

ARRETES, DECISIONS ET AVIS

MINISTERE DU COMMERCE

Arrêté du 20 Chaoual 1434 correspondant au 27 août 2013 rendant obligatoire la méthode de détermination de la teneur en azote dans le lait.

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 12-326 du 17 Chaoual 1433 correspondant au 4 septembre 2012 portant nomination des membres du Gouvernement ;

Vu le décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, relatif au contrôle de la qualité et à la répression des fraudes ;

Vu le décret exécutif n° 02-453 du 17 Chaoual 1423 correspondant au 21 décembre 2002 fixant les attributions du ministre du commerce ;

Vu le décret exécutif n° 05-465 du 4 Dhou EL Kaada 1426 correspondant au 6 décembre 2005 relatif à l'évaluation de la conformité ;

Vu l'arrêté interministériel du 29 Safar 1414 correspondant au 18 août 1993 relatif aux spécifications et à la présentation de certains laits de consommation ;

Vu l'arrêté interministériel du 7 Rabie Ethani 1418 correspondant au 10 Août 1997 relatif aux spécifications techniques des laits concentrés non sucrés et sucrés et aux conditions et modalités de leur présentation ;

Arrête :

Article 1er. — En application des dispositions de l'article 19 du décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, susvisé, le présent arrêté a pour objet de rendre obligatoire la méthode de détermination de la teneur en azote dans le lait.

Art. 2. — Pour la détermination de la teneur en azote dans le lait, les laboratoires du contrôle de la qualité et de la répression des fraudes et les laboratoires agréés à cet effet doivent employer la méthode jointe en annexe du présent arrêté.

Cette méthode doit être utilisée par le laboratoire lorsqu'une expertise est ordonnée.

Art. 3. — Le présent arrêté sera publié au *Journal officiel* de la République algérienne démocratique et populaire.

Fait à Alger, le 20 Chaoual 1434 correspondant au 27 août 2013.

Mustapha BENBADA.

ANNEXE

METHODE DE DETERMINATION DE LA TENEUR EN AZOTE DANS LE LAIT

La présente méthode spécifie une technique pour la détermination de la teneur en azote du lait liquide, entier ou écrémé, selon le principe de (kjeldahl).

1. DEFINITION

Pour les besoins de la présente méthode, la définition suivante s'applique :

Teneur en azote :

Rapport de masse d'azote déterminé par le mode opératoire décrit dans la présente méthode.

Note - La teneur en azote est exprimée sous forme de pourcentage en masse.

2. PRINCIPE

Minéralisation d'une prise d'essai avec un mélange d'acide sulfurique concentré et de sulfate de potassium, en utilisant du sulfate de cuivre (II) (3.2) comme catalyseur pour convertir ainsi l'azote organique présent en sulfate d'ammonium. (La fonction du sulfate de potassium est d'élever le point d'ébullition de l'acide sulfurique et de permettre d'obtenir un mélange oxydant plus fort pour la minéralisation). Addition d'hydroxyde de sodium excédentaire au minéralisat refroidi pour libérer de l'ammoniac. Distillation de l'ammoniac libéré dans un excédent de solution d'acide borique, puis titrage en utilisant de l'acide chlorhydrique. Calcul de la teneur en azote à partir de la quantité d'ammoniac produite.

3. REACTIFS

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté, au moins, équivalente.

3.1 Sulfate de potassium (K₂SO₄), exempt d'azote.

3.2 Solution de sulfate de cuivre (II), c (CuSO₄) = 5,0 g par 100 ml.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 5,0 g de sulfate de cuivre (II) pentahydraté (CuSO₄.5H₂O) dans de l'eau. Diluer jusqu'au repère avec de l'eau, puis mélanger.

3.3 Acide sulfurique (H₂SO₄), avec un rapport de masse compris entre 95 % et 98 %, sans azote (P20 = environ 1,84 g/ml).

3.4 Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), exempte d'azote, contenant 50 g d'hydroxyde de sodium par 100 g de solution.

3.5 Solution indicatrice

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans de l'éthanol à 95 % (rapport de volume) et diluer à 50 ml avec de l'éthanol. Dissoudre 0,5 g de vert de bromocrésol dans de l'éthanol à 95 % (rapport de volume) et diluer à 250 ml avec de l'éthanol. Mélanger une dose de la solution de rouge de méthyle à cinq doses de la solution de vert de bromocrésol ou combiner et mélanger l'ensemble des deux solutions.

3.6 Solution d'acide borique, $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 40,0 \text{ g/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, dissoudre 40,0 g d'acide borique dans 1 litre d'eau chaude. Laisser refroidir la fiole et son contenu à 20 °C. Compléter au volume avec de l'eau, ajouter 3 ml de la solution indicatrice (3.5) et mélanger.

Remarque

Conserver la solution, qui doit être orange clair, dans une bouteille en verre de borosilicate. Durant le stockage, protéger la solution de la lumière et des sources de vapeurs d'ammoniac.

En cas de titrage électronique du pH avec point final, l'ajout de la solution indicatrice à la solution d'acide borique peut être omis. D'autre part, le changement de couleur peut aussi servir à contrôler le mode opératoire de titrage.

3.7 Solution volumétrique standard d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = (0,1 \pm 0,0005) \text{ mol/l}$.

Il est recommandé d'acheter ce matériau déjà prénormalisé, répondant à ces spécifications.

Note - Souvent, les erreurs systématiques (qui peuvent être évitées) introduites par un analyste qui dilue un acide concentré, puis détermine la molarité de l'acide, peuvent diminuer la reproductibilité de la méthode.

Il convient que l'analyste n'utilise pas de solution de titrage de concentration supérieure à 0,1 mol/l car cela réduirait le volume total de titrage par échantillon, et l'incertitude de lecture de la burette représenterait un pourcentage plus élevé de la valeur.

Cela aura un impact négatif sur la répétabilité et la reproductibilité de la méthode. Les mêmes problèmes se posent, avec le risque d'erreurs supplémentaires, lorsqu'un autre acide (par exemple l'acide sulfurique) est substitué à l'acide chlorhydrique. Ces substitutions ne sont donc pas recommandées.

3.8 Sulfate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4]$, ayant une pureté minimale de 99,9 % (rapport de masse) sur matière sèche.

Immédiatement avant l'emploi, sécher le sulfate d'ammonium à $102^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ pendant, au moins, 2 h. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

3.9. Tryptophane ($\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$) ou **hydrochlorure** de lysine ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_2$), ayant une pureté minimale de 99,9 % (rapport de masse).

Ne pas sécher ces réactifs dans une étuve avant l'emploi.

3.10 Saccharose, dont la teneur en azote est inférieure à 0,002 % (fraction massique).

Ne pas sécher la saccharose dans une étuve avant l'emploi.

4. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

4.1 Bain d'eau, pouvant être maintenu à une température de $38^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

4.2 Ballons de Kjeldahl, d'une capacité de 500 ml ou 800 ml.

4.3 Balance analytique, permettant de peser à 0,1 mg près.

4.4 Corps facilitant l'ébullition, par exemple pierre ponce incandescente, poussière de zinc, pièces de porcelaine dures ou granules d'alundon amphotères (carborundum) lisses, d'une pureté élevée et d'une taille de mailles de 10.

Ne pas réutiliser ces corps.

Note- Des billes de verre d'environ 5 mm de diamètre sont parfois utilisées, mais celles-ci peuvent être moins efficaces pour l'ébullition que les granules d'alundon, et des problèmes de formation de mousse pendant la minéralisation risquent davantage de se poser avec les billes de verre.

4.5 Burette ou pipette automatique, permettant d'obtenir des doses de 1,0 ml de solution de sulfate de cuivre (II) (3.2).

4.6 Epruvettes graduées, d'une capacité de 50 ml, 100 ml et 500 ml.

4.7 Appareil de minéralisation, pour maintenir les ballons de Kjeldahl (4.2) en position inclinée (à environ 45°), pourvu de résistances électriques ou de becs à gaz ne chauffant pas les ballons au-delà du niveau de leur contenu, ainsi que d'un système d'évacuation des fumées.

Il convient que la source chauffante soit réglable pour permettre de contrôler le réglage maximal de l'élément chauffant à appliquer durant la minéralisation. Préchauffer la source chauffante au réglage de l'élément chauffant à évaluer.

La durée de préchauffage doit être de 10 min dans le cas d'un bec à gaz et de 30 min dans le cas d'un élément chauffant électrique. Déterminer, pour chacun des éléments chauffants, le réglage qui permet de porter à ébullition 250 ml d'eau et 5 à 10 corps facilitant l'ébullition (en partant d'une température initiale de 25°C) en 5 min à 6 min. Ce réglage correspond au réglage maximal de l'élément chauffant à appliquer durant la minéralisation.

4.8 Appareil de distillation, en verre de borosilicate ou autre matière appropriée, pouvant être équipé d'un ballon de Kjeldahl (4.2), se composant d'une tête anti projections efficace, relié à un condenseur efficace avec tube intérieur droit et un tube d'écoulement fixé à son extrémité inférieure.

Le tubage de connexion et le (s) bouchon (s) doivent être étanches et de préférence en néoprène.

4.9 Fioles coniques, d'une capacité de 500 ml, graduées tous les 200 ml.

4.10 Burette, d'une capacité de 50 ml, graduée, au moins, tous les 0,01 ml.

Il est également possible d'utiliser une burette automatique satisfaisant aux mêmes exigences.

4.11 Dispositif de titrage automatique pourvu d'un pH-mètre.

Il convient que le PH-mètre soit correctement étalonné dans la gamme de pH 4 à PH 7 selon les méthodes normales d'étalonnage de PH en laboratoire

5. ECHANTILLONNAGE

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif et n'ayant pas été endommagé ou modifié durant le transport ou le stockage. L'échantillonnage se fait selon une méthode appropriée.

6. PREPARATION DE L'ECHANTILLON POUR ESSAI

Chauffer l'échantillon pour essai dans le bain d'eau (4.1) réglé à $38 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Bien mélanger, mais délicatement, au moyen de retournements répétés du récipient, sans causer ni mousse ni barattage. Laisser refroidir l'échantillon à température ambiante immédiatement avant de peser la prise d'essai (7.1).

Note - Si l'on souhaite appliquer cette méthode à des produits laitiers autres que le lait, voir la remarque annexée à la présente méthode pour des recommandations sur la taille de l'échantillon pour essai.

7. MODE OPERATOIRE

7.1 Prise d'essai et prétraitement

Introduire dans le ballon de Kjeldahl (4.2) propre et sec de 5 à 10 corps facilitant l'ébullition (4.4), 15,0g de sulfate de potassium (3.1), 1,0 ml de solution de sulfate de cuivre (II) (3.2), environ 5 ml \pm 0,1 ml de l'échantillon pour essai préparé (6), pesé à 0,1 mg près, et 25 ml d'acide sulfurique (3.3). A cet effet, utiliser l'acide sulfurique pour entraîner tout résidu de la solution de sulfate de cuivre (II) (3.2), du sulfate de potassium ou de la prise d'essai restant sur le col du ballon.

S'il reste un peu de minéralisat brûlé sur le col, rincer avec une petite quantité d'eau. Mélanger doucement le contenu du ballon de Kjeldahl.

7.2 Détermination

7.2.1 Minéralisation

Brancher le système d'évacuation des fumées de l'appareil de minéralisation (4.7) avant de commencer la minéralisation. Chauffer le ballon de Kjeldahl et son contenu (7.1) sur l'appareil de minéralisation en réglant l'élément chauffant sur une température suffisamment basse pour que le minéralisat brûlé ne déborde pas en moussant par le col du ballon de Kjeldahl. Effectuer la minéralisation à ce réglage de l'élément chauffant jusqu'à ce que de la fumée blanche apparaisse dans le ballon au bout d'environ 20 min. Augmenter le réglage de l'élément chauffant jusqu'à une position correspondant à la moitié du réglage maximal déterminé en (4.7) et continuer le chauffage pendant 15 min. Au terme des 15 min, augmenter le chauffage jusqu'au réglage maximal déterminé en (4.7). Une fois que le minéralisat s'est éclairci (il devient transparent avec une coloration bleu clair à vert), continuer à faire bouillir le contenu pendant 1 h à 1 h 30 min au réglage maximal. Si le liquide ne bout pas, il est possible que le réglage final du bec à gaz soit trop faible. La durée totale de la minéralisation sera comprise entre 1 h 48 min et 2 h 15 min.

Pour déterminer le temps d'ébullition spécifique nécessaire pour les conditions d'analyse du lait dans un laboratoire particulier utilisant un ensemble bien défini d'appareils. Sélectionner un échantillon de lait à haute teneur en protéines et en matières grasses et déterminer sa teneur en protéines en appliquant différents temps d'ébullition (de 1 h à 1 h 30 min) après l'éclaircissement.

Le résultat moyen de la teneur en protéines augmente avec le temps d'ébullition, se stabilise, puis diminue quand le temps d'ébullition est trop long. Choisir le temps d'ébullition qui permet d'obtenir la teneur maximale en protéines.

Au terme de la minéralisation, le minéralisat doit être transparent et exempt de matière non digérée. Laisser refroidir le minéralisat à température ambiante dans des flacons ouverts pendant environ 25 min. Si les ballons refroidissent sur les bords encore chauds, le temps pour atteindre la température ambiante sera plus long. A la fin de cette période de refroidissement de 25 min, il convient que le minéralisat refroidi soit complètement liquide ou liquide avec quelques petits cristaux au fond du ballon. Ne pas laisser le minéralisat non dilué dans les ballons pendant toute une nuit. En effet, le minéralisat non dilué peut se cristalliser lors de cette période et il sera ensuite très difficile de le remettre en solution.

Note - La cristallisation excessive au bout de 25 min est le résultat d'une perte d'acide trop importante au cours de la minéralisation et risque de donner des valeurs d'essai faibles. Cette perte d'acide est causée par une aspiration excessive des fumées ou par une minéralisation trop longue due à un réglage maximal incorrect du bec.

Ajouter 300 ml d'eau dans les ballons de Kjeldahl de 500 ml, ou 400 ml d'eau dans les ballons de Kjeldahl de 800 ml, en utilisant également l'eau pour éliminer tout résidu sur le col des ballons.

Mélanger complètement le contenu en s'assurant que tous les cristaux qui se sont formés sont dissous. Ajouter de 5 à 10 corps facilitant l'ébullition (4.4). Laisser le mélange refroidir à température ambiante avant de procéder à la distillation. Les minéralisats dilués peuvent être conservés dans des fioles bouchées et utilisés ultérieurement pour la distillation.

7.2.2 Distillation

Faire circuler l'eau du condenseur pour l'appareil distillation (4.8). Ajouter 75 ml de solution d'hydroxyde de sodium (3.4) au minéralisat dilué (7.2.1) en versant délicatement la solution dans le col incliné du ballon de Kjeldahl, de façon à former une couche au fond du bulbe du ballon, il convient que l'interface entre les deux solutions soit nette. Pour les deux solutions soit nette. Pour réduire le risque de perte d'ammoniac, relier le ballon de Kjeldahl à l'appareil de distillation (4.8) immédiatement après l'adjonction de la solution d'hydroxyde de sodium dans le ballon. La pointe du tube d'écoulement du condenseur est plongée dans 50 ml de la solution d'acide borique (3.6) contenue dans une fiole conique (4.9). Agiter vigoureusement par un mouvement de rotation le ballon de Kjeldahl jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de couches de solution séparées visibles dans le ballon. Placer le ballon sur le bec et mettre en marche le bec à un réglage suffisamment élevé pour porter le mélange à ébullition. Continuer la distillation jusqu'à ce qu'une ébullition irrégulière (ébullition pulsatoire) commence, puis déconnecter immédiatement le ballon de Kjeldahl et arrêter le chauffage. Arrêter l'eau du condenseur. Rincer à l'eau l'intérieur et l'extérieur de l'extrémité du tube d'écoulement, recueillir l'eau de rinçage dans la fiole conique et mélanger.

Le débit de distillation doit permettre de recueillir environ 150 ml de distillat avant que ne commence l'ébullition irrégulière (ébullition pulsatoire). Le volume total contenu dans la fiole conique sera d'environ 200 ml. Si le volume de distillat recueilli est inférieur à 150 ml, il est probable qu'une quantité d'eau inférieure à 300 ml ait été ajoutée pour diluer le minéralisat. L'efficacité du condenseur doit être telle que la température du contenu de la fiole conique ne dépasse pas 35°C pendant la distillation en cas d'utilisation d'un point final de titrage colorimétrique.

7.2.3 Titration

Titrer le contenu de la fiole conique (7.2.2) avec l'acide chlorhydrique (3.7) à l'aide d'une burette (4.5). Le point final de titrage est atteint à la première trace de rose dans le contenu. Estimer la lecture de la burette à 0,05 ml près. Une plaque agitatrice magnétique éclairée peut faciliter la visualisation du point final de titrage.

Il est également possible de titrer le contenu de la fiole conique (7.2.2) avec l'acide chlorhydrique (3.7) au moyen d'un dispositif de titrage automatique étalonné équipé d'un pH-mètre (4.11). Le point final de titrage est atteint au pH 4,6, qui correspond au point le plus haut de la courbe de titrage (point d'inflexion). Lire la quantité de solution titrée utilisée sur le dispositif de titrage automatique.

Note 1- La première trace de rose est observée entre pH 4,6 et pH 4,3 pour le système indicateur et la solution d'acide borique à 4 % spécifiée dans la présente méthode. En pratique, la variation du pH en fonction de l'ajout d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l est très rapide dans cette gamme de pH. Il faut environ 0,05 ml d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l pour changer le pH de 0,3 unité dans la gamme de pH comprise entre 4,6 et 4,3 dans ce système.

Note 2- Les statistiques intralaboratoires et interlaboratoires concernant cette méthode ont été déterminées à l'aide d'un titrage à point final colorimétrique. La comparaison entre les résultats d'essai, y compris ceux des essais à blanc, obtenus avec un point final de pH 4,6 et les résultats d'un titrage à point final colorimétrique a montré que, statistiquement, aucune différence significative n'était démontrable entre ces résultats.

7.3 Essai à blanc

Titrer les prises d'essai à blanc en utilisant toujours le même acide chlorhydrique (3.7) et la même burette (4.5) ou le même dispositif de titrage automatique équipé d'un pH-mètre (4.11) que pour les prises d'essai. Réaliser un essai à blanc en suivant le mode opératoire décrit-en (7.1) à (7.2.3), en remplaçant la prise d'essai par 5 ml d'eau avec environ 0,85 g de saccharose (3.10).

Consigner les valeurs à blanc. Si ces valeurs varient, identifier la cause de ce changement.

Note 1- Dans une prise d'essai à blanc ou un étalon de récupération, la saccharose est utilisée comme matière organique pour consommer, lors de la minéralisation, une quantité d'acide sulfurique pratiquement équivalente à celle nécessaire pour une prise d'essai. Si la quantité d'acide sulfurique libre restant à la fin de la minéralisation est insuffisante, la récupération de l'azote déterminée suivant les essais de récupération en (7.4.2) et (7.4.3) sera faible. Cependant, s'il reste, à la fin de la minéralisation, une quantité suffisante d'acide sulfurique libre pour retenir tout l'azote, mais que les conditions de température et de durée de la minéralisation ont été insuffisantes pour libérer totalement l'azote de l'échantillon, sa récupération en (7.4.2) sera acceptable tandis qu'elle sera faible en (7.4.3).

Il convient que la quantité de solution titrée utilisée pour la prise d'essai à blanc soit toujours supérieure à zéro. Il convient que les prises d'essai à blanc réalisées dans le même laboratoire soient stables dans le temps. Les valeurs-types de blanc sont inférieures ou égales à 0,2 ml.

Note 2 - Si la prise d'essai à blanc est déjà rose avant le début du titrage, cela n'est pas normal. En général, dans ce cas, les fioles coniques ne sont pas propres ou l'eau contenue dans l'air humide pouvant se condenser à l'extérieur de l'appareil condenseur est entrée dans la fiole de récupération, entraînant sa contamination.

7.4 Essais de récupération

7.4.1 Il convient de vérifier régulièrement la précision du mode opératoire par les essais de récupération suivants, réalisés conformément au mode opératoire décrit en (7.1) à (7.2.3).

7.4.2 Vérifier qu'il ne se produit aucune perte d'azote en utilisant une prise d'essai de 0,12 g de sulfate d'ammonium (3.8) avec 0,85 g de saccharose (3.1 0).

Note - La vérification de la récupération du sulfate d'ammonium ne donne aucune indication sur la capacité des conditions de minéralisation à libérer l'azote lié aux structures protéiques.

Le pourcentage d'azote récupéré doit être compris entre 99 % et 100 % pour toutes les positions de l'appareil. Pour les récupérations inférieures à 99 %, la normalité de la solution titrée est supérieure à la valeur fixée, où une perte d'azote peut avoir eu lieu lors de l'étape de minéralisation ou de distillation. Il est possible d'utiliser un mélange de sulfate d'ammonium et une petite quantité d'acide sulfurique (la quantité résiduelle à la fin de la minéralisation) dans un ballon de Kjeldahl.

Diluer avec un volume normal d'eau, ajouter la quantité normale d'hydroxyde de sodium, puis distiller. Si la récupération d'azote est toujours faible dans les mêmes proportions, la perte d'azote survient dans l'appareil de distillation et non pas dans celui de minéralisation. La cause en est probablement la fuite d'un tube dans un système traditionnel ou le fait que les pointes du condenseur ne sont pas immergées totalement dans l'acide borique dès le début de la distillation. Il convient que l'appareil soit soumis à cet essai avant que la récupération ne soit vérifiée suivant le mode opératoire donné en (7.4.3).

Si les récupérations d'azote sont supérieures à 100 %, aucune perte d'azote ne peut être constatée.

Dans ce cas, les causes peuvent être les suivantes :

- a) le sulfate d'ammonium est contaminé;
- b) la normalité réelle de la solution titrée est inférieure à sa valeur fixée ;
- c) l'étalonnage de la burette pour la solution titrée est erroné ;
- d) la température de la solution titrée est supérieure à la température d'étalonnage de la burette ;
- e) l'écoulement de solution titrée à l'extérieur de la burette dépasse la vitesse maximale à laquelle l'étalonnage de la burette est valable.

7.4.3 Vérifier l'efficacité du mode opératoire de minéralisation en utilisant 0,16 g d'hydrochlorure de lysine (3.9) ou 0,18 g de tryptophane (3.9) avec 0,67 g de saccharose (3.10).

Un rapport de masse d'au moins 98 % de l'azote doit être récupéré. Si la récupération est inférieure à 98 % après avoir obtenu une récupération de 99 % à 100 % du sulfate d'ammonium, la température ou le temps de minéralisation est insuffisant (e) (suivre le mode opératoire donné en (7.2.1), premier alinéa et note 1), ou alors une partie de l'échantillon n'est pas digérée (à savoir brûlée) à l'intérieur du ballon de Kjeldahl. L'évaluation finale des performances est meilleure si elle est réalisée dans le cadre d'un programme d'essais de performances, dans lequel les paramètres statistiques intralaboratoires et interlaboratoires sont calculés sur la base d'une analyse d'échantillons de lait.

7.4.4 Des résultats inférieurs obtenus dans l'un ou l'autre des essais de récupération (ou supérieurs à 100 % en (7.4.2)) indiquent qu'il y a des erreurs dans le mode opératoire et/ou des imprécisions de concentration de la solution d'acide chlorhydrique (3.7).

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

8.1 Calcul de la teneur en azote

8.1.1 Calculer la teneur en azote de l'échantillon pour essai, W_N , à l'aide de l'équation suivante :

$$W_N = \frac{1,4007 (V_s - V_b) M_f}{m}$$

Où

W_N est la teneur en azote de l'échantillon pour essai, exprimée sous forme de pourcentage en masse ;

V_s est la valeur numérique du volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique (3.7) utilisé dans la détermination (7.2.3), exprimée, au moins, à 0,05 ml près ;

V_b est la valeur numérique du volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique (3.7) utilisé dans l'essai à blanc (7.3), exprimée, au moins, à 0,05 ml près ;

M_f est la valeur numérique de la molarité exacte de l'acide chlorhydrique (3.7), exprimée à quatre décimales près ;

m est la valeur numérique, en grammes de la masse de la prise d'essai (7.1), exprimée à 0,1 mg près.

8.1.2 Exprimer les résultats obtenus à quatre décimales près, si c'est nécessaire pour des calculs ultérieurs. S'il s'agit de résultats finaux (8.1), exprimer la teneur en azote à trois décimales près et la teneur en matière azotée totale à deux décimales. Il convient de ne pas arrondir les résultats avant l'utilisation finale de la valeur d'essai.

Note - Cela est particulièrement vrai lorsque les valeurs sont appelées à être utilisées pour des calculs ultérieurs. C'est le cas, par exemple, lorsque les valeurs d'essai individuelles obtenues à partir de l'analyse de plusieurs échantillons sont utilisées pour calculer les statistiques de performance de la méthode concernant les variations intralaboratoires et interlaboratoires. C'est également le cas lorsque les valeurs servent de référence pour l'étalonnage d'un instrument (par exemple un analyseur de lait à infrarouge), où les valeurs concernant plusieurs échantillons seront utilisées pour un calcul de régression simple ou multiple. Dans ces cas, il convient de ne pas arrondir les résultats obtenus avant de les utiliser pour les calculs ultérieurs.

8.2 Calcul de la teneur en matière azotée totale

8.2.1 Calculer la teneur en matière azotée totale de l'échantillon pour essai, W_p , à l'aide de l'équation suivante :

$$W_p = W_N \times 6,38$$

Où

W_p est la teneur en matière azotée totale de l'échantillon pour essai, exprimée sous forme de pourcentage en masse ;

W_N est la teneur en azote de l'échantillon pour essai, exprimée sous forme de pourcentage en masse, à quatre décimales près (8.1) ;

6,38 est le coefficient multiplicateur généralement admis pour exprimer la teneur en azote en tant que teneur en matière azotée totale.

8.2.2 Exprimer les résultats obtenus pour la teneur en matière azotée totale à trois décimales près, si c'est nécessaire pour des calculs ultérieurs. S'il s'agit de résultats finaux (8.1), deux décimales suffisent.

9. FIDELITE

9.1 Essai interlaboratoires

Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité sont issues des résultats d'un essai interlaboratoires. Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas être applicables aux plages de concentration et matrices autres que celles indiquées.

9.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excédera 0,006 % pour la teneur en azote (0,038 % pour la teneur en matière azotée totale) que dans 5 % des cas au plus.

9.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera 0,0077 % pour la teneur en azote (0,049 % pour la teneur en matière azotée totale) que dans 5 % des cas au plus.

REMARQUE

Mode opératoire pour l'analyse d'autres produits laitiers lorsqu'une méthode particulière n'existe pas pour ces produits

1. Généralités

Le mode opératoire décrit dans la présente méthode a été optimisé et ses performances ont été évaluées pour l'analyse du lait bovin. S'il n'existe aucune méthode particulière pour le produit concerné, un laboratoire peut souhaiter utiliser le même mode opératoire, avec des modifications mineures, pour la détermination de la teneur en azote d'une série de produits laitiers.

Il convient cependant de noter que le mode opératoire et ses performances n'ont pas été validés pour ce type d'application.

2. Mode opératoire

Peser à 0,1 mg près, la masse appropriée de prise d'essai extraite d'un échantillon pour essai correctement préparé, comme décrit ci-après. Déterminer la teneur en azote en suivant la méthode décrite en (7.1) à (7.4).

Il convient de ne pas modifier les quantités d'acide sulfurique (3.3) et de solution d'hydroxyde de sodium (3.4) utilisées dans les processus de minéralisation et de distillation. La modification du rapport entre la quantité d'acide et les autres composants en augmentant la quantité d'acide fait diminuer le point d'ébullition initial du mélange dans la minéralisation et n'est donc pas recommandée.

Il convient d'utiliser un effectif approprié de prise d'essai en travaillant avec les réactifs spécifiés dans la présente méthode. L'effectif approprié de prise d'essai peut être estimé comme suit pour tout échantillon pour essai.

La quantité optimale de protéines par ballon de Kjeldahl (4.2) doit être comprise entre 0,15 g et 0,30 g par ballon pour tout échantillon. Ainsi, si un échantillon moyen de Cheddar contient 24,00 % de protéines, il convient que la masse de la prise d'essai soit comprise entre 0,625 g et 1,25 g.

Le choix d'utiliser des masses de prise d'essai qui avoisinent la limite inférieure ou la limite supérieure de la plage dépend de la quantité d'acide qui sera consommée par les autres composants de l'échantillon lors de la minéralisation (c'est-à-dire les matières grasses et les hydrocarbures).

La présente méthode décrit l'ajout de 25 ml (environ 46 g) d'acide sulfurique à la prise d'essai dans le ballon de Kjeldahl. À la fin de la minéralisation, il doit rester environ 15 g d'acide sulfurique dans le ballon pour retenir tout l'azote.

Il convient de noter qu'une quantité d'acide sulfurique est consommée par la prise d'essai et également perdue par évaporation au cours de la minéralisation. La perte par évaporation peut être égale à la quantité consommée par les matières organiques dans une prise d'essai. La quantité finale d'acide résiduel sera fonction de ces deux processus. Si les pertes d'acide par évaporation sont très importantes (en raison d'une aspiration excessive des fumées au cours de la minéralisation ou du fait que le col des ballons est trop chaud), il se peut qu'il reste trop peu d'acide au terme de la minéralisation, même si la prise d'essai était de taille suffisante.

Une quantité résiduelle d'acide insuffisante conduira à la cristallisation du minéralisat au bout de 25 min de refroidissement et à une faible récupération d'azote.

La crème contenant 40 % de matières grasses est un exemple de produit délicat. Dans ce cas, la teneur en protéines ou en azote de l'échantillon est faible et la teneur en matières grasses est élevée. On prend pour hypothèse qu'un échantillon moyen de crème contient environ 40 %

de matières grasses, 1,9 % de protéines et 2,9 % de lactose. Pour obtenir 0,15 g de protéines dans le ballon de Kjeldahl (4.2), il convient d'utiliser une prise d'essai de 7,89 g. Cette prise d'essai contient alors 3,16 g de matières grasses, qui consomment déjà elles-mêmes 56,9 g (environ 30,9 ml) d'acide sulfurique lors de la minéralisation, sans tenir compte de la perte d'acide sulfurique par évaporation (en supposant que 1 g de matière grasse consomme 18 g d'acide sulfurique au cours de la minéralisation). C'est un exemple de cas où la quantité de prise d'essai doit être réduite afin d'obtenir une quantité résiduelle suffisante d'acide sulfurique à la fin de la minéralisation. Dans le cas d'une matière telle que la crème, il convient d'utiliser une solution titrée de concentration inférieure (par exemple 0,01 mol/l). Dans de tels cas, il est nécessaire de réduire la quantité de prise d'essai pour qu'il reste une quantité suffisante d'acide sulfurique au terme de la minéralisation.

La quantité de saccharose requise pour un essai à blanc ou pour les étalons de récupération des produits autres que le lait bovin peut être déterminée comme suit :

Il faut tout d'abord réaliser une estimation des teneurs approximatives en matières grasses, en protéines et en hydrocarbures pour le type d'échantillon pour essai concerné et de l'effectif approximatif de la prise d'essai utilisée dans la minéralisation.

Ensuite, lors de la minéralisation, 1 g de matière grasse consommera environ 18 g d'acide sulfurique ; 1 g de protéines consommera environ 9 g d'acide sulfurique ; et 1 g d'hydrocarbures consommera environ 7 g d'acide sulfurique.

Sur la base de ces informations, il est possible de calculer la quantité d'acide consommée par une prise d'essai et la quantité de saccharose nécessaire pour consommer la même quantité d'acide lors de la minéralisation. Il convient que la quantité calculée de saccharose soit utilisée pour la prise d'essai à blanc et pour l'étalon de récupération du sulfate d'ammonium.

Pour l'étalon de récupération d'azote des acides aminés (7.4.3), réduire la quantité de saccharose de l'équivalent correspondant à l'acide qui sera consommé (calculé sous forme de protéines) par l'hydrochlorure de lysine ou le tryptophane. On prend pour hypothèse que la récupération d'azote lors de la minéralisation pour l'appareil utilisé est la même pour les échantillons autres que le lait, sans réaliser d'autres expériences de récupération pour obtenir des conditions permettant d'atteindre des niveaux similaires d'acide sulfurique résiduel à la fin de la minéralisation.