
NORME INTERNATIONALE



937

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

Viandes et produits à base de viande — Détermination de la teneur en azote (Méthode de référence)

Meat and meat products — Determination of nitrogen content (Reference method)

Première édition — 1978-12-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 937:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc1c2bb5-3bcf-46f3-831f-e8685092039a/iso-937-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc1c2bb5-3bcf-46f3-831f-e8685092039a/iso-937-1978>

CDU 637.5 + 664.9 : 543.846

Réf. n° : ISO 937-1978 (F)

Descripteurs : viande, produit à base de viande, analyse chimique, dosage, azote.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 937 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.13.1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 937-1969, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Roumanie
Allemagne, R.F.	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Iran	Thaïlande
Canada	Irlande	Turquie
Colombie	Israël	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Norvège	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	
France	Portugal	

Les comités membres des pays suivants l'avaient désapprouvée pour des raisons techniques :

Nouvelle-Zélande
Pays-Bas

Viandes et produits à base de viande — Détermination de la teneur en azote (Méthode de référence)

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de la teneur en azote des viandes et des produits à base de viande.¹⁾

2 RÉFÉRENCE

ISO 3100, *Viandes et produits à base de viande — Échantillonnage*.

3 DÉFINITION

teneur en azote des viandes et des produits à base de viande : Quantité d'azote correspondant à l'ammoniac produit et déterminée dans les conditions spécifiées ci-après.

4 PRINCIPE

Attaque d'une prise d'essai par l'acide sulfurique concentré qui transforme l'azote organique en ions ammonium, en présence de sulfate de cuivre(II) comme catalyseur; alcalinisation, distillation de l'ammoniac libéré dans un excès de solution d'acide borique, titrage de l'ammoniac combiné avec l'acide borique par l'acide chlorhydrique et calcul, à partir de l'ammoniac produit, de la teneur en azote de l'échantillon.

5 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

5.2 Sulfate de potassium (K_2SO_4), anhydre.

5.3 Acide sulfurique, ρ_{20} 1,84 g/ml.

5.4 Hydroxyde de sodium, solution exempte de carbonate, contenant environ 33 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) pour 100 g de solution.

Dissoudre 500 g d'hydroxyde de sodium dans 1 000 ml d'eau.

5.5 Acide borique, solution.

Dissoudre 40 g d'acide borique (H_3BO_3) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

5.6 Acide chlorhydrique, solution titrée 0,1 N, la normalité étant connue avec quatre décimales.

5.7 Indicateur, solution: indicateur mixte (rouge de méthyle-bleu de méthylène)²⁾, préparé par dissolution de 2 g de rouge de méthyle et de 1 g de bleu de méthylène dans 1 000 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

Le changement de couleur de la solution d'indicateur a lieu pour un pH de 5,4.

Conservation de la solution d'indicateur dans une bouteille foncée dans un endroit sombre et frais.

5.8 Régularisateurs d'ébullition.

5.8.1 Pour l'attaque

Billes en verre, carbure de silicium ou éclats de porcelaine dure.

5.8.2 Pour la distillation

Carbure de silicium ou morceaux de pierre ponce récemment incinérés.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Hachoir mécanique à viande, type de laboratoire, muni d'une plaque perforée dont les trous ont un diamètre ne dépassant pas 4 mm.

6.2 Papier sulfurisé, d'environ 9 cm × 6 cm.

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

2) Communément nommé indicateur de *Tashiro*.

6.3 Burette, de 50 ml de capacité, conforme à l'ISO/R 385, classe A.

6.4 Matras de Kjeldahl, de 800 ml de capacité maximale, muni, si nécessaire, d'un bouchon en verre piriforme s'adaptant librement au sommet du col.

6.5 Appareil d'entraînement par la vapeur, ou, en variante, appareil de distillation ordinaire.

6.6 Dispositif de chauffage, sur lequel le matras de Kjeldahl peut être chauffé en position inclinée de manière que la source de chaleur n'atteigne que la partie de la paroi du matras située au-dessous du niveau du liquide. Par exemple, une plaque d'amiante pourvue d'un trou circulaire convient dans le cas d'un chauffage par le gaz, afin que seule la partie inférieure du matras soit exposée à la flamme nue.

6.7 Dispositif d'aspiration, pour les vapeurs d'acide libérées pendant l'attaque.

6.8 Balance analytique.

7 ÉCHANTILLON

7.1 Opérer sur un échantillon représentatif d'au moins 200 g. Voir ISO 3100.

7.2 Conserver l'échantillon de façon à éviter toute détérioration et tout changement dans sa composition. Les agents de conservation, s'il y en a, ne doivent pas contenir de composants azotés en quantités mesurables.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre l'échantillon homogène par au moins deux passages dans le hachoir à viande (6.1) et mélange. Garder l'échantillon dans un flacon fermé, étanche et rempli complètement, et le conserver de façon à éviter toute détérioration et tout changement dans sa composition. Analyser l'échantillon dès que possible après l'homogénéisation, mais toujours dans les 24 h.

8.2 Prise d'essai

Placer quelques régularisateurs d'ébullition (5.8) dans le matras de Kjeldahl (6.4), puis ajouter environ 15 g du sulfate de potassium anhydre (5.2) et 0,5 g du sulfate de cuivre(II) (5.1).

Peser, à 0,001 g près, environ 2 g (ou 1,5 g dans le cas d'un échantillon très gras) de l'échantillon pour essai (8.1) sur un morceau de papier sulfurisé (6.2).

Introduire le papier sulfurisé et la prise d'essai dans le matras de Kjeldahl.

8.3 Détermination

Ajouter, dans le matras de Kjeldahl, 25 ml de l'acide sulfurique (5.3). Mélanger doucement la solution par rotation. Le cas échéant, un bouchon piriforme en verre peut être introduit dans le col du matras, l'extrémité effilée étant dirigée vers le bas.

Placer le matras en position inclinée (inclinaison d'environ 40° par rapport à la verticale) sur le dispositif de chauffage (6.6). Le chauffer d'abord doucement, jusqu'à ce que la formation de mousse cesse et que le contenu se soit complètement liquéfié. Puis attaquer en chauffant vigoureusement et en faisant tourner périodiquement le matras, jusqu'à ce que le liquide soit complètement limpide et de teinte claire bleu-vert. Maintenir le liquide à ébullition durant encore 90 min.

La totalité de l'attaque doit s'effectuer en un minimum de 2 h. Prendre soin qu'aucun liquide condensé ne coule sur la paroi extérieure du matras. Éviter que trop d'acide sulfurique ne s'échappe par suite d'une surchauffe pendant l'attaque, ce qui risquerait d'entraîner une perte d'azote.

Refroidir à environ 40 °C et ajouter, avec précaution, environ 50 ml d'eau. Mélanger et laisser refroidir.

Verser, au moyen d'une éprouvette graduée, 50 ml de la solution d'acide borique (5.5) dans une fiole conique d'environ 500 ml de capacité, ajouter 4 gouttes de la solution d'indicateur (5.7), mélanger et placer la fiole sous le réfrigérant de l'appareil de distillation (6.5) de façon que l'extrémité de l'allonge plonge dans le liquide.

Opérer sur le contenu du matras de Kjeldahl selon l'une des deux techniques suivantes :

a) En cas d'entraînement par la vapeur

Transvaser le contenu du matras de Kjeldahl dans l'appareil de distillation et rincer le matras avec environ 50 ml d'eau. Ajouter, au moyen d'une éprouvette graduée, 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.4), en les versant avec soin le long du col incliné du matras, afin que les deux couches ne se mélangent pas dans le matras. Relier immédiatement le matras à la tête à distiller de l'appareil de distillation. Chauffer le liquide alcalin en le faisant traverser par la vapeur jusqu'à ébullition et maintenir celle-ci durant 20 min. Chauffer d'abord lentement afin de réduire à un minimum la formation de mousse. Le volume de distillat recueilli doit être d'au moins 150 ml.

b) En cas de distillation ordinaire

Diluer, avec précaution, le contenu du matras de Kjeldahl avec 300 ml d'eau et agiter par rotation. Transvaser, si nécessaire, dans une fiole de 1 litre. Après environ 15 min, ajouter, au moyen d'une éprouvette graduée, 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.4), en les versant avec soin le long du col incliné du matras, afin que les deux couches ne se mélangent pas dans le matras. Relier immédiatement le matras à la tête à distiller de l'appareil de distillation.

Distiller au moins 150 ml du liquide, même si le mélange présente des soubresauts irréguliers. Poursuivre la distillation jusqu'à ce que le mélange commence à présenter des soubresauts ou jusqu'à l'obtention de 250 ml de distillat. S'assurer que le distillat est effectivement refroidi et éviter que la solution d'acide borique ne s'échauffe.

Dans les deux cas, juste avant la fin de la distillation, abaisser la fiole conique afin que l'extrémité de l'allonge soit au-dessus du niveau du liquide. Rincer l'extrémité de l'allonge au-dessus du liquide (à l'intérieur et à l'extérieur) avec un peu d'eau. Vérifier que la distillation de l'ammoniac est achevée, au moyen d'un papier de tournesol rouge, humecté avec de l'eau distillée; sa couleur ne doit pas être modifiée par le liquide provenant du réfrigérant. Arrêter le chauffage. Si la distillation se révèle être incomplète, effectuer une nouvelle détermination en se conformant soigneusement aux indications.

Titre le contenu de la fiole conique avec la solution d'acide chlorhydrique (5.6). Noter le volume de solution d'acide chlorhydrique nécessaire, en l'estimant à 0,02 ml près.

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai.

8.4 Essai à blanc

Effectuer toujours un essai à blanc (en double) lorsque de nouveaux lots de réactifs ou des solutions fraîchement préparées sont utilisés. Il est recommandé d'effectuer périodiquement un essai à blanc pour les réactifs et les solutions qui ont déjà été utilisés depuis quelque temps.

Effectuer cet essai à blanc selon 8.3, en prenant uniquement un morceau de papier sulfurisé (6.2).

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Mode de calcul et formule

La teneur en azote, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$0,0014 \times (V_1 - V_0) \times \frac{100}{m}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de solution d'acide chlorhydrique 0,1 N, utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de solution d'acide chlorhydrique 0,1 N, utilisé pour la détermination;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

NOTE — Si la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée n'a pas exactement la concentration prévue en 5.6, un facteur de correction approprié doit être utilisé pour le calcul du résultat.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (voir 9.2) sont remplies.

Exprimer le résultat à 0,01 g près d'azote pour 100 g d'échantillon.

9.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées presque simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,10 g d'azote pour 100 g d'échantillon.

10 REMARQUES

10.1 La détermination doit être effectuée dans une pièce exempte de vapeur d'ammoniac.

10.2 Il est également possible d'effectuer le dosage sur une partie aliquote du contenu du matras de Kjeldahl. Dans ces conditions, des modifications appropriées doivent être apportées à l'appareillage et au mode opératoire (quantités et concentrations des réactifs utilisés, temps de distillation, volume de distillat). Ces modifications doivent être mentionnées dans le procès-verbal d'essai.

10.3 L'azote provenant de composés organiques non protéiques sera inclus dans la détermination, et ainsi des résultats inexacts de teneur en protéines seront obtenus si la teneur en protéines est calculée à partir de la teneur en azote.

Si, outre le résultat en azote, on veut exprimer le résultat en protéines, il faut indiquer le coefficient utilisé.

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu, en azote; si le résultat en protéines est demandé, le coefficient utilisé doit également être donné. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs (notamment si le dosage a été effectué sur une partie aliquote — voir 10.2), ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 937:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe1c2bb5-3bcf-46f3-831f-e8685092039a/iso-937-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 937:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe1c2bb5-3bcf-46B-831f-e8685092039a/iso-937-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 937:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe1c2bb5-3bcf-46f3-831f-e8685092039a/iso-937-1978>