
Norme internationale



6498

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

Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai

Animal feeding stuffs — Preparation of test samples

Première édition — 1983-10-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6498:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd197603-5598-45f4-9d1c-c85f8ff4e999/iso-6498-1983>

CDU 636.085 : 620.11

Réf. n° : ISO 6498-1983 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit d'alimentation animale, échantillonnage, matériel d'échantillonnage.

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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 6498 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en mars 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Pologne
Autriche	Inde	Portugal
Australie	Iraq	Roumanie
Brésil	Irlande	Sri Lanka
Canada	Israël	Tanzanie
Chili	Italie	Thaïlande
Corée, Rép. dém. p. de	Kenya	Turquie
Corée, Rép. de	Malaisie	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	USA
Espagne	Pays-Bas	Yougoslavie
Éthiopie	Pérou	
France	Philippines	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie des méthodes pour la préparation des échantillons pour essai d'aliments des animaux.

2 Domaine d'application

Elle est applicable à tous les aliments des animaux mentionnés dans les tableaux 1 à 4. Pour les analyses de caractéristiques spéciales (microbiologiques, toxicologiques, etc.), des instructions particulières seront données dans les Normes internationales appropriées.

3 Références

ISO 5986, *Aliments des animaux — Détermination de l'extrait à l'oxyde diéthylique*.

ISO 6496, *Aliments des animaux — Détermination de la teneur en eau*.

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

4 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

échantillon pour laboratoire (appelé également échantillon final) : Échantillon représentatif de la qualité et de l'état du lot, obtenu par réduction de l'échantillon global et destiné à l'analyse ou à un autre examen.

échantillon pour analyse : Partie représentative de l'échantillon pour laboratoire, obtenue par division de celui-ci à l'aide d'un appareil à diviser ou à la main, si nécessaire après réduction de la taille des particules.

échantillon pour essai : Partie représentative de l'échantillon pour analyse ou de l'échantillon pour laboratoire, obtenue par réduction de la taille des particules de ce dernier, si nécessaire après séchage ou dégraissage.

5 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.

5.1 Réactifs pour la délipidation

5.1.1 Oxyde diéthylique, anhydre, pratiquement exempt de peroxydes ($\rho_{20} = 0,720$ g/ml, point d'ébullition 34 à 35 °C) et dont le résidu à l'évaporation est inférieur à 5 mg/100 ml.

5.1.2 *n*-Hexane ou à défaut, **éther de pétrole** distillant entre 40 et 60 °C et ayant un indice de brome inférieur à 1. Pour les deux solvants, le résidu à l'évaporation doit être inférieur à 2 mg/100 ml.

5.1.3 Acétone.

5.1.4 Tétrachlorure de carbone, ayant un résidu à l'évaporation inférieur à 5 mg/100 ml.

5.1.5 Morceaux de carbure de silicium.

5.2 Réactif pour le séchage

Terre de diatomées, ayant été maintenue à l'ébullition pendant 30 min dans une solution d'acide chlorhydrique à 6 mol/l, lavée à l'eau jusqu'à disparition de toute trace acide et séchée à 130 °C.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Appareillage pour la division et la réduction de l'échantillon

6.1.1 Appareil à diviser, par exemple échantillonneur à fentes multiples avec système distributeur (voir figure 1) ou échantillonneur conique (voir figure 2) ou répartiteur rotatif.

1) Actuellement au stade de projet.

6.1.2 Couteau, ciseaux ou système mécanique à lame coupante.

6.1.3 Râpe.

6.1.4 Broyeur, permettant d'obtenir des particules passant à travers un tamis de 1,0 mm d'ouverture nominale de maille ou, à défaut, mortier.

6.1.5 Tamis, de 1,0 et 2,0 mm d'ouverture nominale de maille.

6.2 Appareillage pour la délipidation

6.2.1 Appareil d'extraction de type Soxhlet, ou équivalent.

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

6.2.3 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace.

6.2.4 Balance, précise à 1 mg.

6.3 Appareillage pour le séchage

6.3.1 Étuve électrique, bien ventilée, réglable à 70 ± 2 °C et permettant d'atteindre 100 °C, ou

6.3.2 Étuve électrique à pression réduite, réglable à 80 ± 2 °C, permettant d'obtenir une pression inférieure à 13,3 kPa (100 mmHg), munie d'un dispositif d'admission d'air sec ou contenant un agent déshydratant, par exemple de l'oxyde de calcium.

6.3.3 Plateaux, en aluminium, émaillés ou en acier inoxydable.

NOTE — Les plateaux en plastique ont tendance à absorber l'humidité.

6.3.4 Balance, précise à 0,1 g.

7 Échantillonnage

Voir ISO 6497.

8 Mode opératoire

8.1 Échantillon pour laboratoire

8.1.1 Quantité

La quantité d'échantillon demandée dépend de la nature du produit, en particulier de la taille de ses particules et de son homogénéité. Les quantités minimales demandées pour les échantillons pour laboratoire de divers produits sont indiquées dans les tableaux 1 à 4.

Tableau 1 — Fourrages

Produit	Quantité minimale d'échantillon pour laboratoire, g
Fourrages verts non séchés, tels que herbe fraîche, luzerne, fanes de haricots, feuilles de betteraves et de tubercules, etc. Pommes de terre non déshydratées, racines, etc. Tubercules, betteraves, navets, etc. Ensilages Sous-produits humides Épis de maïs séchés, etc.	1 000
Foin, pailles, herbes séchées, foin de luzerne, etc. Pulpes séchées, pulpes de pommes de terre, etc.	500

Tableau 2 — Concentrés

Produit	Quantité minimale d'échantillon pour laboratoire, g
Sous-produits des industries de meunerie et du décorticage (céréales) de l'industrie de l'amidon et de la féculé (flocons de pomme de terre) de l'industrie de fermentation, de l'industrie du sucre Aliments composés, produits laitiers	500
Produits d'origine animale Produits de l'industrie des corps gras Racines de manioc et produits similaires	1 000

Tableau 3 — Céréales, légumineuses, oléagineux et autres graines

Produit	Quantité minimale d'échantillon pour laboratoire, g
Céréales, légumineuses Graines oléagineuses de petites tailles (telles que les graines de lin et de colza) et autres graines et fruits de petites tailles (tels que graines de caroube et baies de genièvre)	1 000
Graines oléagineuses de grandes tailles (telles que graines de soja et de tournesol) et autres graines et fruits de grandes tailles (tel que glands et noyaux d'olives)	2 500
Coprah et produits similaires	6 000

Tableau 4 — Autres produits

Produit	Quantité minimale d'échantillon pour laboratoire, g
Concentrés vitaminiques, minéraux, corps gras	250
Mélasses, produits solubles de distillerie, produits solubles de poisson et autres produits liquides	1 000

8.1.2 Stockage

Stocker l'échantillon pour laboratoire de manière à éviter tous changements de sa composition. Stocker de la même manière les échantillons que l'on met de côté. Pour des échantillons facilement périssables, un séchage préalable ou un stockage au froid peut être nécessaire.

8.2 Échantillon pour analyse

8.2.1 Quantité

La quantité de l'échantillon pour analyse doit être d'au moins 100 g de matière sèche. Si l'échantillon pour laboratoire n'exède pas 500 g de matière sèche, cette quantité doit être considérée comme étant l'échantillon pour analyse. Si l'échantillon pour laboratoire est supérieur à 500 g de matière sèche, cette quantité doit être réduite en procédant comme décrit en 8.2.2.

8.2.2 Préparation

Si nécessaire, effectuer un sous-échantillonnage en utilisant un appareil à diviser (6.1.1) ou à la main. Avant de procéder au sous-échantillonnage, réduire, si nécessaire, la taille des particules avec un couteau ou des ciseaux en morceaux d'environ 30 mm de longueur ou à l'aide d'un système mécanique à lame coupante (6.1.2).

8.2.2.1 Pour un échantillonnage à la main d'échantillons non broyés et solides tels que des fourrages, procéder comme suit.

Déposer l'échantillon pour laboratoire sur une feuille de plastique ou de caoutchouc. Prendre, en partant d'un côté, une partie de l'échantillon, en s'assurant que presque toutes les particules du sommet à la base sont incluses dans cette partie. L'étaler en une couche mince sur une seconde feuille. Prendre une deuxième partie de l'échantillon pour laboratoire de la même manière et l'étaler sur la première couche. Continuer ainsi jusqu'à ce que la totalité de l'échantillon soit transférée sur la seconde feuille. Finalement, étaler toutes les particules restantes de la première feuille sur l'échantillon de la seconde feuille. Répéter tout le mode opératoire à nouveau deux fois.

Pour obtenir l'échantillon pour analyse du produit bien mélangé, procéder comme suit.

Effectuer de nombreux prélèvements à différentes places dans la masse, en s'assurant que, dans chaque cas, toutes les parti-

cules du sommet à la base sont incluses, jusqu'à obtention de l'échantillon pour analyse.

8.2.2.2 Les échantillons pour laboratoire des produits broyés doivent être homogénéisés avec précaution et divisés. Si un appareil à diviser n'est pas disponible, l'échantillon pour analyse doit être obtenu en prenant, à l'aide d'une cuillère, un grand nombre de petites quantités en différents endroits dans l'échantillon homogénéisé. Faire attention à ce que cette séparation n'affecte pas l'échantillonnage.

8.2.2.3 Lors d'un sous-échantillonnage de betteraves ou de produits similaires, prendre une portion allant du sommet au bas de chaque betterave et la râper.

8.2.2.4 Pour des produits homogènes, la technique des quartiers peut être utilisée à la place de celle décrite ci-dessus. Procéder comme suit.

Mélanger le produit avec précaution et l'entasser en forme de cône, puis l'aplatir et le diviser en quartiers. Rejeter deux quartiers diagonalement opposés. Mélanger avec précaution la partie restante et continuer les opérations de division en quartiers et de rejet jusqu'à réduction de l'échantillon à la taille désirée.

8.2.2.5 Pour les produits liquides ou pâteux, chauffer si nécessaire de 40 à 50 °C les produits pâteux, bien agiter l'échantillon pour laboratoire et le diviser manuellement en le versant dans des récipients d'environ 100 ml de capacité.

NOTE — Toutes les manipulations doivent être effectuées de manière à ne pas modifier la composition de l'échantillon ni sa teneur en eau.

8.3 Échantillon pour essai

8.3.1 Quantité

La totalité de l'échantillon pour analyse doit être utilisée pour la préparation de l'échantillon pour essai.

8.3.2 Échantillons à faible teneur en eau

8.3.2.1 Taille des particules

La taille des particules de l'échantillon doit être telle que la totalité de celui-ci passe à travers un tamis de 1 mm d'ouverture nominale de maille. Si l'échantillon est plus grossier, le broyer avec soin jusqu'à ce que la totalité de celui-ci passe à travers le tamis. Si le broyeur utilisé n'est pas équipé d'un tel tamis ou si le broyage n'est pas effectué dans un broyeur, tamiser l'échantillon pour analyse à l'aide du tamis (6.1.5) de 1 mm d'ouverture nominale de maille. Si l'échantillon est fin et passe à travers le tamis, le mélanger avec précaution et le placer dans un récipient inattaquable, muni d'une fermeture étanche, puis le stocker dans un lieu frais, à l'abri de la lumière.

Les produits qui ne peuvent pas être broyés convenablement ou passés au tamis, doivent être traités par tout autre moyen convenable.

8.3.2.2 Broyage

Le broyage doit être effectué aussi rapidement que possible en exposant un minimum de temps l'échantillon à l'air. L'utilisation d'un mortier est souvent autorisée, mais cette opération demande plus de temps qu'avec un broyeur.

Le broyage peut entraîner une perte ou un gain inacceptable de la teneur en eau et une perte en matières volatiles. Des tolérances doivent être précisées pour de tels effets (voir 8.3.3 pour les échantillons à forte teneur en eau).

Il faut noter que quelques éléments fins, tels que des poussières, peuvent être perdus et/ou que des particules dures peuvent être éjectées. De telles pertes doivent être évitées autant que possible.

Si l'échantillon est très instable à la chaleur ou à l'air, le broyage peut être limité à des particules de 2 mm ou totalement supprimé. S'assurer que le broyeur lui-même n'est pas une source possible de contaminations (telles que fer, cuivre, chrome).

Si l'échantillon pour essai ne peut pas être broyé facilement en raison de son humidité ou de la présence de matières grasses, poursuivre les opérations comme indiqué en 8.3.3, 8.3.4 ou 8.3.5.

8.3.3 Échantillons à forte teneur en eau et dont le broyage est difficile

Un préséchage de l'échantillon est effectué pour favoriser la stabilité physique, chimique et biologique de l'échantillon pendant le broyage et le stockage. Le procédé de séchage même peut induire quelques modifications chimiques et biologiques du produit. En général un séchage sûr est assuré par le mode opératoire suivant.

Étaler l'échantillon pour analyse (m_0) en une couche mince sur un plateau (6.3.3), peser l'ensemble à 0,1 g près et le placer dans l'étuve (6.3.1) réglée à 100 °C. Une fois que la température de l'échantillon est présumée être de 80 °C, mettre en route la ventilation et régler la température à 70 °C. Si aucune altération de la composition n'est supposée se produire, l'échantillon peut être placé directement dans l'étuve ventilée à 70 ± 2 °C.

Le temps de séchage devrait durer le temps minimum permettant d'obtenir un échantillon à 7 % (m/m) de teneur en eau après équilibre avec l'atmosphère ambiante. Le temps de séchage doit normalement être de 24 h, et après des intervalles de 1 h et de 12 h, l'échantillon doit être retourné sur le plateau. Si le séchage en étuve provoque des changements de composition, soit une étuve à pression réduite (6.3.2), à plus basse température, soit un procédé de congélation peut être utilisé. De telles méthodes peuvent entraîner des pertes de matières volatiles.

Conditionner l'échantillon 2 h à température ambiante, de préférence dans la pièce où s'effectue le broyage.

Peser le plateau et l'échantillon (m_1) à 0,1 g près, et broyer immédiatement l'échantillon dans un broyeur donnant des particules inférieures à 1 mm. Éviter autant que possible des pertes de fines particules.

Déterminer également la teneur en eau de l'échantillon préparé de manière à pouvoir corriger les résultats de l'analyse en fonction de l'humidité de l'échantillon à l'origine.

Des pertes de matières volatiles par évaporation, par exemple dans le cas d'ensilages, peuvent être corrigées en déterminant la matière sèche volatile dans l'échantillon humide et dans l'échantillon après séchage et broyage.

NOTE — Les mélasses ne devraient pas être broyées, mais analysées à l'état humide. Si l'échantillon doit être séché, procéder comme en 8.3.3.

8.3.4 Échantillons à forte teneur en matières grasses et à faible teneur en eau, difficiles à broyer

Broyer grossièrement, râper ou écraser la quantité désirée de l'échantillon. Quelques produits peuvent être broyés grossièrement en ayant soin que l'échantillon ne devienne pas gras.

Les graines oléagineuses tendres (telles que arachide et coprah) doivent être de préférence râpées; les graines oléagineuses dures (telles que palmiste et soja) doivent être broyées dans un broyeur adéquat.

Les petites graines oléagineuses (telles que graines de lin, de colza et de sésame) peuvent être écrasées. Éviter tout changement dans la teneur en eau de l'échantillon durant la préparation.

Peser l'échantillon pour analyse (m_0), à 0,1 g près, dans une cartouche d'extraction adéquate et le couvrir de ouate exempte de matières grasses. Extraire pendant 2 à 3 h à l'oxyde diéthylique (5.1.1) ou au *n*-hexane (5.1.2) dans l'appareil d'extraction de type Soxhlet (6.2.1) avec un minimum de 10 siphonnages à l'heure ou avec un débit d'au moins 5 gouttes par seconde pour un appareil à extraction continue.

Si des modifications dans la nature de l'aliment peuvent être provoquées par une extraction à chaud, il est recommandé d'effectuer une extraction à froid avec du *n*-hexane.

Si l'extraction est effectuée avec l'oxyde diéthylique, éliminer le solvant du ballon (masse du ballon vide : m_2) par distillation, sécher le contenu du ballon (horizontal) dans l'étuve (6.2.2) réglée à 103 ± 2 °C, jusqu'à masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées consécutives ne soit pas supérieure à 10 mg).

Refroidir au dessiccateur (6.2.3) et peser à nouveau le ballon, à 1 mg près (m_3).

La masse de matières grasses extraite est égale à

$$m_3 - m_2$$

Si l'extraction est effectuée avec le *n*-hexane, distiller jusqu'à ce que le solvant soit pratiquement éliminé du ballon, ajouter 2 ml d'acétone (5.1.3), agiter, chauffer modérément à l'aide d'un système de chauffage adéquat pour éliminer l'acétone (les dernières traces peuvent être éliminées par soufflage) et continuer comme pour l'oxyde diéthylique en séchant 10 min dans l'étuve (6.2.2) réglée à 103 ± 2 °C.

S'il n'est pas possible, en raison de la quantité de matières grasses présentes, d'obtenir une masse constante dans les limites spécifiées, dissoudre l'extrait dans le tétrachlorure de carbone (5.1.4), transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, amener au trait-repère avec du tétrachlorure de carbone et mélanger.

Prélever 50,0 ml dans un ballon (m_2) contenant quelques morceaux de carbure de silicium (5.1.5). Procéder comme dans le cas d'une extraction classique.

La masse de matières grasses extraite est égale à

$$10 (m_3 - m_2)$$

Laisser évaporer le solvant à température ambiante puis conditionner le résidu dégraissé en le laissant pendant 2 h dans l'atmosphère ambiante, de préférence dans une pièce dont les conditions de température et d'humidité relative sont identiques à celles de la pièce où a eu lieu le broyage, et peser (m_1). Broyer le résidu séché à l'air, de manière qu'il passe à travers un tamis de 1 mm d'ouverture nominale de maille. Conserver l'échantillon pour essai dans un récipient à fermeture étanche.

Indiquer les résultats obtenus pour le produit d'origine en utilisant le facteur de correction spécifié au chapitre 9.

8.3.5 Échantillons à forte teneur en matières grasses et à forte teneur en eau, difficiles à broyer

8.3.5.1 Peser l'échantillon pour analyse (m_0), à 0,1 g près. Présécher l'échantillon dans l'étuve à pression réduite (6.3.2) réglée à 80 ± 2 °C, peser à 0,1 g près (m_1) après conditionnement dans l'atmosphère ambiante et effectuer l'extraction des matières grasses selon 8.3.4.

8.3.5.2 Pour les échantillons qui sont difficiles à sécher, par exemple en raison d'une couche de matières grasses couvrant la surface d'un produit humide, les mélanger à une quantité connue de terre de diatomées (5.2) avant séchage. La quantité de terre de diatomées est fonction de la teneur en eau et en matières grasses. Procéder comme décrit en 8.3.5.1.

NOTE — La terre de diatomées se comporte comme un matériau inerte, mais on la retrouve en tant que partie de la teneur en cendres et peut-être dans la teneur en minéraux. En conséquence, les résultats de telles analyses doivent être corrigés de la terre de diatomées ajoutée.

9 Calcul du facteur de correction

Si un préséchage ou une préextraction de la matière grasse a été effectué, les résultats des analyses doivent être rapportés au produit d'origine en les multipliant par le facteur de correction

$$m_1/m_0$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du même échantillon pour analyse après extraction et/ou séchage.

Si l'échantillon doit être utilisé pour la détermination de la teneur en matières grasses¹⁾, de l'extrait à l'oxyde diéthylique (ISO 5986) et/ou la teneur en eau (ISO 6496), les résultats de la préextraction et du préséchage doivent être inclus dans le calcul final des teneurs respectives.

1) Une méthode pour la détermination de la teneur en matières grasses fera l'objet de l'ISO 6492.

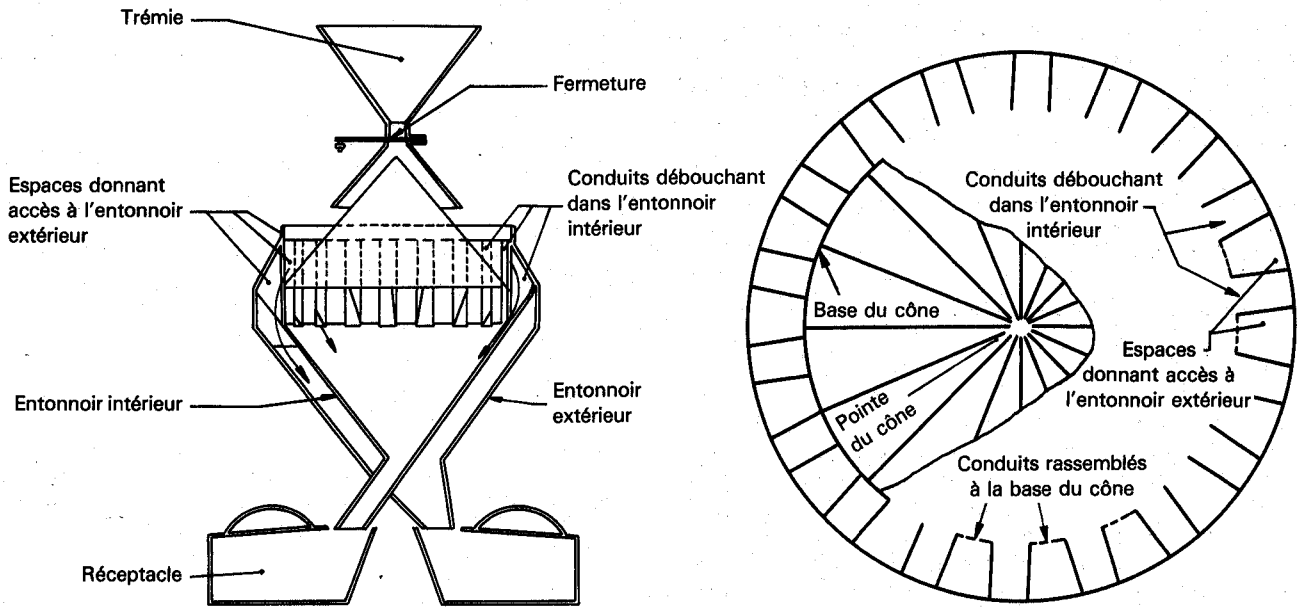


Figure 1 – Échantillonneur conique

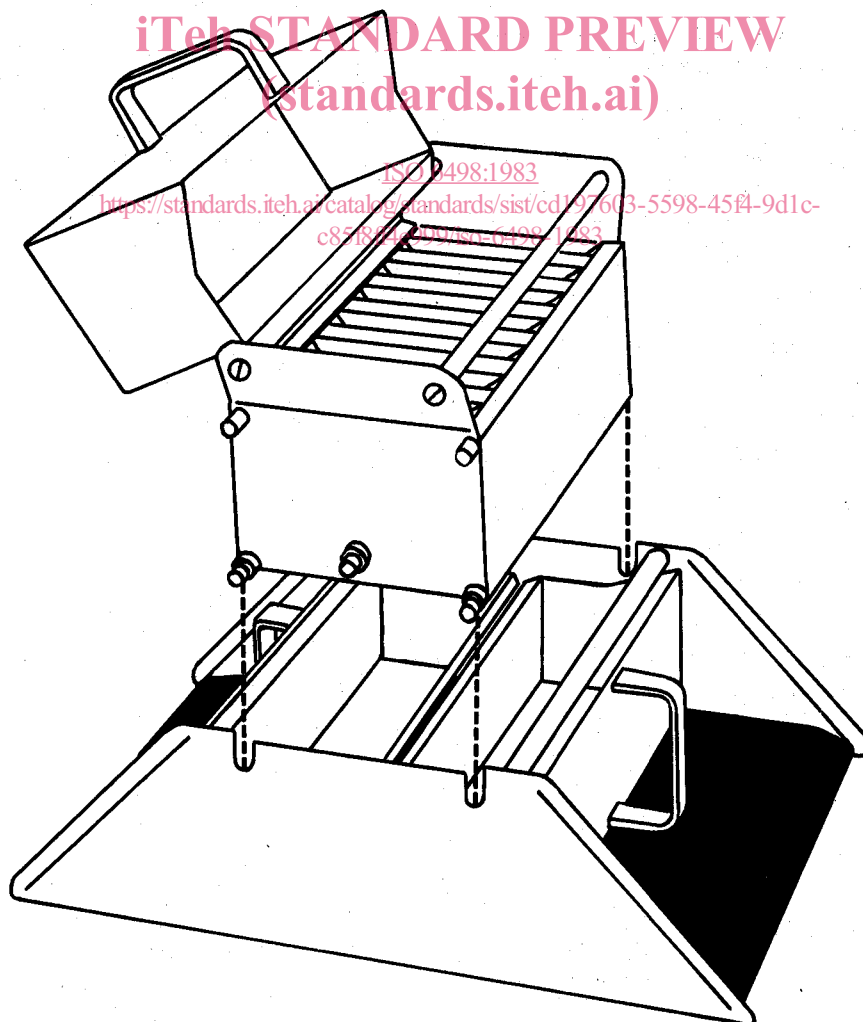


Figure 2 – Échantillonneur à fentes multiples avec système distributeur