
**Aliments des animaux — Détermination de
la teneur en chlorures solubles dans l'eau**

Animal feeding stuffs — Determination of water-soluble chlorides content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6495:1999](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5ac886-1ec8-4dc9-9bbb-5be3df24c021/iso-6495-1999>



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 6495 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

Cette deuxième édition de l'ISO 6495 annule et remplace la première édition (ISO 6495:1980), dont elle constitue une révision technique.

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

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6495:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5ac886-1ec8-4dc9-9bbb-5be3df24c021/iso-6495-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5ac886-1ec8-4dc9-9bbb-5be3df24c021/iso-6495-1999>

© 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 chlorures solubles dans l'eau

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination, dans les aliments des animaux, de la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en chlorure de sodium.

La méthode est applicable aux aliments des animaux.

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*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5ac886-1ec8-4dc9-9bbb-300d28027009>

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

3 Principe

Mise en solution dans l'eau des chlorures présents dans une prise d'essai. Clarification de la solution si le produit contient des matières organiques. Légère acidification par l'acide nitrique et précipitation des chlorures sous forme de chlorure d'argent à l'aide d'une solution titrée de nitrate d'argent. Titrage de l'excès de nitrate par une solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium.

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau, de qualité au moins 3, conformément à l'ISO 3696.

4.2 Acétone.

4.3 *n*-Hexane.

4.4 Acide nitrique, ρ_{20} (HNO₃) = 1,38 g/ml.

4.5 Charbon actif, exempt de chlorures et ne pouvant en adsorber.

4.6 Sulfate d'ammonium et de fer(III), solution saturée.

Préparer à partir de NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O.

4.7 Solution de Carrez I

Dissoudre, dans de l'eau, 10,6 g d'hexacyanoferrate de potassium(II) trihydraté ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$). Compléter à 100 ml avec de l'eau.

4.8 Solution de Carrez II

Dissoudre, dans de l'eau, 21,9 g d'acétate de zinc dihydraté ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) et ajouter 3 ml d'acide acétique glacial. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

4.9 Thiocyanate d'ammonium ou de potassium, solution titrée, $c(NH_4SCN) = 0,1 \text{ mol/l}$ ou $c(KSCN) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.10 Nitrate d'argent, solution titrée, $c(AgNO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5 Appareillage

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

5.1 Mélangeur culbuteur, ayant une fréquence de retournement d'environ 35 min^{-1} à 40 min^{-1} .

5.2 Fioles jaugées à un trait, de capacité 200 ml et 500 ml.

5.3 Pipettes, de capacité appropriée.

5.4 Burettes.

5.5 Balance analytique, ayant une résolution de $\pm 0,001 \text{ g}$.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6495:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5ac886-1ec8-4dc9-9bbb-5be3d24c021/iso-6495-1999)

6 Échantillonnage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5ac886-1ec8-4dc9-9bbb-5be3d24c021/iso-6495-1999>

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 6497 [1].

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

7 Préparation de l'échantillon pour essai

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

S'il est solide, moudre l'échantillon pour laboratoire (généralement 500 g) de manière qu'il passe entièrement au travers d'un tamis de 1 mm d'ouverture de mailles. Mélanger soigneusement.

8 Mode opératoire

NOTE S'il est nécessaire de vérifier si l'exigence de répétabilité est satisfaite (voir 10.2) réaliser deux déterminations séparées conformément à 8.1 à 8.5.

8.1 Choix du mode opératoire

Si l'échantillon pour essai est exempt de matières organiques, procéder selon 8.2.

Si l'échantillon pour essai contient des matières organiques, procéder selon 8.3, sauf si l'échantillon pour essai se compose d'aliments cuits, de tourteaux et farine de lin, de produits riches en farine de lin et autres produits riches

en mucilages ou en substances colloïdales (par exemple de l'amidon dextriné). Dans ce dernier cas, procéder selon 8.4.

8.2 Préparation de la solution d'essai d'échantillons exempts de matières organiques

Peser, à 0,001 g près, une prise d'essai de 10 g au maximum (masse m) de l'échantillon pour essai préparé, supposée ne pas contenir plus de 3 g de chlorures. L'introduire dans une fiole jaugée de 500 ml (5.2) et ajouter 400 ml d'eau à une température d'environ 20 °C.

Mélanger pendant 30 min dans le mélangeur culbuteur (5.1). Compléter au trait repère avec de l'eau (soit V_i le volume obtenu), homogénéiser et filtrer.

Procéder ensuite selon 8.5.

8.3 Préparation de la solution d'essai d'échantillons contenant des matières organiques, à l'exception des produits mentionnés en 8.4

Peser, à 0,001 g près, environ 5 g (masse m) d'échantillon pour essai préparé et l'introduire dans une fiole jaugée de 500 ml (5.2). Ajouter 1 g de charbon actif (4.5), 400 ml d'eau à une température d'environ 20 °C et 5 ml de la solution de Carrez I (4.7). Agiter et ajouter ensuite 5 ml de la solution de Carrez II (4.8).

Mélanger pendant 30 min dans le mélangeur culbuteur (5.1). Compléter au trait repère avec de l'eau (soit V_i le volume obtenu), homogénéiser et filtrer.

Procéder ensuite selon 8.5.

8.4 Aliments cuits, tourteaux et farine de lin, produits riches en farine de lin et autres produits riches en mucilages ou en substances colloïdales

Peser, à 0,001 g près, environ 5 g (masse m) d'échantillon pour essai préparé et les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml (5.2). Ajouter 1 g de charbon actif (4.5), 400 ml d'eau à une température d'environ 20 °C et 5 ml de la solution de Carrez I (4.7). Agiter et ajouter ensuite 5 ml de la solution de Carrez II (4.8).

Mélanger pendant 30 min dans le mélangeur culbuteur (5.1). Compléter au trait repère avec de l'eau (soit V_i le volume obtenu) et homogénéiser.

Décantier (si nécessaire, centrifuger). À l'aide d'une pipette (5.3), prélever 100 ml du liquide surnageant et les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml (5.2).

Mélanger avec de l'acétone (4.2). Compléter au trait repère avec ce même solvant, homogénéiser et filtrer.

8.5 Titrage

À l'aide d'une pipette (5.3), introduire dans une fiole conique une partie aliquote de 25 ml à 100 ml du filtrat (volume V_a). La partie aliquote ne doit pas contenir plus de 150 mg de chlorure.

Compléter, si nécessaire, avec de l'eau, pour obtenir un volume d'au moins 50 ml. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.4), 2 ml de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(III) (4.6) et 2 gouttes de la solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (4.9) à l'aide d'une burette (5.4) remplie jusqu'au trait repère zéro.

NOTE Le reste de la solution est ensuite utilisé pour le titrage de l'excès de nitrate d'argent.

Ajouter, à l'aide d'une burette (5.4), de la solution de nitrate d'argent (4.10) jusqu'à disparition de la coloration rouge-brun, puis ajouter un excès de 5 ml (soit V_{s1} le volume obtenu). Agiter fortement afin de rassembler le précipité. Si nécessaire, on peut ajouter 5 ml de n -hexane (4.3) pour faciliter la coagulation.

Titre l'excès de nitrate d'argent avec la solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (4.9) jusqu'à obtention d'une coloration rouge-brun persistant pendant au moins 30 s (soit V_{t1} le volume obtenu).

8.6 Essai à blanc

Parallèlement à la détermination, effectuer un essai à blanc en utilisant le même mode opératoire et les mêmes réactifs, mais en omettant la prise d'essai.

9 Expression des résultats

Calculer la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en chlorure de sodium, à l'aide de l'équation suivante:

$$w_{wc} = \frac{M[(V_{s1} - V_{s0})c_s - (V_{t1} - V_{t0})c_t]}{m} \times \frac{V_i}{V_a} \times f \times 100 \%$$

où

- w_{wc} est la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en chlorure de sodium, en pourcentage en masse de l'échantillon pour essai;
- M est la masse molaire, en grammes par mole, de chlorure de sodium ($M = 58,44$ g/mol);
- V_{s1} est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent ajoutée pour le titrage de la solution d'essai (8.5);
- V_{s0} est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent ajoutée pour le titrage de la solution à blanc (8.6);
- c_s est la concentration, en moles par litre, de la solution de nitrate d'argent (4.10);
- V_{t1} est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium utilisée lors du titrage de la solution d'essai (8.5);
- V_{t0} est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium utilisée lors du titrage de la solution à blanc (8.6);
- c_t est la concentration, en moles par litre, de la solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (4.9);
- m est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai;
- V_i est le volume, en millilitres, de la solution d'essai préparée en 8.2, 8.3 et 8.4 ($V_i = 500$ ml);
- V_a est le volume, en millilitres, de la partie aliquote de filtrat prélevé (voir 8.5);
- f est un facteur de dilution:
- $f = 2$ pour les aliments cuits, les tourteaux et la farine de lin, les produits riches en farine de lin et les autres produits riches en mucilages ou en substances colloïdales (voir 8.4);
- $f = 1$ pour d'autres aliments des animaux (voir 8.2 et 8.3).

Noter le résultat¹⁾

- à 0,05 % près, pour des teneurs en chlorures solubles dans l'eau inférieures à 1,5 %;
- à 0,1 % près, pour des teneurs en chlorures solubles dans l'eau supérieures ou égales à 1,5 %.

¹⁾ Exprimé en pourcentage en masse [% (m/m)].

10 Fidélité

10.1 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.

10.2 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) déduite de l'équation suivante:

$$r = 0,134(\bar{w}_{wc})^{0,521}$$

où

r est la limite de répétabilité, exprimée en pourcentage en masse;

\bar{w}_{wc} est la moyenne des deux résultats d'essai individuels, exprimée en pourcentage en masse.

10.3 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) déduite de l'équation suivante:

$$R = 0,552 \% + 0,135 \bar{w}_{wc}$$

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5ac886-1ec8-4dc9-9bbb-5be3df24c021/iso-6495-1999>

où

R est la limite de reproductibilité, exprimée en pourcentage en masse;

\bar{w}_{wc} est la moyenne des deux résultats d'essai individuels, exprimée en pourcentage en masse.

11 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 de l'essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires a été réalisé par l'ISO/TC 34/SC 10, *Aliments des animaux*, en 1987 et effectué conformément à l'ISO 5725:1986 [2]. L'analyse statistique finale a été réalisée conformément à l'ISO 5725-2:1994 [4]. Vingt-quatre laboratoires ont participé à cet essai qui portait sur des échantillons de farine de poisson, d'aliment à base de gluten de maïs, de levure, d'aliment préhomogénéisé, d'aliment homogénéisé concentré (2 types) et d'aliment homogénéisé fini.

Tableau A.1 — Résultats statistiques de l'essai interlaboratoires

Paramètre	Échantillon ^a						
	1	2	3	4	5	6	7
Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes	23	23	23	23	23	23	23
Teneur moyenne en chlorures solubles dans l'eau (basée sur la matière sèche), % ^b	3,22	0,105	1,56	14,1	3,56	2,54	1,07
Écart-type de répétabilité, s_r , % ^b	0,11	0,018	0,05	0,20	0,10	0,08	0,03
Coefficient de variation de répétabilité, %	3,5	17,2	3,5	1,4	2,9	3,0	2,9
Limite de répétabilité, r ($r = 2,8 s_r$), % ^b	0,308	0,050	0,140	0,560	0,280	0,224	0,084
Écart-type de reproductibilité, s_R , % ^b	0,22	0,22	0,37	0,88	0,50	0,30	0,16
Coefficient de variation de reproductibilité, %	7	210	24	6	14	12	15
Limite de reproductibilité, R ($R = 2,8 s_R$), % ^b	0,616	0,616	1,036	2,464	1,400	0,840	0,448
^a Échantillon 1: farine de poisson; Échantillon 2: aliment à base de gluten de maïs; Échantillon 3: levure; Échantillon 4: aliment préhomogénéisé; Échantillon 5: aliment homogénéisé concentré; Échantillon 6: aliment homogénéisé concentré; Échantillon 7: aliment homogénéisé fini.							
^b Pourcentage en masse [% (m/m)].							

Bibliographie

- [1] ISO 6497, *Aliments des animaux — Échantillonnage.*
- [2] ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.* (À présent annulée.)
- [3] ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.*
- [4] ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6495:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5ac886-1ec8-4dc9-9bbb-5be3df24c021/iso-6495-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5ac886-1ec8-4dc9-9bbb-5be3df24c021/iso-6495-1999>