

4. Produits chimiques

Sauf indication contraire, utiliser des produits chimiques convenant comme réactifs. L'eau utilisée doit être soit distillée, soit déminéralisée, et au moins de la même pureté. Sauf indication contraire, il faut entendre par "solution" une solution aqueuse.

4.1. Solution d'acide perchlorique = 6 g/100 ml.

4.2. Solution de soude caustique = 20 g/100 ml.

4.3. Solution standard d'acide chlorhydrique 0,05 mol/l (0,05 N)

Note : avec un appareil de distillation automatique, le titrage doit se faire avec une solution standard d'acide chlorhydrique 0,01 mol/l (0,01 N).

4.4. Solution d'acide borique = 3 g/100 ml.

4.5. Agent anti-moussant au silicone.

4.6. Solution de phénolphtaléine = 1 g /100 ml d'éthanol à 95%

4.7. Solution indicateur (Tashiro Mixed Indicator)

Dissoudre 2 g de rouge de méthyle et 1 g de bleu de méthylène dans 1000 ml d'éthanol à 95%.

5. Instruments et accessoires

5.1. Un hachoir à viande qui donne un hachis de poisson suffisamment homogène.

5.2. Mélangeur très rapide, nombre de tours compris entre 8000 min-1 et 45000 mn-1.

5.3. Filtre plissé de 150 mm de diamètre à filtrage rapide.

5.4. Burette de 5 ml. graduée jusqu'à 0,01 ml.

5.5. Appareil pour distillation à la vapeur,

cet appareil doit pouvoir régler différentes quantités de vapeur et en produire une quantité constante en une période de temps donnée. Il doit être conçu de telle sorte que pendant l'adjonction de substances alcalinisantes, les bases libres ne puissent s'échapper.

6. Exécution

Avertissement : lors de la manipulation d'acide perchlorique, qui est très corrosif, prendre les précautions et mesures de prévention nécessaires.

Dans toute la mesure du possible, les échantillons doivent être préparés conformément au point 6.1 aussi rapidement que possible après leur arrivée.

6.1. Préparation de l'échantillon

Hacher soigneusement l'échantillon à analyser dans un hachoir à viande conforme au point 5.1. Peser précisément 10g \pm 0,1 g de l'échantillon haché dans un récipient approprié, mélanger à 90,0 ml de solution d'acide perchlorique conforme au point 4.1 homogénéiser pendant 2 minutes dans un mélangeur conforme au point 5.2 puis filtrer.

L'extrait ainsi obtenu peut être conservé pendant au moins 7 jours à une température comprise environ entre 2 et 6°C.

6.2. Distillation à la vapeur

Mettre 50.0 ml de l'extrait obtenu conformément au point 6.1 dans un appareil de distillation à la vapeur conforme au point 5.5. Pour vérifier une dernière fois si l'alcalinisation de l'extrait est suffisante, ajouter plusieurs gouttes de phénolphtaléine conforme au point 4.6. Après avoir ajouté quelques gouttes d'agent anti-moussant au silicone, ajouter à l'extrait 6.5 ml de solution de soude caustique conforme au point 4.2 et commencer immédiatement la distillation à la vapeur.

Régler la distillation à la vapeur de telle sorte qu'il soit produit environ 100 ml de distillat en l'espace de 10 minutes. Submerger le tube de sortie du distillat dans un récepteur contenant 100 ml d'une solution d'acide borique conforme au point 4.4 à laquelle 3 à 5 gouttes de la solution indicateur décrite au point 4.7 ont été ajoutées. Au bout de dix minutes précises, la distillation est terminée. Enlever le tube de sortie du distillat du récepteur et le rincer à l'eau. Déterminer les bases volatiles contenues dans la solution du récepteur par tirage dans une solution standard d'acide chlorhydrique conforme au point 4.3.

Le pH du point final doit être de 5.0 ± 0.1 .

ANNEXE III

Détermination de la teneur en bases azotiques volatiles (ABVT) chez les poissons et les produits à base de poisson : une procédure de référence

1. Objet et champ d'application.

La présente méthode décrit une procédure permettant d'identifier la teneur en azote des bases azotiques volatiles (azote basique volatil total : ABVT) chez les poissons et produits à base de poisson. Cette procédure s'applique aux teneurs en ABVT comprises entre 5 mg/100 g et au moins 100 mg/100 g.

2. Définition

Par teneur en ABVT, il faut entendre la teneur en azote des bases azotiques volatiles déterminée par la procédure décrite.

Elle s'exprime en mg/100 g.

3. Brève description

Les bases azotiques volatiles sont extraites d'un échantillon à l'aide d'une solution d'acide perchlorique 0.6 après alcalinisation. L'extrait est soumis à une distillation par la vapeur et les constituants basiques volatils sont absorbés par un récepteur acide. La teneur en ABVT est déterminée par titrage des bases absorbées.

6.3 Titrage

Les analyses doivent être effectuées en double. La méthode appliquée est correcte si la différence entre les deux analyses ne dépasse pas 2 mg /100 g.

6.4. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc conformément au point 6.2 à la place de l'extrait, utiliser 50.0 ml de solution d'acide perchlorique conforme au point 4.1.

7. Calcul de l'ABVT

Calculer la teneur en ABVT par titrage de la solution d'acide chlorhydrique conforme au point 4.3 contenu dans le récepteur en appliquant l'équation suivante :

$$\text{ABVT (exprimé en mg/100 g d'échantillon)} = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,14 \times 2 \times 100}{M}$$

M

V_1 = volume de la solution d'acide chlorhydrique 0,01 M en ml utilisée pour l'échantillon

V_0 = volume de la solution d'acide chlorhydrique 0,01 M en ml utilisée pour l'essai à blanc.

M = poids de l'échantillon en g.

Remarques :

1. Les analyses doivent être effectuées en double. La méthode appliquée est correcte si la différence entre les deux analyses ne dépasse pas 2 mg/100 g.

2. Vérifier l'équipement en distillant des solutions de $\text{NH}_4 \text{Cl}$ équivalent à 50 mg d'ABVT/100 g.

3. Déviation standard de la reproductibilité $S_r = 1.20 \text{ mg/100 g}$.
Déviation standard de la comparabilité $S_k = 2.50 \text{ mg/100 g}$.