
Norme internationale



6490/1

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

**Aliments des animaux — Détermination de la teneur en calcium —
Partie 1 : Méthode titrimétrique**

Animal feeding stuffs — Determination of calcium content — Part 1 : Titrimetric method

ITeH STANDARD PREVIEW

Première édition — 1985-11-01 (standards.iteh.ai)

[ISO 6490-1:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9d01e6-2082-49a8-acbd-8ac2a3d3ef0f/iso-6490-1-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9d01e6-2082-49a8-acbd-8ac2a3d3ef0f/iso-6490-1-1985>

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6490/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

[ISO 6490-1:1985](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Aliments des animaux — Détermination de la teneur en calcium —

Partie 1 : Méthode titrimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en calcium par titrimétrie, dans les aliments des animaux.

La méthode est applicable à tous les aliments des animaux ayant une teneur en calcium supérieure à 1 g/kg.

2 Références

ISO 6490/2, *Aliments des animaux — Détermination de la teneur en calcium — Partie 2: Méthode par spectrométrie d'absorption atomique.*

ISO 6497, *Aliments des animaux — Échantillonnage.*¹⁾

ISO 6498, *Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai.*

3 Principe

Incinération d'une prise d'essai, traitement des cendres à l'acide chlorhydrique et précipitation du calcium sous forme d'oxalate de calcium. Dissolution du précipité dans l'acide sulfurique et titrage de l'acide oxalique formé à l'aide d'une solution titrée de permanganate de potassium.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

4.1 Acide chlorhydrique, à 30 % (*m/m*) environ ($\rho_{20} = 1,15$ g/ml).

4.2 Acide nitrique, concentré ($\rho_{20} = 1,40$ g/ml).

4.3 Acide sulfurique, à 20 % (*m/m*) environ ($\rho_{20} = 1,13$ g/ml).

4.4 Ammoniaque, à 33 % (*m/m*) environ ($\rho_{20} = 0,89$ g/ml).

4.5 Oxalate d'ammonium, solution saturée à froid.

4.6 Acide citrique monohydraté, solution à 300 g/l.

4.7 Chlorure d'ammonium, solution à 50 g/l.

4.8 Vert de bromocrésol, solution à 0,4 g/l.

4.9 Permanganate de potassium, solution titrée, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1$ mol/l.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

5.1 Four à moufle, électrique, à circulation d'air, réglable à 550 ± 20 °C.

5.2 Capsule à incinération, en platine, silice ou porcelaine.

5.3 Creuset en verre fritté, de porosité P 16 (dimensions des pores de 10 à 16 μm).

5.4 Bain d'eau bouillante.

5.5 Bêchers, de 250 ml de capacité.

5.6 Fiole jaugée, de 250 ml de capacité.

5.7 Balance analytique.

6 Échantillonnage

Prélever l'échantillon pour laboratoire conformément à l'ISO 6497.

1) Actuellement au stade de projet.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai comme spécifié dans l'ISO 6498.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, environ 5 g de l'échantillon pour essai (ou plus si nécessaire) dans la capsule à incinération (5.2).

7.3 Détermination

7.3.1 Incinérer la prise d'essai dans le four à moufle (5.1) réglé à 550 ± 20 °C, jusqu'à destruction complète de la matière organique (généralement 4 h suffisent). S'il reste des matières organiques (particules noires), ajouter quelques gouttes d'acide nitrique (4.2), sécher sur plaque chauffante et incinérer à nouveau au four à moufle à 550 ± 20 °C pendant 30 min. Recommencer ces opérations jusqu'à destruction complète de la matière organique. Transférer les cendres dans un bécher de 250 ml (5.5).

7.3.2 Ajouter 40 ml d'acide chlorhydrique (4.1), 60 ml d'eau et quelques gouttes d'acide nitrique (4.2). Porter à ébullition et l'y maintenir pendant 30 min. Refroidir et transvaser la solution dans la fiole jaugée de 250 ml (5.6). Rincer, compléter au trait repère avec de l'eau, mélanger et filtrer pour obtenir la solution d'essai.

7.3.3 Prélever, à l'aide d'une pipette, une partie aliquote contenant de 10 à 40 mg de calcium, selon la teneur présumée en calcium, et la verser dans un bécher de 250 ml (5.5). Ajouter 1 ml de la solution d'acide citrique (4.6) et 5 ml de la solution de chlorure d'ammonium (4.7). Diluer à environ 100 ml avec de l'eau. Porter à ébullition, ajouter 10 gouttes de la solution de vert de bromocrésol (4.8) et 30 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (4.5) chaude. Si un précipité apparaît, le dissoudre par addition de quelques gouttes d'acide chlorhydrique (4.1).

Neutraliser très lentement avec l'ammoniaque (4.4), en agitant constamment, jusqu'à obtention d'un pH de 4,4 à 4,6 (c'est-à-dire jusqu'au virage de l'indicateur). Mettre le bécher dans le bain d'eau bouillante (5.4) et l'y maintenir pendant 30 min afin de laisser se déposer le précipité formé. Retirer le bécher du bain d'eau. Laisser reposer pendant 1 h et filtrer dans le creuset (5.3).

Laver le bécher et le creuset à l'eau jusqu'à élimination complète de l'excès d'oxalate d'ammonium, montrée par l'absence de chlorure dans les eaux de lavage.

Mettre le creuset dans un bécher de 250 ml (5.5) ou une fiole à large ouverture. Ajouter 80 ml d'acide sulfurique (4.3) et chauffer à 70-80 °C pour dissoudre le précipité.

7.3.4 Titrer la solution chaude avec la solution titrée de permanganate de potassium (4.9) jusqu'à obtention d'une coloration rose persistant pendant 1 min.

7.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul et formule

La teneur en calcium, exprimée en grammes par kilogramme d'échantillon, est égale à

$$\frac{20,04 \times V \times c}{m} \times \frac{250}{V'}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée de permanganate de potassium, utilisé pour le titrage;

c est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée de permanganate de potassium;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

V' est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevée en 7.3.3.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (voir 7.4) si la condition de répétabilité (voir 8.2) est remplie.

Exprimer le résultat à 1 g/kg près.

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 dépasser

1 g/kg (en valeur absolue) pour des teneurs en calcium inférieures à 50 g/kg;

2 % (en valeur relative) de la valeur moyenne pour des teneurs en calcium supérieures ou égales à 50 g/kg.

9 Notes sur le mode opératoire

9.1 Pour la détermination des très faibles teneurs en calcium, utiliser la méthode par spectrométrie d'absorption atomique de l'ISO 6490/2.

9.2 Si l'échantillon est constitué uniquement de matières minérales, le dissoudre dans l'acide chlorhydrique sans incinération préalable.

Pour les produits tels que les phosphates aluminocalciques, difficiles à dissoudre dans les acides, mélanger intimement, dans

une capsule en platine, la prise d'essai avec environ cinq fois sa masse d'un mélange, en parties égales, de carbonate de potassium et de carbonate de sodium. Chauffer avec précaution jusqu'à fusion complète du mélange. Après refroidissement, dissoudre dans l'acide chlorhydrique.

9.3 Si la teneur en magnésium de l'échantillon est plus importante que la teneur en calcium, ou en cas de doute, procéder à une seconde précipitation de l'oxalate de calcium.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. 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 le résultat.

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 6490-1:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9d01e6-2082-49a8-acbd-8ac2a3d3ef0f/iso-6490-1-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6490-1:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9d01e6-2082-49a8-acbd-8ac2a3d3ef0f/iso-6490-1-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6490-1:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9d01e6-2082-49a8-acbd-8ac2a3d3ef0f/iso-6490-1-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6490-1:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9d01e6-2082-49a8-acbd-8ac2a3d3ef0f/iso-6490-1-1985>