

NORME INTERNATIONALE 3099

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

Tourteaux de graines oléagineuses — Dosage de l'azote total

Oilseed residues — Determination of total nitrogen content

Première édition — 1974-12-15

Résultats votés
Comités membres:
21 voix en faveur
sur 22
(La Thaïlande a
voté contre
l'annulation.)

À annuler
car la méthode
générale spécifiée
dans l'ISO 5983
convient mieux.
SPG

CDU 665.117 : 543.846

Réf. N° : ISO 3099-1974 (F)

Descripteurs : oléagineux, tourteau, analyse chimique, dosage, azote.

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 3099 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et soumise aux Comités Membres en avril 1973.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Ethiopie	Pays-Bas
Allemagne	France	Pologne
Autriche	Hongrie	Roumanie
Brésil	Inde	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Israël	Thaïlande
Canada	Mexique	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Tourteaux de graines oléagineuses — Dosage de l'azote total

0 INTRODUCTION

Il est établi que les différents laboratoires dans le monde utilisent un grand nombre de variantes de la méthode de Kjeldahl. Il ne paraît donc pas possible d'avoir un mode opératoire unique acceptable par tous les analystes.

Pour cette raison, un document général a été publié sur la méthode de Kjeldahl et fait l'objet de l'ISO/R 1871, *Produits agricoles alimentaires — Directives générales pour le dosage de l'azote selon la méthode de Kjeldahl*.

La présente Norme Internationale est basée sur le texte de l'ISO/R 1871, et en indique les modalités d'application dans le cas particulier des tourteaux de graines oléagineuses.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage de l'azote total des tourteaux restant après traitement des graines oléagineuses par pression, ou extraction au moyen d'un solvant.

La méthode n'est pas applicable aux produits composés obtenus à partir de ces tourteaux.

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 771, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles*.

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

ISO..., *Tourteaux de graines oléagineuses — Échantillonnage*.¹⁾

ISO..., *Tourteaux de graines oléagineuses — Réduction des échantillons pour laboratoire en échantillons pour analyse*.¹⁾

3 PRINCIPE

Minéralisation du produit selon la méthode de Kjeldahl, par l'acide sulfurique, en présence d'un catalyseur, alcalinisation des produits de la réaction, distillation et titrage de l'ammoniac libéré.

4 RÉACTIFS

4.1 Acide sulfurique, pratiquement exempt de composés azotés, ρ_{20} 1,83 à 1,84 g/ml.

4.2 Catalyseurs, ou «catalyseur composé» comprenant :

4.2.1 Sulfate de potassium pur, ou **sulfate de sodium anhydre**, pur.

4.2.2 Catalyseur proprement dit (par exemple oxyde de mercure(II), sulfate de cuivre(II)) ou **mélange de catalyseurs**.

Tous les catalyseurs efficaces et satisfaisant aux essais à blanc et aux essais de contrôle indiqués dans l'ISO/R 1871 sont admis.

4.3 Hydroxyde de sodium, solution pratiquement exempte de carbonate, ρ_{20} 1,33 g/ml (environ 10 N ou 30 % (m/m)).

4.4 Acide chlorhydrique, solution titrée, de préférence 0,1 N ou 0,2 N (voir aussi 9.2).

4.5 Indicateur de titrage.

Utiliser un indicateur virant aux environs de pH 5,5 (par exemple l'indicateur mixte obtenu en ajoutant 15 ml d'une solution aqueuse à 0,1 % de bleu de méthylène; à 100 ml d'une solution à 0,02 % de rouge de méthyle dans du méthanol à 60 %), ou tout autre dispositif électrométrique donnant des résultats satisfaisants aux essais de contrôle indiqués dans l'ISO/R 1871.

5 APPAREILLAGE

5.1 Balance analytique

5.2 Appareillage nécessaire pour la minéralisation, la distillation et le titrage.

Tous les appareils qui satisfont aux essais de contrôle indiqués dans l'ISO/R 1871 sont admis.

1) En préparation.

6 ÉCHANTILLONNAGE

Voir l'ISO..., *Tourteaux de graines oléagineuses – Échantillonnage*.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai selon la méthode spécifiée dans l'ISO..., *Tourteaux de graines oléagineuses – Réduction des échantillons pour laboratoire en échantillons pour analyse*.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, aussitôt après le broyage final, 2 g environ de l'échantillon pour essai (7.1). La prise d'essai doit être représentative de l'échantillon pour laboratoire.

7.3 Détermination

Utiliser une quelconque des nombreuses variantes de la méthode de Kjeldahl, à condition que la variante choisie soit soigneusement vérifiée au préalable et donne des résultats satisfaisants aux essais de contrôle indiqués dans l'ISO/R 1871.

Effectuer les opérations correspondant aux différentes phases de la détermination (minéralisation, alcalinisation, distillation, titrage) conformément à l'ISO/R 1871 (voir aussi chapitre 9).

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai (7.1).

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Mode de calcul et formules.

8.1.1 Lorsque l'alcalinisation et la distillation de l'ammoniac ont été effectuées sur la totalité de la liqueur acide contenant les produits de minéralisation de la prise d'essai (7.2), la teneur en azote total, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai (7.1), est égale à

$$\frac{(V_1 - V_0) \times T \times 0,014}{m} \times 100$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution acide de titre connu (4.4), nécessaire pour neutraliser l'ammoniac provenant de la prise d'essai et des réactifs;

V_0 est le volume, en millilitres, de la même solution acide, utilisé lors de l'essai à blanc prescrit par l'ISO/R 1871;

T est la normalité de la solution acide (4.4) utilisée pour les titrages ci-dessus;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations effectuées.

Exprimer le résultat avec deux décimales.

8.1.2 Lorsque l'alcalinisation et la distillation de l'ammoniac ont été effectuées sur une partie aliquote (voir 9.2) de la liqueur acide contenant les produits de minéralisation de la prise d'essai (7.2), la teneur en azote total, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai (7.1), est égale à

$$\frac{(v_1 - v_0) \times T \times 0,014}{m} \times \frac{V_3}{V_2} \times 100$$

où

v_1 est le volume, en millilitres, de la solution acide de titre connu (4.4), nécessaire pour neutraliser l'ammoniac provenant de la partie aliquote utilisée et des réactifs correspondants;

v_0 est le volume, en millilitres, de la même solution acide, utilisé lors de l'essai à blanc prescrit par l'ISO/R 1871;

T est la normalité de la solution acide (4.4) utilisée pour les titrages ci-dessus;

V_2 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote utilisée;

V_3 est le volume total, en millilitres, de la liqueur acide obtenue à partir de la prise d'essai (7.2);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations effectuées.

Exprimer le résultat avec deux décimales.

8.1.3 Dans le cas des produits à teneur élevée en eau et en matières volatiles, pour lesquels la préparation de l'échantillon pour essai (7.1) a été précédée par un séchage partiel, la teneur en azote total, en pourcentage en masse, du produit initial tel quel, est calculée en multipliant le résultat obtenu ci-dessus (voir 8.1.1 ou 8.1.2) par un coefficient de correction, calculé selon la formule

$$\frac{100 - U_0}{100 - U}$$

où

U_0 est la teneur en eau et matières volatiles, en pourcentage en masse, de l'échantillon avant le séchage partiel préliminaire, déterminée selon l'ISO/R 771;

U est la teneur en eau et matières volatiles, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai (7.1) ayant subi un séchage partiel préliminaire, déterminée selon l'ISO/R 771.

8.1.4 Sur demande, la teneur en azote total, en pourcentage en masse, peut être rapportée à la manière sèche et calculée selon la formule

$$N \times \frac{100}{100 - U}$$

où

N est la teneur en azote total, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai (7.1), calculée comme en 8.1.1 ou 8.1.2;

U est la teneur en eau et matières volatiles du même échantillon, déterminée selon l'ISO/R 771.

8.1.5 Le résultat peut être exprimé aussi en pourcentage en masse de protéine brute du produit analysé, en multipliant par le facteur conventionnel 6,25 la teneur en azote total calculée, suivant le cas, comme en 8.1.1, 8.1.2 ou 8.1.3 (s'il est demandé d'indiquer la teneur en protéine brute du produit tel quel), ou comme en 8.1.4 s'il s'agit de rapporter la teneur en protéine brute à la matière sèche.

Exprimer le résultat ainsi calculé avec une seule décimale.

8.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas être supérieure à 0,08 g d'azote (ce qui correspond à 0,5 g de protéine brute) pour 100 g de produit.

Si la différence est plus grande, répéter l'analyse sur deux autres prises d'essai. Si cette fois encore la différence dépasse 0,08 g d'azote (respectivement, 0,5 g de protéine brute), prendre comme résultat la moyenne arithmétique des quatre déterminations effectuées.

9 NOTES SUR LES RÉACTIFS ET LE MODE OPÉRAIRE

9.1 Selon la nature du catalyseur et les procédés de distillation et de titrage choisis, on pourra utiliser aussi d'autres réactifs, correspondant aux nécessités du mode opératoire adopté, par exemple :

9.1.1 Hypophosphite de sodium ou de potassium (pour précipiter le mercure, lorsque le catalyseur contient cet élément).

9.1.2 Acide borique pur, solution à 4 % ou moins concentrée si nécessaire (pour fixer l'ammoniac distillé). Préparer cette solution avec de l'eau distillée dont on a éliminé le dioxyde de carbone par ébullition, et la conserver dans un flacon en verre ne cédant pas d'alcali.

9.1.3 Hydroxyde de sodium, solution titrée, de préférence 0,1 N, exempte de carbonate (si l'ammoniac est reçu dans un excès d'acide chlorhydrique (4.4) et si le titrage est effectué en retour).

9.2 Pour les produits très riches en azote total, il est préférable d'opérer sur une prise d'essai de 2 g et

a) d'utiliser, pour le titrage, un acide chlorhydrique de normalité supérieure à 0,1 N (par exemple 0,2 N ou même 0,5 N), ou

b) de ne soumettre à l'alcalinisation et à la distillation qu'une partie aliquote de la liqueur acide contenant les produits de la minéralisation, préalablement transvasée dans une fiole jaugée et portée à un volume défini (par exemple, 250 ml); cette partie aliquote sera choisie selon la teneur présumée en azote total du produit analysé et la normalité de la solution acide de titrage (par exemple, si celle-ci est décimale, prendre une partie aliquote ne contenant pas plus de 50 mg d'azote, ce qui correspond à 36 ml environ de solution 0,1 N).

Toutefois, on peut réduire la masse de la prise d'essai à 1 g et même à 0,5 g, mais seulement si l'échantillon pour essai (7.1) est suffisamment homogène, ce qui n'est généralement pas le cas des tourteaux.

9.3 Commencer la minéralisation par un chauffage modéré, afin d'éviter l'éventuelle formation d'une mousse trop abondante. Intensifier le chauffage dès que le mélange réactionnel a cessé de mousser. Pour cette seconde phase de la minéralisation, il convient d'utiliser une source de chaleur capable de porter de 20 °C jusqu'à l'ébullition, dans un délai de 4 à 5 min, 250 ml d'eau, introduits dans un ballon de Kjeldahl de 500 ml.

9.4 Lorsqu'on se trouve en présence d'un type de produit dont la vitesse de minéralisation est inconnue, il est recommandé de faire quelques essais préalables pour déterminer le temps de minéralisation convenable. Par exemple, chauffer le ballon, après que son contenu s'est éclairci et ne change plus de teinte, durant encore 30 à 90 min, et comparer les résultats respectifs. Un chauffage complémentaire de 30 à 40 min est généralement suffisant.

9.5 Lorsque le catalyseur utilisé renferme du mercure, celui-ci doit être précipité avant de procéder à la distillation de l'ammoniac. Utiliser dans ce but, de préférence, l'hypophosphite de sodium ou de potassium (voir 9.1.1) (1 g de ce réactif suffit pour précipiter jusqu'à 1 g de mercure) et l'introduire à l'état sec, après la dilution des produits de la minéralisation et avant l'alcalinisation du milieu.

9.6 Pour éviter les soubresauts pendant la distillation, ne pas utiliser des granules de zinc lorsque le catalyseur renferme du cuivre, le dégagement trop vif de l'hydrogène pouvant provoquer la dispersion du liquide alcalin en gouttelettes très fines, susceptibles d'être entraînées dans le distillat. Au lieu des granules de zinc, prendre quelques billes de verre.

9.7 Si le distillat ammoniacal est reçu dans une solution d'acide borique (9.1.2), il convient d'utiliser au moins 10 ml d'une telle solution à 4 % environ pour retenir l'ammoniac correspondant à 20 mg d'azote. Dans ce cas,

avant d'effectuer le titrage, refroidir la solution finale, si nécessaire, afin d'obtenir une température inférieure à 25 °C. Une température plus élevée, due au refroidissement insuffisant du distillat, agirait sur la concentration en ions hydrogène et, en conséquence, sur la zone de virage de l'indicateur.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon et indiquer le résultat obtenu, en précisant clairement si

celui-ci représente la teneur en azote total du produit tel quel ou la teneur en azote total du produit, rapportée à la matière sèche. Si le résultat est exprimé en protéine brute, le procès-verbal doit indiquer aussi le facteur de multiplication utilisé pour convertir la teneur en azote total en teneur en protéine brute, ici 6,25.

Il doit, en outre, indiquer si la méthode utilisée est conforme à la présente Norme Internationale et à l'ISO/R 1871, et indiquer tous les détails opératoires non prévus dans l'ISO/R 1871 et dans la présente Norme Internationale ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3099:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30d8add-5923-4bc9-ac1d-966e2f87cd22/iso-3099-1974>