
**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 and steam distillation method

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ca4ba1f8-3135-400c-b79a-5662de42fa4c/iso-5983-2-2009>



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 5983-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ca4ba1f8-3135-400c-b79a-5662de42fa4c/iso-5983-2-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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

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 pour essai.....	5
9 Mode opératoire	5
9.1 Généralités	5
9.2 Prise d'essai	5
9.3 Détermination.....	5
9.4 Essai à blanc	7
9.5 Essais de récupération	7
10 Calcul et expression des résultats.....	8
10.1 Calcul	8
10.2 Calcul de la teneur en protéines brutes.....	8
10.3 Expression des résultats de teneur en protéines brutes.....	9
11 Fidélité	9
11.1 Essais interlaboratoires	9
11.2 Répétabilité.....	9
11.3 Reproductibilité.....	9
12 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires	11
Annexe B (informative) Résultats d'un essai d'aptitude; comparaison de la détermination par virage coloré et de la détermination potentiométrique du point d'arrêt d'un titrage	15
Bibliographie	16

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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5983-2:2005), 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 partie de l'ISO 5983 n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

1 Domaine d'application

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

Elle peut être utilisée comme semi-microméthode de routine rapide utilisant la digestion en bloc, un catalyseur au cuivre et une distillation à la vapeur dans de l'acide borique.

La méthode est applicable à la détermination de l'azote Kjeldahl présent à plus de 0,5 % en fraction massique dans les aliments pour animaux, la nourriture pour animaux de compagnie et leurs matières premières.

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

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

NOTE S'il est nécessaire 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 référencé (y compris tous ses amendements) s'applique.

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

ISO 6498, *Aliments des animaux — Lignes directrices pour la préparation d'échantillons* ¹⁾

1) À publier. (Révision de l'ISO 6498:1998)

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 la présente partie de l'ISO 5983

NOTE La teneur en azote est exprimée sous forme de fraction massique en pourcentage ou en grammes par kilogramme.

3.2
teneur en protéines brutes
teneur en azote (3.1) exprimée en fraction massique multipliée par le facteur 6,25

NOTE La teneur en protéines brutes est exprimée sous forme de fraction massique en pourcentage ou en grammes par kilogramme.

4 Principe

La prise d'essai est digérée en utilisant un bloc de digestion ou un appareillage équivalent. L'acide sulfurique concentré sert à 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 employé pour accélérer la réaction. De l'hydroxyde de sodium est ajouté en excès au digestat refroidi afin de libérer l'ammoniac.

L'ammoniac libéré est distillé au moyen d'une unité de distillation à la vapeur, soit manuelle, soit partiellement ou entièrement automatisée. 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 employé, le titrage automatique de l'ammoniac est effectué simultanément à la distillation et le point d'arrêt du titrage peut également être détecté à l'aide d'un système potentiométrique de mesure du pH.

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

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de pureté équivalente.

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

Ces comprimés sont disponibles dans le commerce.

D'autres types de comprimés peuvent être utilisés à condition:

- a) 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
- b) qu'ils ne contiennent pas de sels de métaux toxiques tels que du sélénium ou du mercure.

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

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

5.4 Agent antimousse. Une préparation à base de silicone est recommandée, par exemple une émulsion aqueuse à 30 % en fraction massique.

5.5 Hydroxyde de sodium (NaOH) en solution, à environ 40 % en fraction massique, sans azote (< 5 µg 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, $c(H_3BO_3) = 40,0 \text{ g/l}$.

Dissoudre 400 g d'acide borique dans environ 5 l à 6 l d'eau chaude. Mélanger et ajouter encore de l'eau chaude jusqu'à un volume d'environ 9 l. Laisser refroidir à la 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 mélanger. 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). Il convient que la couleur vire au vert lorsqu'on ajoute 100 ml d'eau 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 la température ambiante et à l'abri de la lumière et des sources de vapeurs d'ammoniac.

5.8 Solution d'acide borique diluée, $c(H_3BO_3) = 10,0 \text{ g/l}$ (solution de piégeage facultative pour les titrateurs 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 chaude, agiter et ajouter encore de l'eau chaude jusqu'à un volume d'environ 9 l. Laisser refroidir à la 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 mélanger. 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). Il convient que la couleur vire au vert lorsqu'on ajoute 100 ml d'eau à 25 ml de la 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 la 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 % en fraction massique donne généralement de bons ajustements.

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

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 $[(NH_4)_2SO_4]$, min. 99,5 % en fraction massique, de pureté certifiée. Sécher le sulfate d'ammonium à $102 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ pendant 4 h et l'entreposer dans un dessiccateur.

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

5.11 Sulfate de fer(II) ammoniacal $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$, de pureté certifiée.

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

5.12 Substances étalons.

L'une des substances étalons 5.12.1 ou 5.12.2 peut être utilisée.

Outre les substances étalons répertoriées en 5.12.1 et 5.12.2, il convient d'utiliser aussi souvent que possible des substances de référence appropriées ayant des valeurs d'azote et de protéines Kjeldahl certifiées.

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

5.12.1 Tryptophane ($C_{11}H_{12}N_2O_2$), à point de fusion à 282 °C; teneur en azote de 137,2 g/kg. Sécher le tryptophane avant de l'employer.

5.12.2 Acétanilide (C_8H_9NO), de concentration minimale 99 % en fraction massique; teneur en azote de 103,6 g/kg. Ne pas sécher à l'étuve avant utilisation.

5.13 Saccharose ($C_{12}H_{22}O_{11}$), avec une teneur en azote inférieure ou égale à 0,002 % en fraction massique. Ne pas sécher à l'étuve avant utilisation.

6 Appareillage

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, muni d'une commande de température réglable et d'un dispositif de mesure de la température du bloc, pouvant être maintenu à 420 °C ± 5 °C.

6.3 Tubes de digestion, d'une capacité de 250 ml, utilisables avec le bloc de digestion (6.2).

6.4 Collecteur d'échappement, utilisable avec les tubes de digestion (6.3).

6.5 Laveur centrifugeur, pompe à filtre ou aspirateur, fabriqué avec un matériau résistant aux acides, utilisable avec l'alimentation en eau du réseau.

6.6 Pipettes automatiques (distributeurs), capables de délivrer des volumes allant jusqu'à 25 ml, ISO 8655-2 [6] (ISO 8655-5 [8]).

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 un auto-titrage.

6.9 Erlenmeyers, d'une capacité de 250 ml.

6.10 Burette, d'une capacité de 25 ml ou d'une autre capacité adaptée, permettant au minimum une lecture à 0,05 ml, ISO 385[1], classe A.

Une burette automatique, ISO 8655-3 [7], répondant aux mêmes exigences peut également être utilisée.

6.11 Titrateur automatique, avec un pH-mètre étalonné dans la plage de pH 4 à pH 7.

7 Échantillonnage

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire. 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 [5].

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

Généralement, il convient que les échantillons pour essai soient analysés par lots, conformément au mode opératoire spécifié. Pour les exigences 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.

- a) environ 1,0 g pour les substances contenant de 3 % à 30 % de protéines en fraction massique;
- b) environ 0,5 g pour les substances contenant de 30 % à 80 % de protéines en fraction massique;
- c) environ 0,3 g pour les substances contenant plus de 80 % de protéines en fraction massique.

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 (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 (6.6), ajouter 12 ml d'acide sulfurique (5.2) dans chaque tube. Utiliser 15 ml pour les substances particulièrement grasses (> 10 % de graisse en fraction massique). 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 doucement et laisser la réaction s'estomper. Autrement, on peut utiliser quelques gouttes d'agent antimousse (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 à 420 °C (6.2).

Après 10 min, diminuer le jet dans la trompe à eau jusqu'à ce que les fumées acides soient juste contenues à l'intérieur de la hotte d'évacuation. Il convient de maintenir une zone de condensation dans le tube. Après que le gros des fumées d'oxyde de soufre a été produit au cours des phases de digestion initiales, réduire la source de dépression afin d'éviter la perte d'acide sulfurique.

Digérer pendant encore 50 min. Il convient que le temps total de digestion soit d'environ 60 min.

Éteindre le bloc de digestion. Retirer le porte-éprouvettes avec l'échappement toujours en place et laisser refroidir 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 au préalable manuellement les échantillons avant distillation. Après avoir mis des gants et une protection oculaire, ajouter précautionneusement quelques millilitres d'eau dans chaque tube. S'il y a des éclaboussures, cela signifie que les tubes sont encore 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 ajoutent l'eau automatiquement. 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 d'ajouter 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 indiqué ci-dessous 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ca4ba1f8-3135-400c-b79a-5662de42fa4c/iso-5983-2-2009>

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

9.3.3.1 Titrage colorimétrique. Titrer le contenu de l'erlenmeyer (6.9) à l'aide de la solution étalon volumétrique d'acide chlorhydrique (5.9) en utilisant 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 valeur lue sur la 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.

9.3.3.2 Titrage potentiométrique. Titrer le contenu de l'erlenmeyer (6.9) à l'aide de la solution étalon volumétrique d'acide chlorhydrique (5.9) en utilisant un titrateur automatique correctement étalonné pourvu d'un pH-mètre (6.11). Le point d'arrêt du titrage est atteint à pH 4,6, ce qui représente le point où la pente de la courbe de titrage est la plus forte (point d'inflexion). Lire la quantité de solution titrée utilisée sur le titrateur automatique.

Suivre les instructions du fabricant pour le fonctionnement du distillateur ou du système combiné distillateur et titrateur 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 diluée (5.8).

9.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant le mode opératoire spécifié de 9.1 à 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. Enregistrer les valeurs du blanc. Si les valeurs du blanc changent, identifier la cause de ce changement.

Il convient que la quantité de solution de titrage utilisée pour l'essai à blanc soit toujours supérieure à 0,0 ml. Il convient que les blancs d'un même laboratoire soient homogènes dans la durée.

9.5 Essais de récupération

9.5.1 Généralités

Les essais de récupération à effectuer régulièrement afin de vérifier la justesse du mode opératoire et de l'équipement sont spécifiés 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 erlenmeyer. Ajouter tous les autres réactifs comme indiqué en 9.3. Digérer et distiller dans les mêmes conditions que pour l'échantillon. Les récupérations doivent être ≥ 99 % en fraction massique.

ISO 5983-2:2009

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 selon le mode opératoire spécifié de 9.1 à 9.3.3. Il convient que la récupération soit $\geq 99,5$ % en fraction massique pour l'acétanilide et $\geq 98,5$ % en fraction massique pour le tryptophane (Référence [9]).

9.5.4 Efficacité de la distillation et du titrage

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

9.5.5 Limites

Une récupération inférieure à la valeur spécifiée ou de plus de 101,0 % en fraction massique dans l'un des essais de récupération décrits ci-dessus indique des défauts dans les modes opératoires et/ou une concentration inexacte de la solution étalon volumétrique d'acide chlorhydrique (5.9).