

NORME INTERNATIONALE

ISO
6654

Première édition
1991-03-15

Aliments des animaux — Détermination de la teneur en urée

Animal feeding stuffs — Determination of urea content

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 6654:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/91ad7f37-1bb9-4136-8f16-f71753beeace/iso-6654-1991>



Numéro de référence
ISO 6654:1991(F)

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 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 6654 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

ISO 6654:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/91ad7f37-1bb9-4136-8f16-f71753beeace/iso-6654-1991>

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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

Imprimé en Suisse

Aliments des animaux — Détermination de la teneur en urée

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrométrique de détermination de la teneur en urée dans les aliments des animaux.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 6498:1983, *Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai*.

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

teneur en urée: La fraction en masse des substances déterminées en utilisant le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale.

Elle est exprimée en pourcentage en masse.

4 Principe

Mise en suspension dans l'eau d'une prise d'essai en présence d'un décolorant. Agitation de la suspension, puis filtration. Addition au filtrat de diméthyl-4 aminobenzaldéhyde (4-DMAB) et mesure au spectromètre, à 420 nm, de l'absorbance de la solution ainsi obtenue.

5 Réactifs

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

5.1 Charbon actif, n'adsorbant pas l'urée.

5.2 Diméthyl-4 aminobenzaldéhyde (4-DMAB), solution préparée comme suit.

Dissoudre 1,6 g de 4-DMAB dans 100 ml d'éthanol à 96 % (V/V), ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique concentré ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) et mélanger.

Ce réactif se conserve 2 semaines au maximum.

5.3 Solution de Carrez I.

Dissoudre dans l'eau 24 g d'acétate de zinc dihydraté $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ et 3 g d'acide acétique cristallisable. Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

5.4 Solution de Carrez II.

Dissoudre dans l'eau 10,6 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium (ferrocyanure de potassium) trihydraté $\{\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}\}$. Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

5.5 Urée, solution étalon correspondant à 1 g d'urée par litre.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

6.1 Agitateur rotatif, réglable à une fréquence de rotation de 30 min⁻¹ à 40 min⁻¹ environ.

6.2 Spectromètre, permettant d'effectuer les mesures à 420 nm et équipé de cuves de 10 mm d'épaisseur.

6.3 Tubes à essais, de 160 mm × 16 mm, munis de bouchons en verre rodés.

6.4 Fioles jaugées de 100 ml et de 500 ml de capacités.

6.5 Bain d'eau, réglable à 20 °C.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage fera l'objet d'une future Norme internationale.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

9 Mode opératoire

9.1 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, 2 g environ de l'échantillon pour essai (article 8).

Pour les teneurs en urée supérieures à 3 % (*m/m*), réduire la prise d'essai à 1 g ou diluer la solution d'essai (voir 9.2) pour ne pas dépasser une concentration de 50 mg d'urée dans 500 ml.

Pour les faibles teneurs en urée, la prise d'essai peut être augmentée, à la condition que le filtrat reste limpide et incolore.

9.2 Préparation de la solution d'essai

9.2.1 Introduire la prise d'essai (9.1) avec 1 g de charbon actif (5.1) dans une fiole jaugée de 500 ml (6.4). Ajouter 400 ml d'eau, 5 ml de la solution de Carrez I (5.3) et 5 ml de la solution de Carrez II (5.4). Mélanger pendant 30 min dans l'agitateur rotatif (6.1). Compléter au trait repère avec de l'eau, mélanger et filtrer sur un papier filtre épais à filtration lente.

9.2.2 Si le filtrat est coloré, préparer une nouvelle solution d'essai selon 9.2.1, mais augmenter la quantité de charbon actif.

9.3 Développement de la coloration

Introduire, à la pipette, 5 ml du filtrat (9.2) qui doit être limpide et incolore, dans un tube à essais (6.3), et y ajouter, à la pipette, 5 ml de la solution de 4-DMAB (5.2).

Mélanger et laisser reposer 15 min dans un bain d'eau (6.5) à 20 °C.

9.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en parallèle avec la détermination en utilisant le même mode opératoire et les mêmes quantités de tous les réactifs, mais en omettant la prise d'essai.

9.5 Préparation de la courbe d'étalonnage

9.5.1 Introduire à l'aide d'une pipette, dans une série de cinq fioles jaugées de 100 ml (6.4), respectivement 1 ml, 2 ml, 4 ml, 5 ml et 10 ml de la solution étalon d'urée (5.5). Compléter chaque fiole au trait repère avec de l'eau. Un millilitre des solutions étalons contient respectivement 10 µg, 20 µg, 40 µg, 50 µg et 100 µg d'urée.

9.5.2 Introduire à la pipette, dans une série de cinq tubes à essais (6.3), 5 ml de chacune de ces solutions (9.5.1) (une dilution par tube à essais). Ajouter dans chaque tube à essais, à la pipette, 5 ml de la solution de 4-DMAB (5.2) et mélanger. Transvaser les solutions dans les cuves du spectromètre et mesurer leur absorbance au spectromètre (6.2), à 420 nm, par rapport à celle d'une solution contenant 5 ml de 4-DMAB et 5 ml d'eau.

9.5.3 Tracer la courbe d'étalonnage en portant, en ordonnée les valeurs de l'absorbance et, en abscisse, les concentrations correspondantes d'urée, en microgrammes par millilitre.

9.6 Mesurage spectrométrique

Transvaser la solution obtenue en 9.3 dans une cuve du spectromètre et mesurer l'absorbance au spectromètre (6.2), à 420 nm, par rapport à celle de l'essai à blanc (9.4).

NOTE 1 Si l'échantillon contient des composés azotés simples, tels que des acides aminés, effectuer la mesure de l'absorbance à 435 nm.

9.7 Nombre de déterminations

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

10 Expression des résultats

La teneur en urée, exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon, est égale à

$$\frac{c}{20 \times m}$$

où

c est la teneur en urée, en microgrammes par millilitre, du filtrat de la solution d'essai, déterminée à partir de la courbe d'étalonnage (9.5.3);