même laboratoire soient cohérents dans le temps.

9.5 Essais de récupération

9.5.1 Généralités

Les essais de récupération généralement menés afin de vérifier la justesse du mode opératoire et de l'équipement sont décrits de 9.5.2 à 9.5.4.

9.5.2 Perte d'azote

Utiliser 0,12 g de sulfate d'ammonium (5.10) et 0,67 g de saccharose (5.13) par flacon. Ajouter tous les autres réactifs comme spécifié en 9.3. Digérer et distiller dans les mêmes conditions que pour l'échantillon. Il convient que les récupérations soient $\geq 99\%$.

9.5.3 Efficacité de la digestion

Utiliser une prise d'essai d'au moins 0,15 g de tryptophane (5.12.1) ou d'acétanilide (5.12.2), pesée à 0,1 mg près, avec un ajout d'environ 0,7 g de saccharose (5.13). Déterminer la teneur en azote conformément au mode opératoire décrit en 9.1 et en 9.3.3. Il convient que les récupérations soient $\geq 99,5\%$ pour l'acétanilide (5.12.2) et $\geq 98,5\%$ pour le tryptophane (5.12.1) [5].

ISO 5983-2:2005

9.5.4 Efficacité de la distillation et du titrage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b46d1457-14a6-4789-9cb1-0e3a5ffa622f/iso-5983-2-2005>

Peser de 0,10 g à 0,15 g, à 0,000 1 g près, de sulfate d'ammonium (5.10), ou de 0,3 g à 0,5 g, à 0,000 1 g près, de sulfate de fer(II) ammoniacal (5.11) dans un tube. Ajouter 80 ml d'eau distillée et procéder conformément à 9.3.2 et à 9.3.3. La récupération doit être $\geq 99,5\%$.

9.5.5 Limites

Les récupérations inférieures à la valeur spécifiée ou supérieure à 101,0 % dans l'un des essais de récupération décrits ci-dessus indiquent des défauts dans les modes opératoires et/ou une concentration inexacte de la solution étalon volumétrique d'acide chlorhydrique (5.9).

10 Calcul et expression des résultats

10.1 Calcul

10.1.1 Calcul de la teneur en azote

Calculer la teneur en azote de l'échantillon, w_N , en pourcentage massique:

$$w_N = \frac{1,400\ 7(V_s - V_b)c_s}{m}$$