
**Aliments des animaux, produits d'origine
animale et excréments ou urines —
Détermination de la valeur calorifique
brute — Méthode à la bombe calorimétrique**

*Animal feeding stuffs, animal products, and faeces or urine —
Determination of gross calorific value — Bomb calorimeter method*

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

ISO 9831:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b36599ee-263d-4995-9e6a-d164935a48a7/iso-9831-1998>



Sommaire

	Page
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives.....	1
3 Définitions	2
4 Principe.....	2
5 Réactifs et matériaux	2
6 Appareillage.....	3
7 Échantillonnage	5
8 Préparation de l'échantillon pour essai et de la prise d'essai	5
9 Mode opératoire.....	5
10 Corrections	8
11 Expression des résultats.....	10
12 Fidélité	10
13 Rapport d'essai.....	11
Annexe A (normative) Détermination de la capacité calorifique réelle du calorimètre	12
Annexe B (normative) Procédures spéciales de préparation de l'échantillon pour essai.....	14
Annexe C (informative) Méthode permettant de vérifier que l'écart moyen de la vitesse de changement de la température se situe dans les limites spécifiées	16

© ISO 1998

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

Annexe D (informative) Exemples de calcul des résultats des déterminations calorifiques	18
Annexe E (informative) Résultats des essais interlaboratoires.....	22
Annexe F (informative) Bibliographie	23

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

[ISO 9831:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b36599ee-263d-4995-9e6a-d164935a48a7/iso-9831-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b36599ee-263d-4995-9e6a-d164935a48a7/iso-9831-1998>

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 9831 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes C à F sont données uniquement à titre d'information.

ISO 9831:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b36599ee-263d-4995-9e6a-d164935a48a7/iso-9831-1998>

Aliments des animaux, produits d'origine animale et excréments ou urines — Détermination de la valeur calorifique brute — Méthode à la bombe calorimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la valeur calorifique brute à volume constant des aliments pour animaux, produits d'origine animale et excréments ou urines selon la méthode à la bombe calorimétrique adiabatique, isothermique ou statique.

Le résultat obtenu avec cette méthode est la valeur calorifique brute à volume constant de l'échantillon pour essai, l'eau des produits de combustion étant condensée à l'état liquide à la température calorimétrique.

NOTE La température internationale de référence pour un procédé thermochimique de 25 °C est utilisée comme température de référence de la valeur calorifique, bien que la dépendance à l'égard de la température de la valeur calorifique des matériaux auxquels s'applique la présente Norme internationale soit faible (environ $1 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent 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, les éditions indiquées étaient 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 les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 651:1975, *Thermomètres sur tige pour calorimètres*.

ISO 652:1975, *Thermomètres pour calorimètres à échelle protégée*.

ISO 1770:1981, *Thermomètres sur tige d'usage général*.

ISO 1771:1981, *Thermomètres à échelle protégée d'usage général*.

ISO 1928:1995, *Combustibles minéraux solides — Détermination du pouvoir calorifique supérieur selon la méthode à la bombe calorimétrique, et calcul du pouvoir calorifique inférieur*.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

ISO 6496:—1), *Aliments des animaux — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles*.

ISO 6498:—2), *Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai*.

1) À publier. (Révision de l'ISO 6496:1983)

2) À publier. (Révision de l'ISO 6498:1983)

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 1928 s'appliquent.

4 Principe

Combustion d'une prise d'essai de l'échantillon sous oxygène dans une bombe calorimétrique dans des conditions normalisées. Calcul de la valeur calorifique brute à partir de l'augmentation de la température de l'eau dans le calorimètre et de la capacité calorifique réelle moyenne du calorimètre. Des tolérances sont prévues pour prendre en compte la chaleur dégagée par la fusée d'allumage, les corrections thermochimiques et, selon le cas, les pertes de chaleur entre le calorimètre et l'enveloppe d'eau.

5 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

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

5.2 Oxygène, conditionné à une pression capable de remplir la bombe jusqu'à 3 MPa et exempt de matières combustibles.

NOTE 1 L'oxygène obtenu au moyen du procédé électrolytique peut contenir jusqu'à 4 % d'hydrogène et est par conséquent inapproprié.

NOTE 2 1 MPa = 1 MN/m².

5.3 Fusée, comprenant les éléments suivants.

5.3.1 Fil d'allumage: fil de nickel-chrome (0,16 mm à 0,20 mm de diamètre) ou fil de platine (0,06 mm à 0,10 mm de diamètre).

5.3.2 Fil de coton, en cellulose blanche.

5.3.3 Bande de film fin, en polyéthylène, de dimensions 30 mm × 5 mm.

5.4 Sacs en polyéthylène, de dimensions 68 mm × 110 mm.

5.5 Sacs en polyéthylène, de dimensions 50 mm × 55 mm et d'une masse approximative de 170 mg.

5.6 Gel de silice, en poudre, de qualité chromatographique.

5.7 Solution d'hydroxyde de sodium, solution volumétrique titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.8 Solution d'indicateur au méthylorange filtrée, $\rho = 1 \text{ g/l}$.

Dissoudre 0,25 g de méthylorange et 0,15 g de xylène cyanol FF dans 50 ml d'éthanol [95 % (V/V)] et compléter à 250 ml avec de l'eau.

5.9 Acide benzoïque, de type thermochimique, certifié par un organisme de contrôle national.

Ne procéder à aucun séchage ou tout autre traitement autre que la formation de pastilles.

La valeur calorifique brute de l'acide benzoïque à volume constant, répertoriée dans le certificat des conditions d'utilisation, doit être utilisée pour calculer la capacité calorifique effective du calorimètre (voir annexe A).

6 Appareillage

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

6.1 Bombe, capable de résister en toute sécurité à la pression générée lors de la combustion.

Sa conception doit permettre une récupération totale de tous les produits liquides.

Les matériaux de construction doivent résister à la corrosion due aux acides produits par la combustion.

AVERTISSEMENT — Contrôler régulièrement toute trace d'usure et de corrosion sur les éléments de la bombe. Vérifier plus particulièrement l'état des fils dans l'enceinte principale.

6.2 Récipient calorimétrique, en métal, à surface extérieure polie et capable de contenir suffisamment d'eau pour recouvrir entièrement la surface supérieure plane de la bombe tandis que l'eau est agitée.

Le récipient doit être équipé d'une console pour centrer la position de la bombe et assurer la circulation de l'eau en dessous de cette dernière.

6.3 Agitateur, tournant à vitesse constante.

L'axe de l'agitateur doit comporter une section isolante sous le couvercle de l'enveloppe d'eau afin de réduire la transmission de chaleur vers ou en provenance du système. Lorsqu'un couvercle est utilisé pour le récipient calorimétrique, la partie isolante doit se situer au-dessus de ce couvercle.

Pour les bombes calorimétriques isothermiques et statiques, la vitesse d'agitation doit garantir que la durée de la période principale (voir 9.6) applicable à la détermination de la capacité calorifique effective en utilisant de l'acide benzoïque (voir annexe A) ne dépasse pas 10 min.

6.4 Enveloppe d'eau, de type adiabatique, isothermique ou statique, qui enveloppe le récipient calorimétrique à une distance de séparation d'environ 10 mm.

L'enveloppe d'eau adiabatique doit être équipée d'une électrode ou de thermoplongeurs capables de fournir de l'énergie à un débit suffisant pour maintenir la température de l'eau dans l'enveloppe à 0,1 °C de la température du récipient calorimétrique après allumage de la charge. Une fois la température stabilisée à 25 °C, la dérive de température du récipient calorimétrique ne doit pas dépasser 0,000 5 °C/min.

NOTE 1 Des précautions particulières doivent être prises à des températures ambiantes élevées.

L'enveloppe d'eau isothermique doit être équipée d'un dispositif de maintien de sa température à un niveau constant à 0,1 °C près.

L'enveloppe d'eau statique doit avoir une capacité thermique suffisante pour limiter les variations de température de l'eau qu'elle contient. De l'allumage de la charge à la fin de la période suivante ou pendant une période de 15 min, selon le temps le plus long, avec un coefficient de refroidissement $d = 0,002 \text{ 0 min}^{-1}$ (voir 10.3), l'augmentation de la température de l'eau contenue dans l'enveloppe doit être inférieure à 0,16 °C; avec un coefficient de refroidissement $d = 0,003 \text{ 0 min}^{-1}$, l'augmentation de la température doit être inférieure à 0,11 °C.

NOTE 2 Pour une chemise métallique isolée, cela est possible avec une contenance minimale de 12,5 l, contenus dans une chemise annulaire large.

6.5 Instrument de mesure de la température, capable d'indiquer des températures qui, lorsqu'elles sont corrigées, ont une précision de 0,002 °C, de sorte que les intervalles de température compris entre 2 °C et 3 °C puissent être déterminés à 0,004 °C près.

Cet instrument doit être étalonné par rapport à un étalon reconnu par un organisme de contrôle national, à des intervalles ne dépassant pas 0,5 °C sur toute la plage d'utilisation ou sur toute l'échelle de graduation pour des thermomètres à mercure en verre.

Les types de thermomètre suivants peuvent être utilisés:

- a) thermomètres à résistance comprenant une résistance en platine, un pont à résistances et un galvanomètre;
- b) thermomètres à mercure en verre conformes à l'ISO 651, l'ISO 652, l'ISO 1770 ou l'ISO 1771.

L'utilisation d'une loupe avec un grossissement d'environ 5 fois est nécessaire pour lire la température avec la précision requise.

Un vibreur mécanique est recommandé pour tapoter le thermomètre pendant environ 10 s avant de relever la température et éviter l'adhérence de la colonne de mercure. En l'absence de vibreur mécanique, le thermomètre doit être tapoté manuellement, par exemple à l'aide d'un crayon.

6.6 Creuset, en silice, nickel-chrome ou platine.

Le creuset doit avoir un diamètre d'environ 25 mm, un fond plat et une hauteur inférieure ou égale à 20 mm. Les creusets en silice doivent avoir une épaisseur d'environ 1,5 mm et les creusets métalliques doivent avoir une épaisseur d'environ 0,5 mm.

Pour l'acide benzoïque, l'un ou l'autre des creusets spécifiés peut être utilisé. Si, après combustion, des taches ou des matières non brûlées apparaissent sur le creuset, un petit creuset en nickel-chrome (par exemple d'une épaisseur de 0,25 mm, d'un diamètre de 15 mm et d'une hauteur de 7 mm) peut être utilisé.

6.7 Circuit d'allumage.

Le circuit est alimenté en courant alternatif de 6 V à 12 V à partir d'un transformateur réducteur de tension ou en courant continu fourni en direct par des batteries. Il est souhaitable d'intégrer au circuit un ampèremètre ou une lampe témoin pour indiquer quand le courant passe.

Le contact d'allumage doit être de type à ressort et normalement ouvert.

6.8 Équipement auxiliaire, comprenant les éléments suivants.

6.8.1 Balance, capable de peser au moins 3 kg à 1 g près.

6.8.2 Balance analytique, capable de peser à 0,1 mg près.

6.8.3 Presse à pastiller.

6.8.4 Régulateur de pression, pour contrôler le remplissage de la bombe avec l'oxygène.

6.8.5 Manomètre, ayant une plage allant de 0 MPa à 5 MPa, pour indiquer le niveau de pression dans la bombe.

6.8.6 Soupape de décharge ou disque de rupture, fonctionnant à 3,5 MPa, installé(e) sur le circuit de remplissage, pour éviter une surpression de la bombe.

AVERTISSEMENT — Les équipements destinés à être utilisés avec de l'oxygène à haute pression doivent être exempts d'huile et de graisse. Ne pas soumettre à l'essai ou étalonner le manomètre avec un fluide hydrocarburé.

6.9 Chronomètre, installé à un endroit approprié, indiquant les minutes et les secondes.

Le chronomètre peut, à toutes fins utiles, comporter un dispositif d'émission de signaux sonores d'une durée de 10 s et se déclenchant à intervalles de 1 min.

7 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 [4].

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

8 Préparation de l'échantillon pour essai et de la prise d'essai

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

8.1 Échantillons séchés à l'air

8.1.1 Broyer l'échantillon de laboratoire de sorte qu'il passe entièrement au travers d'un tamis ayant une ouverture de maille de 1 mm.

Mélanger l'échantillon, de préférence par des moyens mécaniques, immédiatement avant de procéder à la détermination. À l'aide de la presse à pastiller (6.8.3), pastiller 0,5 g à 5 g de l'échantillon pour essai. La masse de la prise d'essai dépend de la valeur calorifique et de la capacité calorifique réelle du calorimètre. Il convient que la masse de la prise d'essai soit telle que l'augmentation de la température due à la combustion se situe entre 2 °C et 3 °C.

Des précautions appropriées doivent être prises pour prévenir toute absorption ou perte d'eau de l'échantillon pour essai lors du mélange et de la formation de pastilles, de sorte que la teneur en eau de l'échantillon pour essai, déterminée peu de temps avant et comme spécifié en 9.2, puisse être utilisée dans des calculs ultérieurs. Lorsque cela n'est pas possible, l'échantillon doit être exposé en une couche fine pendant la période minimale nécessaire pour que la teneur en eau se stabilise avec l'atmosphère ambiante du laboratoire où se trouve la bombe calorimétrique.

8.1.2 Pour les échantillons séchés à l'air dont la teneur en matières grasses dépasse 10 % (*m/m*), et pour les échantillons séchés à l'air qui ne peuvent être facilement mis en pastilles, procéder comme spécifié à l'article B.1.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b36599ec-263d-4995-9e6a-d164935a48a7/iso-9831-1998>

8.2 Échantillons liquides

Procéder comme spécifié à l'article B.2.

8.3 Échantillons de matières fraîches

Procéder comme spécifié à l'article B.3.

9 Mode opératoire

9.1 Détermination de la capacité calorifique réelle du calorimètre

Lorsqu'on ne connaît pas la capacité calorifique réelle du calorimètre, ou lorsque la valeur connue est remise en cause, et, en tout état de cause, au moins tous les 6 mois, déterminer la capacité calorifique réelle du calorimètre comme spécifié dans l'annexe A.

9.2 Détermination de la teneur en eau

Pour les échantillons séchés à l'air, déterminer, en même temps que la valeur calorifique, la teneur en eau de l'échantillon pour essai, conformément à l'ISO 6496.

9.3 Préparation de la bombe

Placer la prise d'essai (article 8) sous forme de pastille (voir 8.1.1), ou contenue dans un sac en polyéthylène (voir 8.1.2, 8.2 et 8.3), pesée à 0,1 mg près, dans le creuset (6.6) de la bombe.

NOTE 1 Habituellement, 1 g d'échantillon séché à l'air est une prise d'essai appropriée (voir également article 8).

Raccorder solidement un morceau du fil d'allumage (5.3.1) aux bornes de la bombe. Nouer un fil de coton (5.3.2) ou une bande de film en polyéthylène (5.3.3), de masse connue, au fil d'allumage. Disposer les extrémités du fil de coton ou du film en polyéthylène de sorte qu'elles soient en contact avec l'échantillon.

NOTE 2 Pour des raisons pratiques, une longueur mesurée de fil de coton de masse connue peut être utilisée. Il convient que la longueur utilisée pour chaque détermination de la valeur calorifique soit la même que celle utilisée pour la détermination de la capacité calorifique réelle du calorimètre. Le même principe s'applique à la bande en polyéthylène, lorsqu'elle est utilisée.

Verser 5 ml d'eau dans la bombe (6.1). Monter la bombe et la remplir lentement d'oxygène (5.2) à une pression de 3 MPa sans déplacer l'air d'origine. Si par inadvertance la bombe est remplie d'oxygène à une pression supérieure à 3,3 MPa, annuler l'essai et recommencer.

9.4 Préparation du récipient calorimétrique

Verser une quantité suffisante d'eau dans le récipient calorimétrique (6.2) afin de recouvrir la surface supérieure plane du couvercle de la bombe. Cette quantité d'eau doit être la même, à 1 g près, que celle utilisée pour déterminer la capacité calorifique réelle moyenne du calorimètre (9.1).

Lorsqu'on utilise un calorimètre isothermique ou statique, la température initiale de l'eau doit être telle que, à l'issue de la période principale [voir 9.6 b)], la température ne dépasse pas de plus de 0,5 °C celle de l'eau contenue dans l'enveloppe.

Transférer le récipient calorimétrique dans l'enveloppe d'eau (6.4). Faire descendre la bombe dans le récipient calorimétrique et vérifier qu'elle soit étanche aux gaz. Si du gaz s'échappe de la bombe, annuler l'essai, éliminer la cause de la fuite et recommencer.

Pour un calorimètre adiabatique, procéder conformément à 9.5.

Pour des calorimètres isothermiques et statiques, procéder conformément à 9.6.

9.5 Mode opératoire spécifique à un calorimètre adiabatique

Monter et mettre en marche l'appareillage. Utiliser une vitesse d'agitation constante, de sorte que l'intervalle prédéterminé (voir A.4) ne dépasse pas 10 min. Sélectionner le réglage du montage en pont qui réduira le plus possible la dérive de température du récipient calorimétrique à la température finale.

À l'issue d'une période de 10 min, tapoter légèrement le thermomètre (voir 6.5) et lire la température à 0,001 °C près. Cette température est la température d'allumage (t_0). Allumer la charge, en maintenant le contact fermé le temps juste nécessaire pour déclencher l'ignition.

AVERTISSEMENT — Ne placer aucune partie du corps au-dessus du calorimètre lors de l'allumage, ni pendant les 20 s qui suivent.

À l'issue de l'intervalle de temps prédéterminé, établi lors de la détermination (9.1) de la capacité calorifique réelle du calorimètre, procéder à un nouveau tapotage du thermomètre et lire la température à 0,001 °C près. Cette température est la température finale (t_n). L'observateur doit éviter de commettre des erreurs de parallaxe lorsqu'il utilise la loupe (voir 6.5) pour lire les thermomètres à mercure en verre.

Procéder conformément à 9.7.

9.6 Mode opératoire spécifique aux calorimètres isothermiques et statiques

Monter l'appareillage. Mettre en marche l'agitateur et le faire fonctionner à vitesse constante pendant toute l'opération. Agiter pendant au moins 10 min avant de commencer à lire la température à 0,001 °C près et recommencer à des intervalles de 1 min pendant 5 min.