
**Aliments des animaux — Détermination de
la teneur en eau et en d'autres matières
volatiles**

*Animal feeding stuffs — Determination of moisture and other volatile matter
content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6496:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d062a1a3-3173-41f9-a8f8-54ef72e02839/iso-6496-1999>



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 6496 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6496:1983), 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 6496:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d062a1a3-3173-41f9-a8f8-54ef72e02839/iso-6496-1999>

© 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 eau et en d'autres matières volatiles

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en eau et en d'autres matières volatiles dans les aliments des animaux.

La méthode est applicable aux aliments des animaux, à l'exception des produits suivants:

- a) les produits laitiers;
- b) les substances minérales;
- c) les mélanges contenant une quantité importante de produits laitiers ou de substances minérales, par exemple les lactoreplaceurs;
- d) les aliments pour animaux comprenant un humidifiant (par exemple du propylène glycol);
- e) les aliments des animaux simples suivants:
 - corps gras d'origines animale et végétale (pour lesquels la méthode A spécifiée dans l'ISO 622 [1] est applicable); <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d062a1a3-3173-41f9-a8f8-54ef72e02839/iso-6496-1999>
 - graines oléagineuses (pour lesquelles une méthode est spécifiée dans l'ISO 665 [2]);
 - tourteaux de graines oléagineuses (pour lesquels une méthode est spécifiée dans l'ISO 771 [3]);
 - céréales, à l'exception du maïs, et produits à base de céréales (pour lesquels une méthode est spécifiée dans l'ISO 712 [4]);
 - maïs (pour lequel la méthode de référence spécifiée dans l'ISO 6540 [5] est applicable).

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient 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 l'édition la plus récente du document normatif indiqué 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 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 eau et en d'autres matières volatiles

fraction massique des substances perdues lors du séchage de l'échantillon selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en eau et en d'autres matières volatiles est exprimée en fraction massique, en pourcentage, [dans le passé généralement donnée en % (m/m)].

4 Principe

La perte de masse lors du séchage d'une prise d'essai de l'échantillon est déterminée dans des conditions spécifiées qui dépendent de la nature de l'échantillon.

5 Appareillage et produits

Matériel et produits courants de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.1 Balance analytique, capable de peser à 1 mg près.

5.2 Récipient, en métal non attaquable ou en verre, muni d'un couvercle suffisamment étanche et présentant une surface utile permettant d'obtenir une répartition de la prise d'essai d'environ 0,3 g/cm².

5.3 Étuve électrique, bien ventilée, réglable à 103 °C ± 2 °C.

5.4 Étuve électrique à pression réduite, réglable à 80 °C ± 2 °C et permettant d'obtenir une pression inférieure à 13 kPa.

Elle doit être équipée d'un thermostat et d'une pompe à vide et être munie soit d'un dispositif d'admission d'air sec, soit d'un dispositif contenant de l'oxyde de calcium (CaO) (300 g de CaO pour 20 échantillons) comme agent déshydratant.

5.5 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant efficace.

5.6 Sable, lavé à l'acide.

6 Échantillonnage

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 [6].

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 manière à minimiser toute détérioration et tout changement dans sa composition.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

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

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

8.1.1 Aliments liquides ou pâteux et aliments constitués essentiellement de matières grasses

Placer une mince couche de sable (5.6) et une baguette en verre dans un récipient (5.2). Sécher le récipient avec son contenu et son couvercle dans l'étuve (5.3) réglée à 103 °C pendant 30 min $\pm$ 1 min. Placer le couvercle sur le récipient, retirer de l'étuve, laisser refroidir jusqu'à la température ambiante dans le dessiccateur (5.5). Peser, à 1 mg près, le récipient, son contenu et son couvercle.

Peser, à 1 mg près, environ 10 g de l'échantillon pour essai préparé (article 7) et le transférer dans le récipient. Mélanger soigneusement avec le sable à l'aide de la baguette en verre. Laisser celle-ci dans le récipient. Procéder ensuite comme spécifié en 8.2.

8.1.2 Autres aliments pour animaux

Sécher le récipient (5.2) avec son couvercle dans l'étuve (5.3) réglée à 103 °C pendant 30 min $\pm$ 1 min. Retirer de l'étuve, laisser refroidir jusqu'à la température ambiante dans le dessiccateur (5.5). Peser, à 1 mg près, le récipient avec son couvercle.

Peser, à 1 mg près, environ 5 g de l'échantillon pour essai préparé (article 7), le transférer dans le récipient et l'y étaler uniformément.

8.2 Détermination

Placer le récipient, avec son couvercle placé au-dessous ou à côté de celui-ci, dans l'étuve (5.3) réglée à 103 °C. Il est conseillé de ne pas placer dans l'étuve plus d'un récipient par litre de volume d'étuve.

Laisser sécher pendant 4 h $\pm$ 0,1 h, comptées à partir du moment où la température de l'étuve a de nouveau atteint 103 °C. Placer le couvercle sur le récipient, retirer de l'étuve, laisser refroidir jusqu'à la température ambiante dans le dessiccateur (5.5) et peser, à 1 mg près.

Dans le cas d'aliments des animaux comprenant principalement des matières grasses, sécher de nouveau dans l'étuve (5.3) réglée à 103 °C pendant 30 min $\pm$ 1 min. La différence de masse entre les deux pesées ne doit pas être supérieure à 0,1 % de la masse de la prise d'essai. Si la variation de masse est supérieure à 0,1 % de la masse de la prise d'essai, rejeter le résultat et répéter la détermination. Si la variation de masse entre les deux pesées excède à nouveau 0,1 % de la masse de la prise d'essai, procéder comme spécifié en 8.3.

8.3 Essai de contrôle

Afin de contrôler si, durant le séchage de la prise d'essai, il s'est produit une variation de masse inacceptable, provoquée par des réactions chimiques (par exemple réaction de Maillard), procéder de la manière suivante.

Sécher de nouveau le récipient avec sa prise d'essai dans l'étuve (5.3) réglée à 103 °C pendant 2 h $\pm$ 0,1 h. Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante dans le dessiccateur (5.5) et peser à 1 mg près. Si la variation de masse durant ce second séchage est supérieure à 0,2 % de la masse de la prise d'essai, il se peut que des réactions chimiques se soient produites. Dans ce cas, rejeter le résultat et utiliser la méthode spécifiée en 8.4.

NOTE Le critère de 0,2 % ne doit pas être confondu avec la limite de répétabilité de 0,2 % définie en 10.2. Cette dernière représente la différence absolue entre deux déterminations faites dans des conditions de répétabilité. Le premier critère est basé sur la différence entre deux pesées de la même prise d'essai, avant et après un temps de séchage supplémentaire, de façon à contrôler si une variation de masse inacceptable s'est produite.

8.4 Échantillons donnant des pertes de masse inacceptables

Prélever la prise d'essai conformément à 8.1.

Placer le récipient, avec son couvercle placé au-dessous ou à côté de celui-ci, dans l'étuve à pression réduite (5.4) réglée à 80 °C. Réduire la pression jusqu'à environ 13 kPa et sécher l'échantillon à cette pression, soit en laissant pénétrer de l'air sec, soit en présence d'un agent déshydratant (voir 5.4). Dans le second cas, déconnecter la pompe à vide une fois la pression désirée atteinte et s'assurer que cette pression est maintenue durant toute la période de séchage. Chauffer l'échantillon pendant $4 \text{ h} \pm 0,1 \text{ h}$, comptées à partir du moment où la température de l'étuve a de nouveau atteint 80 °C. Ramener ensuite avec précaution la pression de l'étuve à la pression atmosphérique. Ouvrir l'étuve, placer immédiatement le couvercle sur le récipient, retirer le récipient de l'étuve, laisser refroidir à la température ambiante dans le dessiccateur (5.5) et peser à 1 mg près.

Sécher pendant des périodes successives de $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ dans l'étuve à pression réduite réglée à 80 °C et peser jusqu'à ce que la variation de masse entre deux pesées consécutives n'excède pas 0,2 % de la masse de la prise d'essai.

8.5 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai prélevées sur le même échantillon pour essai.

9 Expression des résultats

9.1 Détermination sans conditionnement préalable

Calculer, à l'aide de l'équation suivante, la teneur en eau et en d'autres matières volatiles de l'échantillon pour essai, w_1 , en pourcentage:

$$w_1 = \frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times 100 \% \quad \text{ISO 6496:1999}$$

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d062a1a3-3173-41f9-a8f8-54ef72e02839/iso-6496-1999>

où

m_3 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_4 est la masse, en grammes, du récipient avec son couvercle, et, s'il y a lieu, du sable et de la baguette en verre;

m_5 est la masse, en grammes, du récipient avec son couvercle, de la prise d'essai après séchage, et, s'il y a lieu, du sable et de la baguette en verre.

9.2 Détermination avec conditionnement préalable

NOTE Pour les échantillons difficiles à broyer, voir l'ISO 6498.

9.2.1 Échantillons à teneur en eau supérieure à 17 % et à teneur en matières grasses inférieure à 120 g/kg, ne nécessitant qu'un séchage préliminaire

Calculer, à l'aide de l'équation suivante, la teneur en eau et en d'autres matières volatiles de l'échantillon pour essai, w_2 , en pourcentage:

$$w_2 = \left[\frac{m_0 - m_1}{m_0} + \left(\frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times \frac{m_1}{m_0} \right) \right] \times 100 \%$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, de l'échantillon après extraction et/ou séchage et conditionnement à l'air ambiant;

m_3 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_4 est la masse, en grammes, du récipient avec son couvercle et, s'il y a lieu, du sable et de la baguette en verre;

m_5 est la masse, en grammes, du récipient avec son couvercle, de la prise d'essai après séchage et, s'il y a lieu, du sable et de la baguette en verre.

9.2.2 Échantillons à forte teneur en matières grasses et à faible teneur en eau, nécessitant seulement un dégraissage préliminaire, et échantillons à forte teneur en matières grasses et à forte teneur en eau, nécessitant un séchage préliminaire suivi d'un dégraissage préliminaire

Calculer, à l'aide de l'équation suivante, la teneur en eau et en d'autres matières volatiles de l'échantillon pour essai, w_3 , en pourcentage:

$$w_3 = \left[\frac{m_0 - m_1 - m_2}{m_0} + \left(\frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times \frac{m_1}{m_0} \right) \right] \times 100 \%$$

où m_2 est la masse, en grammes, de la matière grasse extraite de l'échantillon pour essai (voir l'ISO 6498).

Voir 9.2.1 pour l'explication des autres symboles.

9.3 Résultat

ISO 6496:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d062a1a3-3173-41f9-a8f8-777777777777/iso-6496-1999>

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique de deux résultats d'essai intermédiaires (8.5), à condition que la différence absolue entre ces deux essais ne dépasse pas 0,2 %. Répéter le mode opératoire si la différence dépasse 0,2 %.

Exprimer le résultat à 0,1 % près.

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) indiquée dans le, ou dérivée du, Tableau 1.

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

Échantillon	Teneur en eau et en d'autres matières volatiles %	<i>r</i> %	<i>R</i> %
Aliment composé	11,43	0,71	1,99
Aliment concentré	10,20	0,55	1,57
Aliment mélassé	7,92	1,49	2,46
Herbe séchée	11,77	0,78	3,00
Pulpe de betteraves	86,05	0,95	3,50
Luzerne	80,30	1,27	2,91

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*) indiquée dans le, ou dérivée du, Tableau 1.

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 organisé en 1996 par l'ISO/TC 34/SC 10, *Aliments des animaux*, et réalisé conformément à l'ISO 5725-2:1994 [8]. Cet essai a vu la participation de 23 laboratoires. Des échantillons d'aliment composé, d'aliment concentré, d'aliment mélassé, d'herbe séchée, de pulpe de betteraves et de luzerne ont été analysés.

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

Paramètre	Échantillon ^a					
	1	2	3	4	5	6
Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes	23	23	19	23	23	23
Teneur moyenne en eau et en d'autres matières volatiles, %	11,43	10,20	7,92	11,77	86,05	80,30
Écart-type de répétabilité, s_r , %	0,253	0,195	0,533	0,28	0,34	0,454
Coefficient de variation de répétabilité, %	2,21	1,91	6,73	2,38	0,40	0,57
Limite de répétabilité, r ($r = 2,8 \times s_r$), %	0,71	0,55	1,49	0,78	0,95	1,27
Écart-type de reproductibilité, s_R , %	0,71	0,562	0,878	1,07	1,25	1,04
Coefficient de variation de reproductibilité, %	6,22	5,51	11,09	9,09	1,45	1,30
Limite de reproductibilité R , ($R = 2,8 \times s_R$), %	1,99	1,57	2,46	3,00	3,50	2,91
^a Échantillon 1: aliment composé; Échantillon 2: aliment concentré; Échantillon 3: aliment mélassé; Échantillon 4: herbe séchée; Échantillon 5: pulpe de betteraves; Échantillon 6: luzerne.						