

---

---

**Produits alimentaires — Détermination de la teneur en azote total par combustion selon le principe Dumas et calcul de la teneur en protéines brutes —**

Partie 1:

**Graines oléagineuses et aliments des animaux**

*Food products — Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas principle and calculation of the crude protein content —*

*Part 1: Oilseeds and animal feeding stuffs*

ISO 16634-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5d99df87-f4b9-4326-8c77-0b77dfcb43f7/iso-16634-1-2008>



**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 Standards**  
**(<https://standards.iteh.ai>)**  
**Document Preview**

[ISO 16634-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5d99df87-f4b9-4326-8c77-0b77dfcb43f7/iso-16634-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5d99df87-f4b9-4326-8c77-0b77dfcb43f7/iso-16634-1-2008>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2008

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

|   |    |
|---|----|
| Avant-propos.....   | iv |
| Introduction.....   | v  |
| 1 <b>Domaine d'application</b> .....  | 1  |
| 2 <b>Références normatives</b> .....  | 1  |
| 3 <b>Termes et définitions</b> .....  | 1  |
| 4 <b>Principe</b> .....   | 2  |
| 5 <b>Réactifs</b> .....   | 2  |
| 6 <b>Appareillage</b> .....   | 3  |
| 7 <b>Échantillonnage</b> .....  | 4  |
| 8 <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....  | 4  |
| 9 <b>Mode opératoire</b> .....  | 4  |
| 9.1 <b>Généralités</b> .....  | 4  |
| 9.2 <b>Prise d'essai</b> .....  | 5  |
| 9.3 <b>Contrôle de la demande d'oxygène</b> .....   | 5  |
| 9.4 <b>Étalonnage</b> .....   | 5  |
| 9.5 <b>Détermination</b> .....  | 5  |
| 9.6 <b>Détection et intégration</b> .....   | 6  |
| 10 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....  | 6  |
| 10.1 <b>Calcul</b> .....  | 6  |
| 10.1.1 <b>Teneur en azote</b> .....   | 6  |
| 10.1.2 <b>Teneur en protéines brutes</b> .....  | 6  |
| 10.2 <b>Expression des résultats</b> .....  | 7  |
| 11 <b>Fidélité</b> .....  | 7  |
| 11.1 <b>Essais interlaboratoires</b> .....  | 7  |
| 11.2 <b>Répétabilité</b> .....  | 7  |
| 11.3 <b>Reproductibilité</b> .....  | 7  |
| 12 <b>Rapport d'essai</b> .....   | 8  |
| <b>Annexe A (informative) Organigramme élémentaire pour la conception d'un appareil de Dumas</b> .....                                    | 9  |
| <b>Annexe B (informative) Schémas de types d'appareils de Dumas appropriés</b> .....  | 10 |
| <b>Annexe C (informative) Étalonnage du matériel</b> .....  | 13 |
| <b>Annexe D (informative) Exemples de facteurs de conversion pour obtenir la teneur en protéines à partir de la teneur en azote</b> ..... | 15 |
| <b>Annexe E (informative) Résultat des essais interlaboratoires</b> .....   | 16 |
| <b>Annexe F (informative) Rapport entre l'azote Dumas et l'azote Kjeldahl</b> .....   | 25 |
| <b>Bibliographie</b> .....  | 29 |

## 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 16634-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*.

L'ISO 16634 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Produits alimentaires — Détermination de la teneur en azote total par combustion selon le principe Dumas et calcul de la teneur en protéines brutes*:

— *Partie 1: Graines oléagineuses et aliments des animaux*

Une partie 2 concernant les céréales, légumineuses et produits céréaliers de mouture est en cours de préparation.

## 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 la 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. Cependant, ce second facteur est à déterminer 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 Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 16634-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5d99df87-f4b9-4326-8c77-0b77dfcb43f7/iso-16634-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5d99df87-f4b9-4326-8c77-0b77dfcb43f7/iso-16634-1-2008>



# Produits alimentaires — Détermination de la teneur en azote total par combustion selon le principe Dumas et calcul de la teneur en protéines brutes —

## Partie 1:

## Graines oléagineuses et aliments des animaux

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16634 spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en azote total et le calcul de la teneur en protéines brutes 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 | FIL 185<sup>[10]</sup>.

### 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 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 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 d'autres matières volatiles*

ISO 6498, *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 de l'azote total, déterminée selon le mode opératoire spécifié dans la présente partie de l'ISO 16634

NOTE La fraction massique est exprimée en pourcentage.

### 3.2

#### **teneur en protéines brutes**

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

NOTE 1 Une liste d'autres facteurs pouvant être utilisés selon les différents produits est donnée dans l'Annexe D.

NOTE 2 Les facteurs utilisés pour le calcul de la teneur en protéines brutes à partir de la teneur en azote total sont dérivés de la méthode Kjeldahl qui est la méthode de référence pour la détermination de la teneur en azote total. Étant donné que la présente 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

Les échantillons sont transformés en gaz par chauffage dans un tube à combustion. Les composants interférents sont éliminés du mélange gazeux obtenu. Les composés azotés du mélange gazeux ou d'une partie représentative de ceux-ci sont transformés en azote moléculaire, qui est déterminé quantitativement au moyen d'un détecteur à conductivité thermique. La teneur en azote de l'échantillon est calculée par un système informatique.

## 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 en 5.1.1 ou 5.1.2.

**5.1.1 Dioxyde de carbone**, aussi pur que possible et de fraction volumique minimale,  $\varphi(\text{CO}_2) \geq 99,99 \%$ .

**5.1.2 Hélium**, aussi pur que possible et de fraction volumique minimale,  $\varphi(\text{He}) \geq 99,99 \%$ .

**5.2 Oxygène**, aussi pur que possible et de fraction volumique minimale,  $\varphi(\text{O}_2) \geq 99,99 \%$ .

**5.3 Produit absorbant le dioxyde de soufre et les halogènes**, afin d'éliminer toute trace de composés soufrés de l'échantillon [par exemple chromate de plomb ( $\text{PbCrO}_4$ ) ou laine d'acier].

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

Le catalyseur au platine [(5 % de platine (Pt) sur alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ))] est mélangé à de l'oxyde de cuivre (CuO) dans un rapport de 1:7 ou 1:8, conformément aux recommandations du fabricant.

Afin d'éviter une séparation de ces deux matériaux en raison de leurs masses volumiques en vrac différentes, il est recommandé de ne pas préparer le mélange avant de remplir le tube. Il est conseillé de verser simultanément le catalyseur au platine et à 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 (fils, copeaux, tournures ou poudre) ou tungstène**, pour le tube de réduction.

L'utilisation de fils de cuivre peut améliorer la fidélité des résultats analytiques dans le cas d'échantillons à faibles teneurs en azote (fraction massique de 1 % environ).

**5.8 Pentoxyde de diphosphore** ( $P_2O_5$ ) 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 de 99 % en fraction massique.

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

## 6 Appareillage

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

**6.1 Balance analytique**, permettant des pesées à 0,000 1 g près.

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

**6.3 Tamis**, fabriqué dans un matériau non ferreux et de dimension nominale d'ouverture de 800  $\mu m$  ou de 1 mm.

**6.4 Creusets** (par exemple en acier inoxydable, en quartz, en céramique ou en platine) ou **capsules en étain** ou **papier filtre exempt d'azote**, 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 sous forme de pastilles.

**6.5 Appareil de Dumas** <sup>1)</sup> 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.

Des types d'appareils de Dumas appropriés disponibles sur le marché fonctionnent selon le principe général donné dans l'Annexe A, malgré certaines disparités de configuration et de composants.

NOTE Les schémas correspondant à trois types d'appareils disponibles sont illustrés, à titre d'exemple, aux Figures B.1, B.2 et B.3.

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 a montré qu'il est important de nettoyer soigneusement toutes les pièces de silice et la verrerie, et 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.

1) Elementar Analysensysteme GmbH, Sumika Chemical Analysis Service, Ltd et LECO Instruments fabriquent des appareils appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des appareils ainsi désignés. Des appareils équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

## 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 partie de l'ISO 16634. Des méthodes d'échantillonnage recommandées sont données dans l'ISO 542<sup>[1]</sup> pour les graines oléagineuses, dans l'ISO 5500<sup>[3]</sup> pour les tourteaux de graines oléagineuses, et dans l'ISO 6498 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 des graines oléagineuses (voir l'ISO 664) ou des aliments des animaux (voir l'ISO 6498).

Broyer l'échantillon de laboratoire à l'aide d'un broyeur approprié (6.2). Généralement, procéder au broyage sur un tamis (6.3) de dimension nominale d'ouverture de 800 µm pour les échantillons de petite taille (inférieure à 300 mg) ou un tamis de dimension nominale d'ouverture de 1 mm pour les échantillons de taille plus élevée (300 mg ou plus)<sup>[15]</sup>. Les broyeurs qui produisent des particules aux dimensions répondant aux spécifications données dans le Tableau 1 donnent des résultats acceptables.

Tableau 1 — Taille de particules requise

| Dimension nominale d'ouverture du tamis<br>µm | Quantité passant à travers le tamis<br>fraction massique en % |
|---|---|
| 710   | 100   |
| 500   | 95 à 100  |
| 200   | 85 ou moins   |

ISO 16634-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5d99df87-f4b9-4326-8c77-0b77dfeb43f7/iso-16634-1-2008>

Il peut résulter du broyage 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 à l'ISO 665, à l'ISO 771, ou à l'ISO 6496.

L'efficacité du broyeur peut être vérifiée en préparant un échantillon en double d'un mélange broyé de maïs et de graines de soja dans un rapport de 2+1. Il convient que le coefficient de variation théorique soit inférieur à 2 % en fraction massique.

## 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 modes opératoires locaux.

Il convient de réaliser un essai de performance de l'appareil tous les jours, à l'aide du matériau de référence (5.12). Il convient que le dosage minimal d'azote soit > 99,0 % en fraction massique.

## 9.2 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, au moins 0,1 g de l'échantillon pour essai dans un creuset ou une capsule en étain ou du papier filtre exempt d'azote (6.4). Pour les échantillons à faible teneur en protéines (fraction massique < 1 %), la quantité de prise d'essai peut aller jusqu'à 3,5 g, selon le type d'appareil de Dumas utilisé et la nature de la prise d'essai.

En fonction du type de matériel utilisé, si les échantillons contiennent une fraction massique de plus de 17 % d'humidité, il peut être nécessaire de les sécher avant l'analyse.

Des masses plus faibles peuvent être nécessaires dans le cas d'échantillons à très forte teneur en protéines ou lorsque seulement de très petites quantités d'échantillon sont disponibles. Dans le cas de masses inférieures à 0,1 g, une validation doit être réalisée.

## 9.3 Contrôle de la demande d'oxygène

Contrôler la demande d'oxygène, en particulier le débit, conformément aux instructions du fabricant du matériel.

Réaliser autant de déterminations à blanc que nécessaire pour stabiliser le matériel en utilisant pour chacune une masse équivalente de saccharose à la place de l'échantillon, chaque ensemble de déterminations de l'azote ou des protéines étant destiné à simuler l'échantillon pour essai à analyser. Le blanc à base de saccharose fournit la quantité d'azote qui est apportée par les gaz atmosphériques et est piégée dans une source de matière organique en poudre. Utiliser la valeur moyenne des déterminations à blanc atmosphériques comme une correction d'erreur dans le calcul de la détermination 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, choisir le composé et sa quantité de façon à pouvoir détecter une quantité absolue d'azote en rapport avec les matrices à analyser. Pour l'étalonnage, il convient d'utiliser (au minimum) cinq échantillons étalons selon la gamme des matrices analysées.

Pour des quantités d'azote supérieures à 200 mg, la courbe d'étalonnage est théoriquement non linéaire. Dans cette 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 aux échantillons étalons par paliers de 1 mg à 5 mg d'azote.

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

Vérifier l'étalonnage au moins trois fois au début de la série de déterminations, puis tous les 15 à 25 échantillons, en analysant soit l'un des étalons en double, soit un échantillon de valeur connue. La valeur obtenue doit être inférieure à 0,05 % en fraction massique d'azote de la valeur théorique. Dans le cas contraire, analyser les échantillons à nouveau après avoir vérifié les performances de l'appareil.

## 9.5 Détermination

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).