



Aliments des animaux — Détermination de la teneur en chlorures solubles dans l'eau —

Partie 1: Méthode titrimétrique

Animal feeding stuffs — Determination of water-soluble chlorides content —

Part 1: Titrimetric method

(Révision de l'ISO 6495:1999)

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ICS 65.120

[ISO/PWI 6495-1](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d81c7c1-8401-4e3e-912b-cea483d0fdb/iso-pwi-6495-1>

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

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/PWI 6495-1](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d81c7c1-8401-4e3e-912b-cea483d0fdb/iso-pwi-6495-1)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d81c7c1-8401-4e3e-912b-cea483d0fdb/iso-pwi-6495-1>

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage	3
7 Préparation de l'échantillon pour essai	4
8 Mode opératoire	4
9 Expression des résultats	5
10 Fidélité	6
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoire	8
Bibliographie	9

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/PWI 6495-1
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d81c7c1-8401-4e3e-912b-cea483d0f1db/iso-pwi-6495-1>

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 6495-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

L'ISO 6495 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Aliments des animaux — Détermination de la teneur en chlorures solubles dans l'eau*:

- *Partie 1: Méthode titrimétrique*
- *Partie 2 : Méthode potentiométrique*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d81c7c1-8401-4e3e-912b-cca483d0fdb/iso-pwi-6495-1>

Aliments des animaux — Détermination de la teneur en chlorures solubles dans l'eau —

Partie 1: Méthode titrimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination, dans les aliments des animaux, de la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en chlorure de sodium.

Cette méthode est applicable aux aliments des animaux dont la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en chlorure de sodium, est $\geq 0,05$ %.

2 Références normatives

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

ISO 6498, *Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essais*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d81c7c1-8401-4e3e-912b-cea483d0fdb/iso-pwi-6495-1>

3 Principe

Mise en solution dans l'eau des chlorures présents dans une prise d'essai. Clarification de la solution si le produit contient des matières organiques. Légère acidification par l'acide nitrique et précipitation des chlorures sous forme de chlorure d'argent à l'aide d'une solution titrée de nitrate d'argent. Titrage de l'excès de nitrate par une solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium, selon la méthode de Volhard.

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau, de qualité 3 au minimum, conformément à l'ISO 3696.

4.2 Acétone.

4.3 n-Hexane.

4.4 Acide nitrique, ρ_{20} (HNO₃) = 1,38 g/ml.

4.5 Acide nitrique dilué, φ (HNO₃) = 2 %.

Diluer 20 ml d'acide nitrique (4.4) dans 1 000 ml d'eau (4.1).

4.6 Solution de chromate de potassium, ρ = 5 % dans l'eau (4.1).

4.7 Sulfate d'ammonium et de fer(III), solution saturée. Préparer à partir de $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ dissous dans l'eau (4.1) jusqu'à saturation. Il faut environ 125 g de sulfate d'ammonium et de fer(III) par 100 ml d'eau.

4.8 Charbon actif, exempt de chlorures et ne pouvant en adsorber.

4.9 Solution de Carrez I

Dissoudre 10,6 g d'hexacyanoferrate de potassium(II) trihydraté $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ dans de l'eau (4.1). Compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).

4.10 Solution de Carrez II

Dissoudre 21,9 g d'acétate de zinc dihydraté $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ dans de l'eau (4.1) et ajouter 3 ml d'acide acétique glacial. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

4.11 Chlorure de sodium, solution titrée, $c(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$. La molarité de la solution titrée doit être connue à 0,0001 mol/l près.

Déposer en couche mince sur un verre de montre environ 20 g de chlorure de sodium finement pulvérisé. Sécher à environ 250 °C pendant 1 h à 2 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur, peser avec précision 5,8 g, à 0,0001 g (*m*) près, et dissoudre dans l'eau (4.1), diluer au trait repère dans une fiole jaugée de 1 000 ml avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

La concentration de la solution titrée de chlorure de sodium peut être calculée comme suit :

$$c_{\text{NaCl}} = \frac{m}{58,44}$$

où

c_{NaCl} est la concentration de la solution titrée de chlorure de sodium, en mol/l ;

m est la masse de chlorure de sodium, en grammes.

4.12 Nitrate d'argent, solution titrée, $c_s = 0,1 \text{ mol/l}$.

La molarité de la solution titrée doit être connue à 0,0001 mol/l près, et les titrages ne doivent pas différer entre eux de plus de ± 0,1 ml.

Déposer en couche mince sur un verre de montre environ 20 g de nitrate d'argent finement pulvérisé. Sécher à environ 80 °C pendant 2 h à 3 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur, peser environ 17,0 g et dissoudre dans l'eau (4.1), diluer au trait repère dans une fiole jaugée de 1 000 ml avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

Introduire à la pipette 20 ml de solution titrée de chlorure de sodium (4.11) dans une fiole conique de 200 ml. Ajouter 1 ml de solution de chromate de potassium (4.6) et titrer en agitant vigoureusement avec la solution titrée de nitrate d'argent (4.12) jusqu'à ce qu'une coloration brun-rouge persiste pendant au moins 30 s.

La concentration de la solution titrée de nitrate d'argent peut être calculée comme suit :

$$c_s = \frac{20 \times c_{\text{NaCl}}}{V_s}$$

où

c_s est la concentration de la solution titrée de nitrate d'argent (4.12), en mol/l ;

c_{NaCl} est la concentration de la solution titrée de chlorure de sodium (4.11), en mol/l ;

V_s est le volume de la solution titrée de nitrate d'argent (4.12) utilisée pour le titrage, en millilitres.

4.13 Thiocyanate d'ammonium ou de potassium, solution titrée, $c_t = 0,1$ mol/l.

La molarité de la solution titrée doit être connue à 0,0001 mol/l près, et les titrages ne doivent pas différer entre eux de plus de $\pm 0,1$ ml.

Peser 7,6 g de thiocyanate d'ammonium ou 9,7 g de thiocyanate de potassium et dissoudre dans l'eau (4.1). Diluer au trait repère dans une fiole jaugée de 1 000 ml et homogénéiser.

Introduire à la pipette 20 ml de solution titrée de nitrate d'argent (4.12) dans une fiole conique de 200 ml. Ajouter 10 ml d'acide nitrique porté à ébullition (4.5) et 2 ml de solution saturée de sulfate d'ammonium et de fer(III) (4.7). Titrer en agitant vigoureusement avec la solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium jusqu'à ce qu'une coloration brun-rouge persiste pendant au moins 30 s.

La concentration de la solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium peut être calculée comme suit :

$$c_t = \frac{20 \times c_s}{V_t}$$

où

c_t est la concentration de la solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (4.13), en mol/l ;

c_s est la concentration de la solution titrée de nitrate d'argent ;

V_t est le volume de la solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (4.13) utilisée pour le titrage, en millilitres.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier :

- 5.1 **Mélangeur**, ayant une fréquence de rotation de 35 min^{-1} à 40 min^{-1}
- 5.2 **Fioles jaugées**, de classe A, de capacités 200 ml, 500 ml et 1 000 ml
- 5.3 **Pipettes**, de classe A, de capacité appropriée
- 5.4 **Burettes**, de classe A, de capacité appropriée
- 5.5 **Balance analytique**, ayant une résolution de $\pm 0,0001$ g
- 5.6 **Papier filtre**, de porosité appropriée

6 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 6497 [1].

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

7 Préparation de l'échantillon pour essai

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

S'il est solide, moudre une partie représentative, à savoir 100 g à 150 g de l'échantillon pour laboratoire (généralement de 500 g) de sorte qu'il passe entièrement au travers d'un tamis de 1 mm d'ouverture de mailles. Mélanger soigneusement.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de la solution d'essai

8.1.1 Généralités

Si l'échantillon pour essai est exempt de matières organiques, procéder selon 8.1.2.

Si l'échantillon pour essai contient des matières organiques, procéder selon 8.1.3, sauf si l'échantillon pour essai se compose d'aliments cuits, de tourteaux et farine de lin, de produits riches en farine de lin et autres produits riches en mucilages ou en substances colloïdales (par exemple de l'amidon dextriné). Dans ce dernier cas, procéder selon 8.1.4.

8.1.2 Préparation de la solution d'essai d'échantillons exempts de matières organiques

Peser, à 0,0001 g près, une prise d'essai de 10 g au maximum de l'échantillon (7) contenant au maximum 3 g de chlorures. Transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml (5.2) et ajouter environ 400 ml d'eau (4.1) à une température d'environ 20 °C.

Mélanger pendant 30 min dans le mélangeur (5.1). Compléter au trait repère avec de l'eau (4.1), puis homogénéiser et filtrer à travers le papier filtre (5.6).

Procéder ensuite selon 8.2.

8.1.3 Préparation de la solution d'essai d'échantillons contenant des matières organiques, à l'exception des produits mentionnés en 8.1.4

Peser, à 0,0001 g près, une prise d'essai de 5 g environ de l'échantillon (7) contenant au maximum 3 g de chlorures. Transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml (5.2). Ajouter 1 g de charbon actif (4.8), environ 400 ml d'eau (4.1) à une température d'environ 20 °C et 5 ml de la solution de Carrez I (4.9). Agiter et ajouter ensuite 5 ml de la solution de Carrez II (4.10).

Mélanger pendant 30 min dans le mélangeur (5.1). Compléter au trait repère avec de l'eau (4.1), puis homogénéiser et filtrer à travers le papier filtre (5.6).

Procéder ensuite selon 8.2.

8.1.4 Aliments cuits, tourteaux et farine de lin, produits riches en farine de lin et autres produits riches en mucilages ou en substances colloïdales

Peser, à 0,0001 g près, une prise d'essai de 5 g environ de l'échantillon (7) contenant au maximum 3 g de chlorures. Transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml (5.2). Ajouter 1 g de charbon actif (4.8), environ 400 ml d'eau (4.1) à une température d'environ 20 °C et 5 ml de la solution de Carrez I (4.9). Agiter et ajouter ensuite 5 ml de la solution de Carrez II (4.10).

Mélanger pendant 30 min dans le mélangeur (5.1). Compléter au trait repère avec de l'eau (4.1), puis homogénéiser.

Décanter (si nécessaire, centrifuger). À l'aide d'une pipette (5.3), prélever 100 ml du surnageant et les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml (5.2).

Compléter au trait repère avec de l'acétone (4.2), homogénéiser, compléter au trait repère avec de l'acétone ou de l'eau, homogénéiser à nouveau et filtrer à travers le papier filtre (5.6).

Procéder ensuite selon 8.2.

8.2 Titrage

À l'aide d'une pipette (5.3), introduire dans une fiole conique une partie aliquote de 25 ml à 100 ml du filtrat (V_a). La partie aliquote ne doit pas contenir plus de 150 mg de chlorure.

Compléter, si nécessaire, avec de l'eau, pour obtenir un volume n'excédant pas 100 ml. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.4), 2 ml de la solution saturée de sulfate d'ammonium et de fer(III) (4.7) et 2 gouttes de la solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (4.13) à l'aide d'une burette (5.4) remplie jusqu'au trait repère zéro.

Ajouter, à l'aide d'une autre burette (5.4), de la solution titrée de nitrate d'argent (4.12), en agitant jusqu'à disparition de la coloration rouge-brun, puis ajouter un excès de 5 ml de solution titrée de nitrate d'argent (volume total de $\text{AgNO}_3 = V_{s1}$). Agiter fortement afin de rassembler le précipité. Si nécessaire, on peut ajouter 5 ml de n-hexane (4.3) pour faciliter la coagulation.

Titre l'excès de solution titrée de nitrate d'argent (4.12) avec la solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (4.13), à l'aide de la burette, jusqu'à obtention d'une coloration rouge-brun persistant pendant au moins 30 s (volume total incluant 2 gouttes = V_{t1}).

8.3 Essai à blanc

Parallèlement à la détermination, effectuer un essai à blanc en utilisant le même mode opératoire et les mêmes réactifs, mais en omettant la prise d'essai.

9 Expression des résultats

Calculer la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en chlorure de sodium, à l'aide de l'équation suivante :

$$w_{wc} = \frac{M[(V_{s1} - V_{s0})c_s - (V_{t1} - V_{t0})c_t]}{w} \times \frac{V_i}{V_a} \times F \times 100 \%$$

où

w_{wc} est la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en chlorure de sodium, en fraction massique de l'échantillon pour essai, en % ;

M est la masse molaire de chlorure de sodium ($M = 58,44 \text{ g/mol}$) ;

V_{s1} est le volume de la solution de nitrate d'argent ajoutée pour le titrage de la solution d'essai (8.2), en millilitres ;

V_{s0} est le volume de la solution de nitrate d'argent ajoutée pour le titrage de la solution à blanc (8.3), en millilitres ;

c_s est la concentration de la solution de nitrate d'argent (4.12) , en moles par litre ;