

NORME FRANÇAISE
HOMOLOGUÉE

ÉPICES ET AROMATES
GRAINES DE MOUTARDE
DOSAGE DE L'ISOTHIOCYANATE
DE PARAHYDROXYBENZYLE

NF
V 32-054
Janvier 1971

I. — OBJET

La présente norme a pour objet de décrire une méthode de dosage colorimétrique de l'isothiocyanate de parahydroxybenzyle dans les graines de moutarde blanche (*Sinapis alba* Linnaeus).

Elle donne également, en annexe, une méthode par argentimétrie susceptible d'être substituée à la méthode colorimétrique, par accord entre les parties.

II. — PRINCIPE

Dédoublément, par hydrolyse enzymatique, de la sinalbine (glucoside de la *Sinapis alba*) en glucose, sulfate acide de sinapine et isothiocyanate de parahydroxybenzyle, ce dernier donnant de l'alcool parahydroxybenzyle et du thiocyanate. Dosage, par colorimétrie, du thiocyanate formé.

III. — RÉACTIFS

- 1 - Eau distillée ou eau de pureté au moins équivalente
- 2 - Chlorure mercurique : solution à 5 g pour 100 ml
- 3 - Hexacyanoferrate de potassium : solution à 15 g pour 100 ml
- 4 - Acétate de zinc : solution à 15 g pour 100 ml
- 5 - Carbonate de calcium pulvérisé
- 6 - Acide nitrique : solution environ N
- 7 - Hydroxyde de sodium : solution environ N
- 8 - Alun ferricoammoniacal : solution à 20 g pour 100 ml dans l'acide sulfurique environ N
- 9 - Thiocyanate de potassium ou d'ammonium : solution étalon, solution titrée 0,1 N contenant 5,808 g de SCN⁻ par litre.

Homologuée
par arrêté du 3-1-71
J. O. du 12-1-71

IV. — APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

- broyeur,
 - fiole jaugée à un trait de 250 ml, classe A selon la norme **NF B 35-307** « Fioles jaugées »,
 - fioles jaugées à un trait de 50 ml, classe A selon la norme **NF B 35-307** « Fioles jaugées »,
 - pipettes permettant de délivrer, 2 ml, 5 ml, classe A selon la norme **NF B 35-305** « Pipettes à un trait » ou selon la norme **NF B 35-306** « Pipettes graduées »,
 - balance analytique,
- Colorimètre permettant d'effectuer la mesure à 450 nm.

V. — MODE OPÉRATOIRE

1. Préparation de l'échantillon

Après homogénéisation très soignée de l'échantillon, prélever 20 à 25 g de graines de moutarde et les broyer selon les prescriptions de la norme **NF V 32-051** « Graines de moutarde - Préparation de l'échantillon pour laboratoire en vue de l'analyse ».

2. Prise d'essai

Prélever environ 5 g d'échantillon moulu et les peser à 1 mg près.

3. Hydrolyse

Introduire la prise d'essai dans un bécher de 250 ml.

Ajouter 100 ml d'eau portée à 70 °C \pm 2 °C et un minimum de 100 mg de carbonate de calcium (5). Recouvrir le bécher avec un verre de montre. Laisser la macération se poursuivre 15 minutes à 70 °C; après refroidissement, ajouter 20 ml de solution d'hydroxyde de sodium (7) et laisser en contact pendant 15 minutes.

4. Défécation

Amener le contenu du bécher à un pH d'environ 6,0 à 6,5 en introduisant la quantité suffisante de solution d'acide nitrique (6).

Verser le contenu du bécher dans la fiole jaugée de 250 ml, puis ajouter successivement et en agitant, 2 ml de solution d'hexacyanoferrate de potassium (3) et 2 ml de solution d'acétate de zinc (4).

Ajuster à 250 ml avec de l'eau et ajouter à la pipette 2 ml d'eau (pour tenir compte du volume du précipité).

Agiter et filtrer sur filtre à filtration rapide en opérant à l'abri de la lumière vive. Le filtrat (F) doit être limpide et incolore.

5. Titrage

Introduire dans une fiole de 50 ml :

- 5 ml du filtrat précédent (F),
- 5 ml de solution d'alun ferricoammoniacal (8).

Compléter à 50 ml, agiter et mesurer l'absorption à l'aide du colorimètre à 450 nm.

6. Courbe d'étalonnage

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire 5 ml de la solution étalon (9) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Introduire dans 5 fioles jaugées de 50 ml :

5 - 10 - 15 - 20 - 25 ml de la solution étalon diluée afin d'obtenir 5 solutions contenant :
145,2 - 290,4 - 435,6 - 580,8 et 726 μ g de thiocyanate (SCN^-).

Ajouter 5 ml d'alun ferricoammoniacal (8).

Compléter à 50 ml avec de l'eau, agiter et mesurer l'absorption comme indiqué au paragraphe 5.

Tracer la courbe d'étalonnage donnant la densité optique en fonction du nombre de microgrammes de thiocyanate.