
NORME INTERNATIONALE



2164

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

Légumineuses — Dosage des hétérosides cyanogénétiques

Pulses — Determination of glycosidic hydrocyanic acid

Première édition — 1975-09-15

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2164:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0835d030-fe21-47c4-9f41-1a1ef1b44b5c/iso-2164-1975>

CDU 635.6 : 543.8 : 546.267

Réf. n° : ISO 2164-1975 (F)

Descripteurs : légumineuse en grain, analyse chimique, dosage, acide cyanhydrique, méthode volumétrique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2164 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et soumise aux Comités Membres en avril 1974.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Portugal
Allemagne	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Iran	Turquie
Canada	Israël	Yougoslavie
Chili	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Légumineuses — Dosage des hétérosides cyanogénétiques

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage des hétérosides cyanogénétiques dans les légumineuses.

La méthode est d'application générale, mais il peut être nécessaire de la modifier lorsque des sulfures ou certains composés sulfurés sont présents. En leur absence, il est possible d'utiliser un mode opératoire par mercurimétrie; les détails de ce mode opératoire sont donnés en annexe.

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 951, *Légumineuses — Échantillonnage*.

ISO 2170, *Céréales et légumineuses — Échantillonnage des produits de mouture*.

3 DÉFINITION

hétérosides cyanogénétiques des légumineuses: Acide cyanhydrique, déterminé dans les conditions de la méthode décrite.

La teneur en hétérosides cyanogénétiques s'exprime en milligrammes d'acide cyanhydrique (HCN) par kilogramme de produit.

4 PRINCIPE

Après hydrolyse des hétérosides, distillation par entraînement à la vapeur d'eau de l'acide cyanhydrique libéré par cette hydrolyse.

Détermination de la quantité d'acide obtenue :

— soit par titrage direct de cet acide dans le distillat, à l'aide d'une solution de nitrate d'argent en milieu ammoniacal et en présence d'iodure de potassium; l'acide cyanhydrique donne un complexe soluble $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$ et la fin du titrage est caractérisée par l'apparition d'un louche permanent d'iodure d'argent;

— soit par titrage en retour d'un excès de solution de nitrate d'argent, à l'aide d'une solution de thiocyanate d'ammonium, en milieu d'acide nitrique suffisamment dilué et en présence d'ions de fer(III); l'acide cyanhydrique est précipité sous forme de cyanure d'argent (AgCN).

5 RÉACTIFS

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

5.1 Dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4), solution à 20 g/l.

5.2 Acétate de sodium, solution à 20 g/l, amenée à pH $5,0 \pm 0,5$ par quelques millilitres d'acide acétique.

5.3 Hydroxyde de sodium, en pastilles.

5.4 Hydroxyde d'ammonium, solution environ 6 N (ρ_{20} 0,96 g/ml), obtenue en diluant à volumes égaux une solution d'hydroxyde d'ammonium, ρ_{20} 0,92 g/ml, avec de l'eau.

Pour le titrage direct :

5.5 Nitrate d'argent, solution titrée 0,01 N.

5.6 Iodure de potassium (KI), solution à 50 g/l.

Pour le titrage en retour :

5.7 Acide nitrique, ρ_{20} 1,38 g/ml.

5.8 Nitrate d'argent, solution titrée 0,02 N.

5.9 Thiocyanate d'ammonium, solution titrée 0,02 N.

5.10 Indicateur, préparé en mélangeant une partie en volume de l'acide nitrique (5.7) et une partie en volume de solution saturée de sulfate double de fer(III) et d'ammonium.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Broyeur mécanique, d'un nettoyage facile, permettant le broyage des échantillons sans échauffement et sans modification sensible de leur teneur en eau.

6.2 Tamis, de 1 mm d'ouverture de maille.

6.3 Balance.

6.4 Incubateur, réglé pour opérer à 38 ± 2 °C.

6.5 Appareil de distillation par entraînement à la vapeur d'eau, muni d'un ballon à col rodé de 1 l. Ce ballon mobile doit pouvoir être bouché hermétiquement par un bouchon rodé. L'extrémité du réfrigérant doit être munie d'une allonge à pointe effilée.

6.6 Bain d'eau glacée

Pour le titrage direct :

6.7 Fiole jaugée, de 250 ml.

6.8 Pipette, de 100 ml.

Pour le titrage en retour :

6.9 Fioles jaugées, de 250 et 500 ml.

7 ÉCHANTILLONNAGE

Préparer un échantillon pour laboratoire de dimensions appropriées, en opérant conformément à l'ISO/R 951 ou l'ISO 2170.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Broyer environ un vingtième de l'échantillon pour laboratoire dans le broyeur mécanique (6.1) préalablement bien nettoyé, pour parfaire le nettoyage de l'appareil. Rejeter cette mouture. Broyer ensuite le reste, pour le réduire à l'état de particules pouvant traverser complètement le tamis (6.2), le recueillir, le mélanger avec soin et l'analyser sans délai.

Dans le cas des produits de mouture, utiliser l'échantillon tel quel.

8.2 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, 20 g environ de l'échantillon pour essai (8.1).

8.3 Détermination

8.3.1 Méthodes d'hydrolyse

L'hydrolyse peut être réalisée selon l'un des deux procédés suivants (8.3.1.1 ou 8.3.1.2).

Si le pouvoir enzymatique de l'échantillon ne semble pas suffisant, l'attaque enzymatique doit être utilisée de préférence.

8.3.1.1 ATTAQUE ENZYMATIQUE

Introduire la prise d'essai (8.2) dans le ballon de 1 l (6.5). Ajouter 50 ml d'eau contenant 2 amandes douces pilées (masse totale de 1,5 à 2,0 g). Boucher le ballon hermétiquement et le maintenir durant 2 h dans l'incubateur (6.4) réglé à 38 °C.

NOTE — Vérifier que les amandes utilisées ne contiennent pas d'acide cyanhydrique libérable dans les conditions de l'essai.

Refroidir le ballon et son contenu dans le bain d'eau glacée (6.6).

Ajouter 80 ml d'eau, 10 ml de la solution d'acétate de sodium (5.2) et 1 goutte d'un agent antimousse. Adapter immédiatement le ballon à l'appareil à distiller (6.5).

8.3.1.2 AUTRE PROCÉDÉ D'ATTAQUE

Introduire la prise d'essai (8.2) dans le ballon de 1 l (6.5), ajouter 50 ml d'eau distillée et 10 ml de la solution d'acétate de sodium (5.2) ou de la solution de dihydrogénophosphate de potassium (5.1). Boucher hermétiquement, homogénéiser et maintenir le ballon durant 12 h dans l'incubateur (6.4) réglé à 38 °C.

Refroidir le ballon et son contenu par immersion dans le bain d'eau glacée (6.6), ajouter 80 ml d'eau et 1 goutte d'un agent antimousse; adapter immédiatement le ballon à l'appareil de distillation (6.5).

8.3.2 Distillation

Distiller en recueillant environ 100 ml de distillat.

Si l'on se propose d'employer la méthode de titrage direct (8.3.3.1) en présence de l'iodure de potassium (5.6), recueillir le distillat au sein de 20 ml d'eau distillée contenant 1 g de l'hydroxyde de sodium (5.3). (Solution A.)

Si l'on utilise la méthode de titrage en retour (8.3.3.2) par la solution de thiocyanate (5.9), recueillir le distillat au sein d'un volume de 20 à 50 ml de la solution de nitrate d'argent 0,02 N (5.8) additionnée de 1 ml de l'acide nitrique (5.7). (Solution B.) Le volume de solution de nitrate d'argent à utiliser dépend de la teneur présumée en acide cyanhydrique.

8.3.3 Titrage

8.3.3.1 TITRAGE DIRECT

Transvaser la solution A dans la fiole jaugée de 250 ml (6.7), amener au trait repère avec de l'eau distillée et mélanger soigneusement. Prélever à la pipette 100 ml, les verser dans un bécher. Ajouter 2 ml de la solution d'iodure de potassium (5.6) et 1 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (5.4).

Effectuer le titrage à l'aide de la solution de nitrate d'argent 0,01 N (5.5) jusqu'à apparition d'un louche persistant. Pour apprécier commodément la fin du titrage, il est recommandé de faire l'observation sur un fond noir.

Faire un second titrage sur une nouvelle portion de 100 ml du distillat, et prendre la moyenne des deux titrages.

8.3.3.2 TITRAGE EN RETOUR

Transvaser la solution B dans une fiole jaugée de 500 ml (6.9) et amener au trait repère avec de l'eau distillée; bien mélanger et filtrer à travers un filtre sec, en recevant le filtrat dans un récipient sec.

Ajouter 2 à 3 ml de l'indicateur (5.10) à 250 ml de filtrat (mesurés au moyen d'une fiole jaugée (6.9)) et titrer avec la solution de thiocyanate d'ammonium (5.9), en agitant, jusqu'à coloration brun-rouge permanente.

8.3.4 Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

8.4 Recherche des sulfures

Un précipité presque noir indique la présence d'une quantité significative de sulfures, alors qu'un précipité brunâtre indique seulement une très faible teneur en sulfures (voir chapitre 10).

8.5 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions que dans le dosage proprement dit, mais en remplaçant le distillat par de l'eau distillée.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Titrage direct

La teneur en hétérosides cyanogénétiques, exprimée en milligrammes d'acide cyanhydrique (HCN) par kilogramme d'échantillon, est donc égale à

$$0,54 (V_0 - V_1) \times \frac{250}{100} \times \frac{1\,000}{m} = \frac{1\,350 (V_0 - V_1)}{m}$$

où

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

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (5.5) utilisé lors du dosage proprement dit;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (5.5) utilisé lors de l'essai à blanc.

9.2 Titrage en retour

La teneur en hétérosides cyanogénétiques, exprimée en milligrammes d'acide cyanhydrique (HCN) par kilogramme d'échantillon, est égale à

$$0,54 (V_3 - V_2) \times \frac{500}{250} \times \frac{1\,000}{m} = \frac{1\,080 (V_3 - V_2)}{m}$$

où

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

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium (5.9) utilisé lors du dosage proprement dit;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium (5.9) utilisé lors de l'essai à blanc.

NOTE (pour 9.1 et 9.2) — Si la solution titrée utilisée n'a pas exactement le titre indiqué dans la liste des réactifs, un facteur de correction approprié doit être utilisé pour le calcul des résultats.

9.3 Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

Exprimer le résultat avec une seule décimale.

NOTE — Si le résultat obtenu est inférieur à 10 mg d'acide cyanhydrique par kilogramme d'échantillon, considérer que l'échantillon est pratiquement exempt d'hétérosides cyanogénétiques.

10 NOTE SUR LE MODE OPÉRATOIRE

Si le distillat contient des sulfures ou des composés sulfurés, on observe un précipité noir plus ou moins abondant par action sur l'ion argent. Dans ce cas, il convient de recommencer l'opération en utilisant seulement la méthode de titrage direct (8.3.3.1) modifiée en remplaçant le premier alinéa par :

Transvaser le distillat dans la fiole jaugée de 250 ml (6.7), amener au trait repère avec de l'eau distillée et mélanger soigneusement. Prélever à la pipette 100 ml et les verser dans un bécher. Ajouter 5 ml de solution de nitrate de plomb à 5 g/l et mélanger. Après 15 min de repos, filtrer, en lavant à trois reprises le bécher, le précipité et le filtre avec 10 ml d'eau à chaque fois. Ajouter au filtrat et aux liquides de lavage 2 ml de la solution d'iodure de potassium (5.6) et 1 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (5.4).

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal doit indiquer la méthode utilisée, le mode d'attaque, ainsi que le mode de titrage utilisé et le résultat obtenu. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou facultatifs, 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.

ANNEXE

DOSAGE DES HÉTÉROSIDES CYANOGENÉTIQUES PAR LA MÉTHODE MERCURIMÉTRIQUE

A.0 INTRODUCTION

Si le distillat ne contient pas de sulfures ou de composés sulfurés, la teneur en hétérosides cyanogénétiques dans les légumineuses peut également être déterminée par titrage en retour au moyen d'une solution de nitrate mercurique.

Il convient, dans ce cas, d'appliquer la méthode décrite dans la présente Norme Internationale, en y apportant les modifications suivantes aux chapitres et paragraphes mentionnés ci-après.

A.1 PRINCIPE

Modification de la méthode par titrage en retour, en remplaçant la solution de nitrate d'argent par une solution de nitrate de mercure(II).

A.2 RÉACTIFS

Remplacer le réactif 5.8, **Nitrate d'argent**, solution titrée 0,02 N, par : **Nitrate de mercure(II)**, solution titrée 0,02 N.

A.3 MODE OPÉRATOIRE

A.3.1 Distillation

Remplacer les deux derniers alinéas de 8.3.2 par :

« Recueillir le distillat au sein d'un volume de 20 à 50 ml de la solution de nitrate de mercure(II) 0,02 N (A.2),

additionné de 1 ml de l'acide nitrique (5.7). (Solution B.)
Le volume de solution de nitrate de mercure(II) à utiliser dépend de la teneur présumée en acide cyanhydrique. »

A.3.2 Titration en retour

Remplacer 8.3.3.2 par :

« Ajouter, à la solution B, 1 à 2 ml de l'indicateur (5.10), refroidir jusqu'à une température inférieure à 15 °C, et titrer avec la solution de thiocyanate d'ammonium (5.9), en agitant, jusqu'à coloration brun-rouge permanente.

Maintenir la température au-dessous de 15 °C jusqu'à la fin du titrage. »

A.4 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Titration en retour

Remplacer le premier alinéa de 9.2 par :

« La teneur en hétérosides cyanogénétiques, exprimée en milligrammes d'acide cyanhydrique (HCN) par kilogramme d'échantillon, est égale à

$$0,54 (V_3 - V_2) \times \frac{1\,000}{m} = \frac{540 (V_3 - V_2)}{m} \text{ »}$$

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2164:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0835d030-fe21-47c4-9f41-1a1ef1b44b5c/iso-2164-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2164:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0835d030-fe21-47c4-9f41-1a1ef1b44b5c/iso-2164-1975>