
**Aliments des animaux — Détermination
des teneurs en fibres au détergent acide
(ADF) et en lignine sulfurique (ADL)**

*Animal feeding stuffs — Determination of acid detergent fibre (ADF) and
acid detergent lignin (ADL) contents*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13906:2008](#)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/042e19b7-8dd5-47d4-
b5b6-0301e3599717/iso-13906-2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/042e19b7-8dd5-47d4-b5b6-0301e3599717/iso-13906-2008)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

ISO 13906:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/042e19b7-8dd5-47d4-b5b6-0301e3599717/iso-13906-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
9 Mode opératoire	5
10 Calculs et expression des résultats	6
11 Fidélité	8
12 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	11
Annexe B (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	15
Bibliographie	18

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/042e19b7-8dd5-47d4-b5b6-0301e3599717/iso-13906-2008>
 ISO 13906:2008

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 13906 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13906:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/042e19b7-8dd5-47d4-b5b6-0301e3599717/iso-13906-2008>

Aliments des animaux — Détermination des teneurs en fibres au détergent acide (ADF) et en lignine sulfurique (ADL)

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer des produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'a pas pour but d'aborder les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en résidus fibreux insolubles dans le détergent acide [teneur en ADF (pour «Acid Detergent Fibre»)] et de la teneur en lignine sulfurique [teneur en ADL (pour «Acid Detergent Lignin»)] dans tous types d'aliments des animaux. La limite de détermination est de 1 % en fraction massique pour l'ADF et de 1,5 % en fraction massique pour l'ADL.

Une méthode gravimétrique et une méthode de référence sont utilisées.

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

teneur en fibres au détergent acide

teneur en ADF

fraction massique de résidu fibreux composé principalement de cellulose, de lignine et de complexes protéiniques insolubles, obtenu après traitement avec un détergent cationique dans de l'acide sulfurique à 0,5 mol/l

NOTE La teneur en ADF est exprimée sous la forme d'une fraction massique en pour cent.

3.2

teneur en lignine sulfurique

teneur en ADL

fraction massique de résidu restant après dissolution dans de l'acide sulfurique à 72 % (12,00 mol/l) de la cellulose et des autres matières organiques

NOTE La teneur en ADL est exprimée sous la forme d'une fraction massique en pour cent.

4 Principe

La teneur en ADF est déterminée dans la première étape de la méthode.

Une solution détergente cationique est utilisée pour éliminer les hydrates de carbone acides labiles, les protéines non complexées en produits de Maillard (endommagées par la chaleur) et les graisses. Le résidu fibreux restant est principalement constitué de cellulose et de lignine (produits végétaux) ou de complexes protéiniques insolubles (produits animaux ou aliments endommagés par la chaleur). Le résidu est pesé en vue de la détermination de la teneur en ADF.

Dans la deuxième étape, le résidu restant est dissous dans de l'acide sulfurique à 72 % en fraction massique (soit 12,00 mol/l), laissant la lignine sulfurique (ADL) qui est dosée par une méthode gravimétrique.

5 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déionisée ou bien de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Solution au détergent acide. Ajouter 20 g de bromure de cétyle(triméthyl)ammonium (qualité technique) à 1 l d'acide sulfurique à 0,5 mol/l, préalablement titré. Agiter pour aider la dissolution.

5.2 Acide sulfurique, à 72 % en fraction massique (12,00 mol/l).

Préparer de l'acide sulfurique titré (H_2SO_4) pour obtenir une densité relative de 1,634 à 20 °C ou 12,00 mol/l, comme suit.

Calculer la masse, en grammes, d'acide, $m(H_2SO_4)$, et la masse, en grammes, d'eau, $m(H_2O)$, nécessaires pour préparer 1 000 ml de solution à l'aide des Équations (1) et (2):

$$m(H_2SO_4) = \frac{100 \times 98,08 \times 12}{w(H_2SO_4)} \quad (1)$$

où $w(H_2SO_4)$ est la fraction massique d'acide sulfurique, exprimée en pourcentage.

$$m(H_2O) = (1000 \times 1,634) - m(H_2SO_4) \quad (2)$$

où 1,634 correspond à la densité relative de l'acide sulfurique de fraction massique 72 %.

Peser la quantité d'eau nécessaire dans une fiole jaugée de capacité 1 000 ml et ajouter lentement la quantité calculée d'acide sulfurique en faisant tourner de temps en temps. Refroidir la fiole dans de l'eau pendant l'ajout de la masse d'acide requise. Refroidir à 20 °C et vérifier le volume. Il convient que le ménisque se situe à moins de 0,5 cm du repère d'étalonnage à 20 °C. Si le volume est trop important, extraire 5 ml d'eau et ajouter 4,55 ml d'acide sulfurique. Si le volume est insuffisant, extraire 1,5 ml et rajouter 2,5 ml d'eau. Répéter si besoin.

5.3 Adjuvant de filtration, terre de diatomées, par exemple Célite¹⁾.

5.4 Acétone, qualité technique.

5.5 n-Octanol, antimousse.

1) Célite, lavée à l'acide, ou Célite 545 AW sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6 Appareillage

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

6.1 Balance analytique.

6.1.1 Balance analytique, capable de peser à 1 mg près et d'une lisibilité de 0,1 mg.

6.1.2 Balance analytique, avec une plage de mesure allant jusqu'à 2 500 g, et d'une lisibilité de 1 g, pour préparer l'acide sulfurique (5.2).

6.2 Broyeur, du type à cyclone, à couteaux, rotatif ou équivalent, donnant une taille moyenne de particule comprise entre 0,22 mm et 0,26 mm.

6.3 Étuve.

6.3.1 Étuve ventilée, capable de fonctionner à $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ou à $130\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

6.3.2 Étuve ventilée, pouvant être maintenue à $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Pour accélérer le séchage d'échantillons humides sans créer artificiellement des fibres, il est possible d'utiliser également une **étuve sous vide** maintenue à $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

6.4 Appareil à reflux, muni d'éléments chauffants individuels et de condenseurs à eau froide. Tout appareillage conventionnel adapté à la détermination de fibres brutes ou de fibres traitées au détergent neutre et à l'amylase (aNDF) est acceptable. Régler les éléments chauffants afin que 50 ml d'eau soient portés à ébullition en un temps compris entre 4 min et 5 min dans le cas de l'utilisation de condenseurs à eau froide. Il est possible d'utiliser un appareil de type Fibertec²⁾ pouvant faire bouillir 50 ml d'eau en 10 min.

NOTE Ce réglage donne lieu à d'importants mouvements de particules au cours du reflux.

6.5 Creusets à disque fritté. Creusets de porosité grossière (grosseur de pores comprise entre 40 µm et 60 µm), de capacité comprise entre 40 ml et 50 ml, ou creusets de type P2 de chez Fibertec²⁾ (grosseur de pores comprise entre 40 µm et 100 µm et capacité comprise entre 26 ml et 28 ml). Nettoyer les creusets neufs en les calcinant à $525\text{ °C} \pm 15\text{ °C}$ pendant 1 h. Après chaque utilisation, nettoyer les creusets en les calcinant à $525\text{ °C} \pm 15\text{ °C}$ pendant 3 h, éliminer les cendres en retournant les creusets dans une solution détergente, et soumettre les creusets aux ultrasons pendant 7 min à 10 min. Rincer les creusets dans de l'eau chaude et les tremper dans de l'eau à température ambiante pendant au moins 30 min.

Vérifier de temps en temps la vitesse de filtration de la manière suivante. Remplir chaque creuset de 50 ml d'eau distillée [25 ml pour les creusets de type P2 de chez Fibertec²⁾] et enregistrer le temps requis pour les vider complètement sans avoir recours au vide [habituellement le temps préconisé est de $180\text{ s} \pm 60\text{ s}$ pour les creusets de type Gooch²⁾ ou de $75\text{ s} \pm 30\text{ s}$ pour les creusets de type P2]. Si le temps de vidange est inférieur à 100 s (ou inférieur à 30 s pour le type P2), jeter le creuset. Si le temps est inférieur à 120 s (ou inférieur à 45 s pour le type P2), vérifier la présence de fissures dans le disque fritté. Si le temps de filtration est supérieur à 240 s (ou supérieur à 105 s pour le type P2), nettoyer le creuset avec une solution de nettoyage acide ou alcaline (Référence [4]). Si le nettoyage n'améliore pas la vitesse de filtration, jeter le creuset.

6.6 Dispositif de filtration sous vide. Appareillage approprié [par exemple unité d'extraction à froid de type Fibertec²⁾] permettant un trempage adéquat des résidus fibreux.

2) Fibertec et Gooch sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6.7 Four d'incinération, 525 °C ± 15 °C.

6.8 Bêchers à reflux. Il est également possible de remplacer l'appareil à reflux (6.4) par des bêchers Berzélius de 600 ml à condensation, fabriqués par exemple à partir de ballons à fond rond de 500 ml.

7 Échantillonnage

Il convient qu'un échantillon qui n'ait pas été endommagé ou modifié lors du transport ou de l'entreposage soit envoyé au laboratoire.

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.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

Réduire l'échantillon pour laboratoire à environ 100 g (équivalent en masse sèche) et en placer la moitié dans un récipient hermétique, étanche à l'humidité, en vue de la détermination de l'humidité totale. Sécher les produits humides (taux d'humidité supérieur à 15 %, fraction massique) restants pour obtenir un taux d'humidité inférieur à 15 % (fraction massique) dans une étuve ventilée (6.3.2) à une température inférieure à 60 °C. Le séchage à une température inférieure à 60 °C est nécessaire afin d'empêcher la formation de fibres parasites et de lignine. Broyer les échantillons pour essai secs (taux d'humidité inférieur à 15 %, fraction massique) à l'aide d'un broyeur (6.2).

Le broyage sépare les matériaux, laissant passer en dernier à travers le crible les matières les plus fibreuses. Ne pas jeter le matériau présent dans le broyeur, mais l'ajouter à l'échantillon pour essai broyé.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/042e19b7-8dd5-47d4->

Une pré-extraction est nécessaire pour des échantillons pour essai renfermant une quantité de matières grasses supérieure à 10 % (fraction massique), et est recommandée pour des échantillons dont la quantité de matières grasses est supérieure à 5 % (fraction massique).

Peser les échantillons pour essai dans des creusets séchés à l'étuve, préalablement tarés; placer les creusets sur la rampe de filtration, procéder quatre fois à l'extraction avec 30 ml à 40 ml d'acétone, en laissant tremper le matériau dans l'acétone pendant 3 min à 5 min à chaque fois: faire le vide afin d'éliminer toutes traces d'acétone, sécher à l'air pendant 10 min à 15 min, et transférer le résidu dans un bécher à reflux pour l'analyse des fibres. Utiliser le même creuset pour recueillir le résidu de fibres de chaque prise d'essai après extraction au détergent acide.

Dans le cas de l'appareillage de type Fibertec²⁾, placer le creuset dans l'unité d'extraction à froid et remplir le creuset de 25 ml d'acétone (5.4). Laisser reposer pendant 3 min à 5 min et filtrer en faisant le vide. Répéter cette opération trois fois.

NOTE Pour simplifier la filtration, 1,00 g d'adjuvant de filtration (5.3) peut être ajouté au creuset avant d'introduire l'échantillon.

9 Mode opératoire

9.1 Fibres au détergent acide (ADF)

9.1.1 Généralités

Sécher les creusets vides dans une étuve (6.3.1) à $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant une durée supérieure à 4 h [1 h s'ils ont été déplacés du four d'incinération (6.7)] et enregistrer la tare m_1 .

9.1.2 Appareillage traditionnel

Dans un bécher Berzélius (6.8), peser une prise d'essai d'environ $1\ 000\text{ mg} \pm 2\text{ mg}$ de matériau séché ou brut de réception et noter cette masse m_2 .

Il convient d'ajuster la masse des matériaux présentant un taux d'humidité supérieur à 15 % (fraction massique) afin d'obtenir une quantité équivalente de matière sèche. S'il faut convertir les résultats en matière sèche, peser également une prise d'essai pour la détermination de l'humidité présente dans l'échantillon pour essai.

Juste avant de procéder au reflux, ajouter 100 ml de la solution au détergent acide (5.1) à température ambiante. Porter à ébullition en chauffant pendant 5 min à 10 min et, si besoin, réduire légèrement le chauffage et ajouter de 2 gouttes à 4 gouttes de *n*-octanol (5.5) pour éviter la formation de mousse, tout en permettant une agitation modérée des particules. Après 5 min à 10 min de reflux, rincer les parois du bécher à l'aide d'un mince filet de la solution au détergent acide (ajouter une quantité inférieure à 5 ml). Laisser refluer pendant $60\text{ min} \pm 5\text{ min}$ après le début de l'ébullition.

Retirer chaque bécher de l'élément chauffant, faire tourner et filtrer dans le creuset (6.5). Sans retourner le bécher, rincer avec un mince filet d'eau bouillante pour introduire toutes les particules dans le creuset. Éliminer le détergent acide et l'eau de rinçage sous faible vide. Fermer le vide et remplir le creuset d'environ 40 ml d'eau chaude (90 °C à 100 °C), agiter pour disperser le résidu de filtration et laisser tremper pendant 3 min à 5 min. Répéter le trempage dans l'eau deux fois et sécher sous vide. Rincer les parois et le fond du creuset pour s'assurer de l'élimination de toutes les traces d'acide (tout résidu d'acide sera concentré pendant le séchage, causant la carbonisation des résidus et un sous-dosage des fibres).

Ajouter 30 ml à 40 ml d'acétone (5.4), agiter pour désagréger tous les amas et exposer toutes les particules à l'acétone; laisser tremper pendant 3 min à 5 min et répéter jusqu'à ce qu'il n'y ait plus aucune décoloration (en général deux cycles de trempage dans l'acétone suffisent). Éliminer le résidu d'acétone en faisant le vide; sécher pendant une durée supérieure à 5 h, de préférence toute la nuit, à $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ dans une étuve ventilée (6.3.1). Refroidir jusqu'à température ambiante dans un dessiccateur et peser. Noter la masse m_3 .

9.1.3 Appareillage de type Fibertec²⁾

Peser une prise d'essai d'environ $1\ 000\text{ mg} \pm 2\text{ mg}$ de matériau séché ou brut de réception dans un creuset (6.5) préséché de tare m_1 et noter la masse m_2 . Pour simplifier la filtration, ajouter 1,00 g d'adjuvant de filtration (5.3) dans le creuset avant d'introduire l'échantillon. Placer le creuset dans l'unité d'extraction à chaud de type Fibertec²⁾ et ajouter 100 ml de solution au détergent acide (5.1). Ajouter 2 gouttes à 4 gouttes de *n*-octanol (5.5) pour empêcher la formation de mousse et porter à ébullition. Régler le chauffage et laisser bouillir pendant $60\text{ min} \pm 5\text{ min}$. Le temps d'ébullition est mesuré à partir du moment où la solution a atteint le point d'ébullition.

Éliminer la solution au détergent acide et laver trois fois avec de l'eau chaude (90 °C à 100 °C). Utiliser des quantités d'eau de 30 ml et sécher sous vide entre les opérations de lavage.

Placer le creuset dans l'unité d'extraction à froid et le remplir de 25 ml d'acétone (5.4). Filtrer. Répéter une fois.

Évaporer le solvant et sécher les creusets à $130\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant 2 h ou à $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant au moins 5 h. Refroidir jusqu'à température ambiante dans un dessiccateur, puis peser à 0,000 1 g près. Noter la masse m_3 .

9.2 Lignine sulfurique (ADL)

9.2.1 Appareillage traditionnel

Placer le creuset contenant les fibres dans un bécher de capacité 50 ml ou disposer les creusets dans un récipient en émail peu profond. Recouvrir le contenu du creuset d'acide sulfurique (5.2) refroidi à 15 °C et agiter à l'aide d'une baguette en verre jusqu'à obtention d'une pâte uniforme, en dispersant tous les amas. Remplir le creuset jusqu'à environ mi-hauteur avec l'acide et agiter. Laisser la baguette en verre dans le creuset; remplir ce dernier à nouveau d'acide sulfurique (5.2) refroidi à 15 °C et agiter toutes les heures au fur et à mesure que l'acide s'écoule, en maintenant le creuset à une température comprise entre 20 °C et 23 °C (refroidir si nécessaire). Au bout de 3 h, filtrer aussi complètement que possible sous vide, et laver à l'eau chaude jusqu'à ce que le papier pH indique une absence totale d'acide. Rincer les parois du creuset et retirer la baguette. Sécher le creuset à $130\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant 2 h ou à $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant au moins 5 h, refroidir jusqu'à température ambiante dans un dessiccateur, puis peser. Noter la masse m_4 . Incinérer le creuset dans une étuve à $525\text{ °C} \pm 15\text{ °C}$ pendant au moins 3 h ou jusqu'à ce qu'il soit exempt de carbone. Refroidir à température ambiante dans un dessiccateur, puis peser. Noter la masse m_5 .

9.2.2 Appareillage de type Fibertec²⁾

Placer une baguette en verre dans le creuset pour agiter. Ajouter 25 ml d'acide sulfurique (5.2) refroidi à 15 °C . Agiter avec la baguette en verre et filtrer après 3 h. Agiter à intervalles de 1 h. En variante, utiliser une contre-pression pour disperser les amas. Laver avec de l'eau jusqu'à absence totale d'acide. Sécher le creuset à $130\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant 2 h ou à $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant au moins 5 h. Refroidir à température ambiante dans un dessiccateur, puis peser. Noter la masse m_4 . Calciner le creuset à $525\text{ °C} \pm 15\text{ °C}$ pendant au moins 3 h ou jusqu'à ce qu'il soit exempt de carbone. Refroidir à température ambiante dans un dessiccateur, puis peser. Noter la masse m_5 .

9.3 Assurance qualité

9.3.1 Inclure au moins un échantillon de référence ou de contrôle qualité interne ainsi que deux blancs pour les 20 à 30 premiers échantillons d'une série et ajouter un échantillon de contrôle qualité et un blanc pour chaque série supplémentaire de 20 à 30 échantillons soumis à analyse.

9.3.2 Inclure au moins un échantillon en double dans chaque série en cas de déterminations individuelles. Il convient de ne pas analyser les échantillons en double l'un après l'autre, mais d'intégrer un échantillon en double en début et en fin de série d'analyse.

9.3.3 Il convient que la variation de masse des creusets vides soit inférieure à 0,010 0 g, soit après extraction, soit après incinération. Si les masses des creusets vides varient de plus de 10 mg ou si les masses des creusets après incinération sont inférieures à celles des creusets vides, cela peut être dû à un nettoyage inadéquat des creusets et/ou à des problèmes avec la technique de pesée.

10 Calculs et expression des résultats

10.1 Fibres au détergent acide (ADF)

Calculer la teneur en fibres au détergent acide (ADF) sur la base du matériau brut de réception, w_1 , en fraction massique exprimée en pourcentage, à l'aide de l'Équation (3) ou la teneur en fibres au détergent acide (ADF) sur une base de matière sèche, w_2 , en fraction massique exprimée en pourcentage, à l'aide de l'Équation (4).

Pour les matériaux non séchés (échantillon pour essai présentant le même taux d'humidité que l'échantillon pour laboratoire):

$$w_1 = 100 \times \frac{(m_3 - m_1) - (\bar{m}_{b2} - \bar{m}_{b1})}{m_2} \quad (3)$$

Pour les matériaux séchés (l'échantillon pour laboratoire est séché pour préparer l'échantillon pour essai):

$$w_2 = 100 \times \frac{(m_3 - m_1) - (\bar{m}_{b2} - \bar{m}_{b1})}{m_2 w_d} \quad (4)$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du creuset;

m_2 est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai;

m_3 est la masse, en grammes, du creuset et du résidu;

\bar{m}_{b1} est la masse moyenne, en grammes, de tous les blancs après séchage à l'étuve avant extraction du détergent acide;

\bar{m}_{b2} est la masse moyenne, en grammes, de tous les blancs après séchage à l'étuve après extraction du détergent acide;

w_d est la fraction massique, exprimée en pourcentage, de matière sèche, divisée par 100.

10.2 Lignine sulfurique (ADL)

ISO 13906:2008

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/042e19b7-8dd5-47d4-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/042e19b7-8dd5-47d4-b5b6-0301-3599717/iso-13906-2008)

[b5b6-0301-3599717/iso-13906-2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/042e19b7-8dd5-47d4-b5b6-0301-3599717/iso-13906-2008)

Calculer la teneur en lignine sulfurique (ADL) sur la base du matériau brut de réception, w_3 , en fraction massique exprimée en pourcentage, à l'aide de l'Équation (5) ou la teneur en lignine sulfurique (ADL) sur une base de matière sèche, w_4 , en fraction massique exprimée en pourcentage, à l'aide de l'Équation (6).

Pour les matériaux non séchés (échantillon pour essai présentant le même taux d'humidité que l'échantillon pour laboratoire):

$$w_3 = 100 \times \frac{(m_4 - m_5) - (\bar{m}_{b3} - \bar{m}_{b4})}{m_2} \quad (5)$$

Pour les matériaux séchés (l'échantillon pour laboratoire est séché pour préparer l'échantillon pour essai):

$$w_4 = 100 \times \frac{(m_4 - m_5) - (\bar{m}_{b3} - \bar{m}_{b4})}{m_2 w_d} \quad (6)$$

où

\bar{m}_{b3} est la masse moyenne, en grammes, de tous les blancs après séchage à l'étuve avant incinération;

\bar{m}_{b4} est la masse moyenne, en grammes, de tous les blancs après séchage à l'étuve après incinération;

m_4 est la masse, en grammes, du creuset et du résidu après séchage;

m_5 est la masse, en grammes, du creuset après incinération.