
NORME INTERNATIONALE **ISO** 3188



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

Amidons, féculés et produits dérivés — Dosage de l'azote selon la méthode de Kjeldahl — Méthode titrimétrique

Starches and derived products — Determination of nitrogen content by the Kjeldahl method — Titrimetric method

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1978-08-15

(standards.iteh.ai)

ISO 3188:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0bfc8aa-f1b5-43ba-b584-372388bc295e/iso-3188-1978>



CDU 664.2 : 546.17 : 543.24

Réf. n° : ISO 3188-1978 (F)

Descripteurs : amidon, analyse chimique, dosage, azote, méthode volumétrique, méthode de Kjeldahl.

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 3188 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 93, *Amidon (amidons, féculés), dérivés et sous-produits*, et a été soumise aux comités membres en août 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Iran	Tchécoslovaquie
Allemagne	Pays-Bas	Thaïlande
Australie	Pologne	Turquie
France	Roumanie	Yougoslavie
Hongrie	Royaume-Uni	

[ISO 3188:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0bfc8aa-f1b5-43ba-b584-372388b-295e/iso-3188-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0bfc8aa-f1b5-43ba-b584-372388b-295e/iso-3188-1978>

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

U.S.A.

Amidons, féculés et produits dérivés – Dosage de l'azote selon la méthode de Kjeldahl – Méthode titrimétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage de l'azote selon la méthode de Kjeldahl, dans les amidons, féculés et leurs produits dérivés, dont la teneur présumée en azote est supérieure à 0,01 % (m/m).¹⁾

NOTE – Dans les amidons, féculés et dérivés n'ayant pas reçu d'adjonctions azotées, l'azote est présent essentiellement sous forme de protides et/ou d'amino-acides.

2 RÉFÉRENCES

ISO 1227/Add. 2, *Amidon (amidons, féculés), dérivés et sous-produits – Vocabulaire.*

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

ISO 5378, *Amidons, féculés et produits dérivés – Dosage de l'azote selon la méthode de Kjeldahl – Méthode spectrophotométrique.*

3 DÉFINITION

teneur en azote : Valeur trouvée en utilisant la méthode spécifiée. Elle inclut la teneur en azote des amino-acides libres, des composés produisant des amino-acides par hydrolyse et des composés ammoniacés. Elle n'inclut pas l'azote des radicaux nitrites et nitrates, ni l'azote directement lié à un autre atome d'azote ou l'azote lié à un atome d'oxygène.

4 PRINCIPE

Minéralisation d'une prise d'essai par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur composé²⁾, alcalinisation des produits de la réaction, distillation de l'ammoniac libéré qui, recueilli dans une solution d'acide borique, est titrée par une solution d'acide sulfurique.

5 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée exempte d'ammoniac ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Acide sulfurique, concentré, ρ_{20} 1,84 g/ml [96 % (m/m)].

5.2 Hydroxyde de sodium, solution à 30 % (m/m), ρ_{20} 1,33 g/ml.

NOTE – Cette solution peut toutefois être plus concentrée.

5.3 Acide borique, solution à 20 g/l.³⁾

5.4 Catalyseur composé⁴⁾, constitué, par exemple, de

- sulfate de potassium : 97 g;
- sulfate de cuivre(II) anhydre : 3 g.

5.5 Acide sulfurique, solution titrée environ 0,02 N ou 0,1 N.

5.6 Indicateur colorimétrique, préparé en mélangeant 2 parties, en volume, d'une solution saturée froide de rouge de méthyle neutre dans de l'éthanol à 50 % (V/V) avec 1 partie, en volume, d'une solution à 0,25 g/l de bleu de méthylène dans de l'éthanol à 50 % (V/V).

L'indicateur doit être conservé dans un flacon en verre brun.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Ballon de Kjeldahl, de capacité convenable, en général de 500 à 800 ml, de préférence à joint rodé, et muni d'une ampoule piriforme en verre s'adaptant librement à la partie supérieure du col du ballon.

1) Dans le cas des produits dont la teneur présumée en azote est inférieure à 0,025 % (m/m), voir ISO 5378.

2) Voir ISO 1871.

3) Dans le cas de très faibles teneurs présumées en azote, il est possible d'utiliser une solution moins concentrée pour obtenir une meilleure précision.

4) Voir ISO 1871, paragraphe 5.2.

6.2 Support d'appareil d'attaque, sur lequel le ballon de Kjeldahl (6.1) peut être chauffé en position inclinée, de manière que seule la partie de la paroi du ballon où se trouve le liquide soit soumise au chauffage.

6.3 Appareil de distillation ou d'entraînement par la vapeur, muni d'une ampoule à décanter graduée, de 200 ml, et d'un piège efficace, ce dernier étant relié au ballon de Kjeldahl (6.1) par l'intermédiaire d'un réfrigérant.

Cependant, tous les appareils qui satisfont aux essais témoins indiqués dans l'ISO 1871 sont admis.

6.4 Burette, de 25 ml graduée en 0,05 ml, ou de 10 ml graduée en 0,01 ml.

6.5 Broyeur mécanique, ou mortier.

6.6 Tamis, d'ouverture nominale 0,6 mm, conforme aux spécifications de l'ISO 565.

6.7 Balance analytique.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Mélanger soigneusement et rapidement l'échantillon, en le secouant ou en l'agitant avec une spatule dans le récipient pour échantillon¹⁾; si celui-ci est trop petit pour opérer ainsi, transférer la totalité de l'échantillon dans un autre récipient, préalablement séché et de taille convenable pour effectuer facilement le mélange.

Il peut être nécessaire de broyer l'échantillon pour qu'il passe sans refus au tamis (6.6).

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, jusqu'à 10 g (masse m) de l'échantillon pour essai (7.1), selon la teneur présumée en azote, et transférer cette prise d'essai dans le ballon de Kjeldahl (6.1) préalablement séché, en opérant de façon à ne laisser aucune trace du produit sur la paroi intérieure du col du ballon.

La prise d'essai peut être pesée, notamment lorsqu'il s'agit d'un liquide visqueux ou d'un produit pâteux, dans un petit godet en verre ou dans une feuille d'aluminium, de papier ou de plastique, n'apportant aucune surcharge d'azote, ou dont la teneur en azote est connue, et qu'on laissera dans le ballon. Dans le cas d'un support responsable d'un apport d'azote, il faudrait en tenir compte dans l'essai à blanc (7.6).

7.3 Minéralisation

Ajouter 10 g du catalyseur composé (5.4) et, au moyen d'une éprouvette graduée appropriée, le volume, en millilitres, de l'acide sulfurique concentré (5.1) nécessaire,

calculé d'après la formule $20 + 4m$, et de façon que l'acide rince la paroi intérieure du col du ballon.

Mélanger le contenu du ballon, en agitant doucement ce dernier jusqu'à ce que le mélange ne contienne plus de grumeaux et que la prise d'essai soit complètement mouillée. Afin d'éviter la surchauffe, ajouter des régularisateurs d'ébullition (par exemple billes en verre) avant de placer l'ampoule piriforme (voir 6.1) sur le col du ballon, et mettre celui-ci en position inclinée sur le support de l'appareil d'attaque (6.2).

Chauffer progressivement jusqu'à ébullition douce du liquide dans le ballon. Poursuivre le chauffage durant 1 h après que le liquide est devenu limpide. Dans le cas d'un appareil d'attaque chauffé au gaz, veiller à ce que la flamme ne dépasse pas la partie du ballon remplie de liquide, cela afin d'éviter des pertes d'azote.

7.4 Distillation et titrage

Laisser refroidir, et rincer l'ampoule piriforme et le col du ballon avec quelques millilitres d'eau en laissant les liquides de rinçage couler dans le ballon. Ajouter, avec précaution, de 50 à 200 ml d'eau (selon l'appareil utilisé) en agitant le contenu du ballon. Adapter le ballon à l'appareil de distillation ou d'entraînement par la vapeur (6.3), préalablement rendu exempt d'ammoniac par ébullition.

Ajuster l'extrémité inférieure du réfrigérant de façon qu'il plonge le plus bas possible sous la surface liquide, dans une fiole conique de 500 ml contenant un volume connu (variant entre 25 et 50 ml) de la solution d'acide borique (5.3) et 3 à 5 gouttes de la solution d'indicateur (5.6). Alcaliniser le liquide de minéralisation en ajoutant lentement, par l'intermédiaire de l'ampoule à décanter graduée (voir 6.3) placée sur le col du ballon, de 150 à 200 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.2), et en s'assurant que le col de l'ampoule est toujours rempli de solution d'hydroxyde de sodium. Bien mélanger, puis ouvrir le robinet d'eau du réfrigérant et mettre le chauffage en marche; l'entraînement de l'ammoniac commence alors.

L'indicateur contenu dans la fiole vire aussitôt à sa teinte alcaline.

Pendant la distillation, veiller à ce que la production de vapeur soit maintenue à un débit constant. La distillation est complète lorsque 200 ml de liquide ont été distillés en 20 à 30 min.

Arrêter le chauffage et abaisser la fiole conique. Laisser le réfrigérant s'égoutter durant quelques minutes dans la fiole, et rincer l'extrémité du réfrigérant avec de l'eau en recueillant les liquides de rinçage dans la fiole.

Le liquide contenu dans la fiole doit être de couleur verte.

Titrer le contenu de la fiole avec la solution d'acide sulfurique 0,02 N ou 0,1 N (5.5), en utilisant la burette appropriée de 10 ml ou de 25 ml (6.4), jusqu'à ce que la coloration de la solution vire au rouge-violet.

1) Dans le cas du sirop de glucose, enlever la couche superficielle (environ 5 mm) avant de mélanger.

7.5 Nombre de déterminations

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

7.6 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc uniquement sur les réactifs. Si la prise d'essai a été pesée dans un support responsable d'un apport d'azote (voir 7.2), exécuter l'essai à blanc en introduisant un support identique.

7.7 Essais témoins

Procéder aux essais témoins spécifiés dans l'ISO 1871.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en azote de l'échantillon est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$0,014\ 01 \times T \times (V_1 - V_0) \times \frac{100}{m}$$

$$= \frac{1,401\ T\ (V_1 - V_0)}{m}$$

où

T est la normalité de la solution d'acide sulfurique (5.5) utilisée pour les deux titrages;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique (5.5), utilisé pour l'essai à blanc (7.6);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique (5.5), utilisé pour la détermination (7.4);

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

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les volumes de solution d'acide sulfurique utilisés ne diffèrent pas de plus de 0,1 ml. Dans le cas contraire, recommencer les déterminations sur le même échantillon pour essai (7.1).

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. 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 les résultats.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3188:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0bfc8aa-f1b5-43ba-b584-372388bc295e/iso-3188-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3188:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0bfc8aa-f1b5-43ba-b584-372388bc295e/iso-3188-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3188:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0bfc8aa-f1b5-43ba-b584-372388bc295e/iso-3188-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3188:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0bfc8aa-f1b5-43ba-b584-372388bc295e/iso-3188-1978>