

---

---

**Aliments des animaux — Détermination de  
la teneur en matière grasse**

*Animal feeding stuffs — Determination of fat content*

**iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)**

[ISO 6492:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7de6546-8c7c-4420-af12-f008ae871cbf/iso-6492-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7de6546-8c7c-4420-af12-f008ae871cbf/iso-6492-1999>



## 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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6492 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6492:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7de6546-8c7c-4420-af12-f008ae871cbf/iso-6492-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7de6546-8c7c-4420-af12-f008ae871cbf/iso-6492-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

# Aliments des animaux — Détermination de la teneur en matière grasse

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en matière grasse des aliments des animaux. La méthode est applicable à tous les aliments des animaux, à l'exception des graines oléagineuses et des tourteaux de graines oléagineuses.

Pour les besoins de la présente méthode, on distingue les deux catégories suivantes d'aliments des animaux. Les échantillons de produits de la catégorie B doivent faire l'objet d'une hydrolyse avant extraction.

Catégorie B:

- aliments d'origine animale, y compris les produits laitiers;
- aliments d'origine végétale dont les matières grasses ne peuvent être extraites sans hydrolyse préalable, notamment gluten, levure, protéines de soja et de pommes de terre, et aliments ayant subi un traitement thermique;
- aliments composés contenant les produits ci-dessus en quantités telles que l'essentiel de la teneur en matière grasse (au moins 20 %) en provient.

Catégorie A:

- aliments des animaux non mentionnés dans la catégorie B.

NOTE Pour les tourteaux de graisses oléagineuses, l'ISO 734 [2] spécifie une méthode de détermination de la «teneur en huile» par extraction à l'hexane, tandis que l'ISO 736 [3] spécifie une méthode par extraction à l'oxyde diéthylique.

Pour les graines oléagineuses, l'ISO 659 [1] spécifie une méthode de détermination de la «teneur en huile» par extraction à l'hexane.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

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

### 3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### **teneur en matière grasse**

fraction massique des substances extraites de l'échantillon selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en matière grasse est exprimée en grammes par kilogramme. Elle peut aussi être exprimée comme fraction massique, en pourcentage [précédemment désignée % (*m/m*)].

### 4 Principe

**4.1** Une extraction préliminaire à l'éther de pétrole est requise pour les échantillons ayant une teneur élevée en matière grasse (supérieure à 200 g/kg).

**4.2** Pour les échantillons de catégorie B, hydrolyse à chaud de l'échantillon par l'acide chlorhydrique. Refroidissement et filtration de la solution. Lavage et séchage du résidu obtenu, puis extraction à l'éther de pétrole. Élimination du solvant par distillation et séchage. Pesée du résidu.

**4.3** Pour les échantillons de catégorie A, extraction de l'échantillon à l'éther de pétrole. Élimination du solvant par distillation et séchage. Pesée du résidu.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

### 5 Réactifs et produits

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs et des solvants de qualité analytique reconnue.

**5.1 Eau**, au moins de qualité 3, conformément à l'ISO 3696. ISO 6492:1999  
<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso-6492-1999/iso-6492-1999>

**5.2 Sulfate de sodium**, anhydre.

**5.3 Éther de pétrole**, se composant essentiellement d'hydrocarbures à six atomes de carbone, ayant un point d'ébullition compris entre 40 °C et 60 °C.

L'indice de brome doit être inférieur à 1. Le résidu d'évaporation doit être inférieur à 20 mg/l.

L'hexane technique ayant un résidu d'évaporation inférieur à 20 mg/l peut également être utilisé.

**5.4 Granules de carbure de silicium** ou **billes en verre**.

**5.5 Acétone**.

**5.6 Acide chlorhydrique**,  $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/l}$ .

**5.7 Adjuvant de filtration**, par exemple terre de diatomées (Kieselguhr), porté à ébullition pendant 30 min dans de l'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$ , puis lavé à l'eau jusqu'à neutralité et séché à 130 °C.

### 6 Appareillage

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

**6.1 Cartouches d'extraction**, exemptes de corps gras et lavées à l'éther.

**6.2 Extracteur de type Soxhlet**, ayant un volume de siphonnage d'environ 100 ml, ou autre extracteur à recirculation.

**6.3 Appareil de chauffage**, muni d'un dispositif de thermorégulation, non susceptible d'agir comme source d'allumage.

**6.4 Étuve de séchage**, réglable à  $(103 \pm 2)$  °C.

**6.5 Étuve électrique à pression réduite**, réglable à  $(80 \pm 2)$  °C et permettant d'obtenir une pression inférieure à 13,3 kPa, munie d'un dispositif d'admission d'air sec ou contenant un déshydratant, par exemple de l'oxyde de calcium.

**6.6 Dessiccateur**, garni d'un agent déshydratant efficace.

## 7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage est donnée dans l'ISO 6497 [4].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport ou de l'entreposage.

Conserver l'échantillon de façon à réduire au minimum toute détérioration ou modification de sa composition.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 6498.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

## 9 Mode opératoire

ISO 6492:1999

### 9.1 Choix du mode opératoire

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7de6546-8c7c-4420-af12-f008ae871cbf/iso-6492-1999>

Dans le cas d'un échantillon pour essai difficile à broyer, ou s'il est difficile d'obtenir un échantillon pour essai réduit homogène du fait de la forte teneur en matière grasse (supérieure à 200 g/kg), procéder conformément à 9.2.

Dans tous les autres cas, procéder conformément à 9.3.

### 9.2 Extraction préliminaire

**9.2.1** Peser, à 1 mg près, au moins 20 g de l'échantillon pour essai préparé (article 8), ( $m_0$ ), puis mélanger avec 10 g de sulfate de sodium anhydre (5.2). Introduire le mélange dans une cartouche d'extraction (6.1) et recouvrir d'un tampon d'ouate dégraissée.

Placer quelques granules de carbure de silicium (5.4) dans un ballon sec. Si la matière grasse doit faire ultérieurement l'objet d'essais qualitatifs, remplacer les granules de carbure de silicium par des billes en verre. Relier le ballon à l'extracteur et recueillir l'extrait éthéré.

Placer la cartouche dans le tube extracteur (6.2) et extraire pendant 2 h à l'éther de pétrole (5.3). Régler l'appareil de chauffage (6.3) de façon à obtenir au moins 10 siphonnages à l'heure en cas d'utilisation d'un tube extracteur de type Soxhlet ou un débit de reflux d'au moins 5 gouttes à la seconde (environ 10 ml/min) en cas d'utilisation d'un appareil équivalent.

Diluer l'extrait éthéré contenu dans le ballon jusqu'à 500 ml avec de l'éther de pétrole (5.3) et bien mélanger. Peser, à 1 mg près, un ballon sec contenant quelques granules de carbure de silicium (5.4) ou des billes en verre ( $m_1$ ). À l'aide d'une pipette, prélever 50 ml de solution éthérée dans ce ballon.

**9.2.2** Éliminer le solvant par distillation jusqu'à ce que le ballon en soit quasiment exempt. Ajouter 2 ml d'acétone (5.5) dans le ballon, remuer et chauffer doucement sur l'appareil de chauffage (6.3), afin d'éliminer l'acétone. Faire

disparaître les dernières traces d'acétone en soufflant. Sécher le résidu pendant  $(10 \pm 0,1)$  min. dans l'étuve de séchage (6.4) réglée à 103 °C. Refroidir dans le dessiccateur (6.6), puis peser à 0,1 mg près ( $m_2$ ).

Le mode opératoire suivant peut également être appliqué.

Éliminer le solvant par distillation. Sécher le résidu se trouvant dans le ballon pendant 1,5 h sous vide, dans l'étuve (6.5) réglée à 80 °C. Laisser refroidir dans le dessiccateur (6.6) et peser à 0,1 mg près ( $m_2$ ).

**9.2.3** Laisser le résidu d'extraction provenant de la cartouche sécher à l'air, afin d'éliminer les résidus de solvant. Peser le résidu sec à 0,1 mg près ( $m_3$ ).

Broyer le résidu pour obtenir une granulométrie de 1 mm.

Procéder ensuite conformément à 9.3.

### 9.3 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, 5 g de l'échantillon pour essai préparé (article 8 ou 9.2) ( $m_4$ ).

Pour un échantillon de catégorie B (voir article 1), procéder conformément à 9.4.

Pour un échantillon de catégorie A, introduire la prise d'essai dans une cartouche d'extraction (6.1) et la recouvrir d'un tampon d'ouate dégraissée. Procéder ensuite conformément à 9.5.

### 9.4 Hydrolyse

Introduire la prise d'essai dans un bécher de 400 ml ou dans une fiole conique de 300 ml. Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (5.6) et des granules de carbure de silicium (5.4). Recouvrir le bécher d'un verre de montre ou relier la fiole conique au réfrigérant à reflux. Porter le mélange à ébullition douce sur une flamme ou une plaque chauffante et l'y maintenir pendant 1 h. Remuer toutes les 10 min pour éviter que le produit n'adhère aux parois du récipient.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7de6546-8c7c-4420-af12-f008ae871cb/iso-6492-1999>

Refroidir à température ambiante et ajouter une quantité d'adjuvant de filtration (5.7) suffisante pour empêcher toute perte de matière grasse lors de la filtration. Filtrer à travers un papier-filtre double dégraissée et humidifié dans un entonnoir de Büchner à aspiration. Laver le résidu à l'eau froide jusqu'à obtention d'un filtrat neutre.

**ATTENTION:** Si de l'huile ou de la graisse apparaît à la surface du filtrat, des résultats erronés peuvent être obtenus. Une solution peut consister à répéter le mode opératoire en utilisant une plus petite prise d'essai ou une concentration d'acide plus élevée.

Retirer le filtre avec précaution et placer le papier-filtre double contenant le résidu dans une cartouche d'extraction (6.1) et sécher sous vide pendant 60 min dans l'étuve (6.5) réglée à 80 °C. Sortir la cartouche de l'étuve et la recouvrir d'un tampon d'ouate dégraissée.

### 9.5 Extraction

**9.5.1** Placer quelques granules de carbure de silicium (5.4) dans un ballon sec et peser le tout, à 1 mg près ( $m_5$ ). Si la matière grasse doit faire ultérieurement l'objet d'essais qualitatifs, remplacer les granules de carbure de silicium par des billes en verre. Relier le ballon à l'extracteur et recueillir l'extrait éthéré.

Placer la cartouche dans le tube extracteur (6.2) et extraire pendant 6 h à l'éther de pétrole (5.3). Régler l'appareil de chauffage (6.3) de façon à obtenir au moins 10 siphonnages à l'heure en cas d'utilisation d'un extracteur de type Soxhlet ou un débit de reflux d'au moins 5 gouttes à la seconde (environ 10 ml/min) en cas d'utilisation d'un appareil équivalent.

**9.5.2** Éliminer le solvant par distillation jusqu'à ce que le ballon en soit quasiment exempt. Ajouter 2 ml d'acétone (5.5) dans le ballon, remuer et chauffer doucement sur l'appareil de chauffage (6.3), afin d'éliminer l'acétone. Faire disparaître les dernières traces d'acétone en soufflant. Sécher le résidu pendant  $(10 \pm 0,1)$  min dans l'étuve de séchage (6.4) réglée à 103 °C. Refroidir dans le dessiccateur (6.6), puis peser à 0,1 mg près ( $m_6$ ).

Le mode opératoire suivant peut également être appliqué.

Éliminer le solvant par distillation. Sécher le résidu se trouvant dans le ballon pendant 1,5 h sous vide, dans l'étuve (6.5) réglée à 80 °C. Laisser refroidir dans le dessiccateur (6.6) et peser à 0,1 mg près ( $m_6$ ).

## 10 Calcul

### 10.1 Détermination avec extraction préliminaire (9.2)

Calculer, à l'aide de l'équation suivante, la teneur en matière grasse de l'échantillon pour essai,  $w_1$ , en grammes par kilogramme:

$$w_1 = \left[ \frac{10(m_2 - m_1)}{m_0} + \left( \frac{m_6 - m_5}{m_4} \times \frac{m_3}{m_0} \right) \right] \times f$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai pesé en 9.2;

$m_1$  est la masse, en grammes, du ballon contenant les granules de carbure de silicium, utilisé en 9.2;

$m_2$  est la masse, en grammes, du ballon contenant les granules de carbure de silicium et le résidu d'extrait étheré séché obtenu en 9.2;

$m_3$  est la masse, en grammes, du résidu d'extraction séché obtenu en 9.2;

$m_4$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.3);

$m_5$  est la masse, en grammes, du ballon contenant les granules de carbure de silicium, utilisé en 9.5;

$m_6$  est la masse, en grammes, du ballon contenant les granules de carbure de silicium et le résidu d'extrait étheré séché obtenu en 9.5;

$f$  est le facteur de conversion des unités, en grammes par kilogramme ( $f = 1000$  g/kg).

Exprimer le résultat à 1 g/kg près.

### 10.2 Détermination sans extraction préliminaire

Calculer, à l'aide de l'équation suivante, la teneur en matière grasse de l'échantillon pour essai,  $w_2$ , en grammes par kilogramme:

$$w_2 = \frac{(m_6 - m_5)}{m_4} \times f$$

où

$m_4$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.3);

$m_5$  est la masse, en grammes, du ballon contenant les granules de carbure de silicium, utilisé en 9.5;

$m_6$  est la masse, en grammes, du ballon contenant les granules de carbure de silicium et le résidu d'extrait étheré séché obtenu en 9.5;

$f$  est le facteur de conversion des unités, en grammes par kilogramme ( $f = 1000$  g/kg).

Exprimer le résultat à 1 g/kg près.

## 11 Fidélité

### 11.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

### 11.2 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 que dans 5 % des cas au plus la limite de répétabilité ( $r$ ) indiquée dans le, ou dérivée du, Tableau 1.

Tableau 1 — Limites de répétabilité ( $r$ ) et de reproductibilité ( $R$ )

Échantillon	$r$ g/kg	$R$ g/kg
Catégorie B (hydrolyse nécessaire)	5,0	12,0 <sup>a</sup>
Catégorie A (hydrolyse inutile)	2,5	7,7 <sup>b</sup>
<sup>a</sup> Sauf pour les farines de poisson et de viande; voir Tableau A.1. <sup>b</sup> Sauf pour le tourteau de coprah; voir Tableau A.2.		

### 11.3 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 que dans 5 % des cas au plus la limite de reproductibilité ( $R$ ) indiquée dans le, ou dérivée du, Tableau 1.

## 12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec la référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur tout incident susceptible d'avoir influé sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s), ou,
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.



## Annexe A (informative)

### Résultats des essais interlaboratoires

La fidélité de la méthode a été établie par trois essais interlaboratoires organisés en 1984 par les Comités membres de l'ex-Tchécoslovaquie, des Pays-Bas et de la France, et effectués conformément à l'ISO 5725 [5]<sup>1)</sup>.

Lors de l'essai en ex-Tchécoslovaquie, 21 laboratoires ont participé à l'essai. Des échantillons de lait entier en poudre, de farine de poisson, d'aliments composés pour poulets et de granulés pour bovins ont été examinés.

Lors de l'essai en France, 33 laboratoires ont participé à l'essai. Des échantillons de solubles de distillerie, de maïs, de farine de viande, de tourteau de soja et d'aliments pour dindes ont été examinés.

Lors de l'essai aux Pays-Bas, 10 laboratoires ont participé à l'essai. Des échantillons d'orge, de poudre d'os, de tourteaux de coprah, de farine de plumes, de gluten de maïs et de deux aliments composés ont été examinés.

Voir Tableaux A.1 et A.2 pour un résumé des résultats statistiques des essais.

NOTE Des informations plus détaillées sont données dans le document ISO/TC 34/SC 10 N 353.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 6492:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7de6546-8c7c-4420-af12-f008ae871cbf/iso-6492-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7de6546-8c7c-4420-af12-f008ae871cbf/iso-6492-1999>

---

<sup>1)</sup> L'ISO 5725 :1986 (à présent annulée) a été utilisée pour l'obtention des données de fidélité.