
**Aliments des animaux — Lignes directrices
pour la préparation des échantillons**

Animal feeding stuffs — Guidelines for sample preparation

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6498:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3689dc-7900-440c-bd40-ef432b1f51d3/iso-6498-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3689dc-7900-440c-bd40-ef432b1f51d3/iso-6498-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6498:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3689dc-7900-440c-bd40-ef432b1f51d3/iso-6498-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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 Termes et définitions	1
2.1 Définitions relatives à l'échantillon	1
2.2 Définitions relatives aux paramètres	2
2.3 Exemples de caractéristiques d'aliments pour animaux	3
2.4 Définitions relatives au mode opératoire de préparation des échantillons	5
3 Principe	7
4 Considérations sur les erreurs de préparation des échantillons	8
4.1 Sous-échantillonnage et autres erreurs	8
4.2 Masse minimale	9
4.3 Erreurs associées aux techniques de division	9
5 Mesures de sécurité	11
6 Équipement	11
7 Mode opératoire	12
7.1 Généralités	12
7.2 Contrôle des échantillons	13
7.3 Réduction massique	15
7.4 Réduction de la taille des particules	18
7.5 Dessiccation partielle	22
7.6 Broyage grossier	24
7.7 Modes opératoires particuliers de préparation des échantillons	24
7.8 Conservation	24
8 Essais de performance (contrôle qualité)	25
8.1 Généralités	25
8.2 Essai de performance de la réduction massique (division)	25
8.3 Essai de performance de la réduction de la taille des particules (broyage)	26
8.4 Essai de performance de mélange	27
9 Catégories d'aliments — Remarques particulières et diagrammes	28
9.1 Généralités	28
9.2 Graines pour oiseaux	29
9.3 Graines de coton entières	30
9.4 Mélange minéral	32
9.5 Aliments secs	33
9.6 Fourrages, y compris produits ensilés, foin, ensilage mi-fané, rations totales mélangées et sous-produits	34
9.7 Graines oléagineuses et aliments riches en matière grasse	36
9.8 Grands blocs alimentaires et blocs alimentaires mélassés	37
9.9 Aliments liquides	38
9.10 Aliments en conserve pour animaux domestiques	39
9.11 Aliments semi-humides pour animaux domestiques et os à mâcher pour chiens	40
9.12 Prémélanges	41
9.13 Gros granulés et bouchons de luzerne	42
9.14 Aliments texturés et collants	43
9.15 Aliments pour animaux aquatiques	43
Annexe A (informative) Calculs, exemples et tableaux de masse minimale	45
Bibliographie	49

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 6498 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 327, *Aliments des animaux – Méthodes d'échantillonnage et d'analyse*, du Comité européen de normalisation (CEN) en collaboration avec le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 6498:1998), qui a fait l'objet d'une révision technique.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6498:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3689dc-7900-440c-bd40-ef432b1f51d3/iso-6498-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3689dc-7900-440c-bd40-ef432b1f51d3/iso-6498-2012>

Aliments des animaux — Lignes directrices pour la préparation des échantillons

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des lignes directrices pour la préparation des échantillons pour essai d'aliments pour animaux, y compris les animaux domestiques, à partir des échantillons pour laboratoire.

NOTE 1 Les lignes directrices sont principalement tirées de celles développées de l'AAFCO (voir Référence [8]).

Les lignes directrices sont annulées par des instructions et des règlements particuliers pour la préparation des échantillons exigés par les méthodes d'analyse spécifiques des aliments pour animaux.

NOTE 2 De telles méthodes d'analyse sont développées par l'ISO et le CEN.

NOTE 3 La présente Norme internationale n'inclut pas des lignes directrices particulières pour la préparation des échantillons en vue de l'analyse microbiologique des micro-organismes tels que levures, bactéries et moisissures. Cependant, pour les micro-organismes utilisés comme additifs alimentaires (probiotiques), certains aspects importants de la préparation des échantillons sont abordés.

2 Termes et définitions

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

2.1 Définitions relatives à l'échantillon

2.1.1 lot

quantité de matière supposée provenir du même procédé de production et être représentée par des règles d'échantillonnage spécifiées

NOTE Pour les besoins de la présente Norme internationale, les règles sont celles du règlement (CE) n° 152/2009^[3] de la commission.

2.1.2 échantillon pour laboratoire

échantillon tel que préparé (du lot) pour envoi au laboratoire et destiné à l'inspection ou à l'essai

2.1.3 échantillon pour essai

sous-échantillon ou échantillon préparé à partir de l'échantillon pour laboratoire et duquel sont prélevées les prises d'essai

2.1.4 prise d'essai

quantité de matière prélevée de l'échantillon pour essai (ou de l'échantillon pour laboratoire s'ils sont identiques)

2.1.5 échantillon de réserve

reste de l'échantillon pour laboratoire dont ont été prélevés les échantillons pour essai par division ou sous-échantillonnage et qui ne subit aucune réduction supplémentaire de la taille des particules

NOTE Si, par exemple, des analyses de mycotoxines ou d'organismes génétiquement modifiés sont effectuées à partir de la totalité de l'échantillon pour laboratoire, l'échantillon de réserve subit lui aussi une réduction de la taille des particules. Il est recommandé de conserver l'échantillon de réserve dans des conditions maintenant son intégrité.

2.2 Définitions relatives aux paramètres

2.2.1

paramètre

analyte ou constituant ou micro-organisme des aliments qui fait l'objet de l'analyse par un mode opératoire microscopique, microbiologique ou chimique

2.2.1.1

paramètre stable

analyte ou constituant ou micro-organisme qui ne se dégrade pas lors de la manipulation au cours de la préparation des échantillons ni au cours de la conservation à température ambiante (20 °C à 25 °C)

2.2.1.2

paramètre instable

analyte ou constituant ou microorganisme qui se dégrade lors de la manipulation au cours de la préparation des échantillons ou de la conservation à température ambiante (20 °C à 25 °C) parce qu'il est volatil, dégradable, sensible à la chaleur, à la lumière, à la dégradation enzymatique ou à l'oxydation chimique

NOTE Dans ce contexte, la stabilité des paramètres fait référence uniquement à l'influence de la préparation des échantillons sur ces paramètres, comme un broyage intensif, et non pas à la durée de conservation spécifiée par un producteur ou par l'étiquetage, par exemple pour un aliment (additif).

Tableau 1 — Classification (en général) des paramètres stables et instables et causes de la dégradation relative à la préparation des échantillons

Origine	Paramètres stables	Paramètres instables	Cause(s) de la dégradation ou de la modification
Substances nutritives	Protéines, matière grasse, cendres, fibres (brutes)	Eau	Température (volatilité)
	Amidon, sucre, lactose	Ammoniac	Température (volatilité)
	Production de gaz et de substances organiques solubles par les enzymes dans les essais in vitro	Acides organiques (par exemple, acide lactique, acide acétique, acide butyrique, acide fumarique, acide formique)	Température (volatilité)
	Minéraux (par exemple Ca, P, Mg, Na, K, Cl)	Acides gras insaturés	Oxydation à l'air (production possible d'acides gras à chaînes courtes)
Additifs alimentaires	Oligoéléments (par exemple Cu, Zn, Mn, Fe, Se, Co)	Vitamines (par exemple, vitamines A, C, D, E)	Température, rayons UV, oxydation à l'air (sensibilité)
	Acides aminés (par exemple lysine, méthionine, tryptophane)	1,2-Propanediol, éthylène glycol	Température (volatilité)
	Enzymes (par exemple phytases, enzymes de transformation des polysaccharides autres que l'amidon)	Micro-organismes tels que les probiotiques (par exemple <i>Saccharomyces cerevisiae</i> , <i>Enterococcus faecium</i>)	Température (congélation), pression (sensibilité au broyage), humidité/sécheresse (influence la croissance de micro-organismes)
Substances indésirables	Métaux lourds (par exemple As, Pb, Cd, Hg)	Mycotoxines (par exemple aflatoxine B ₁ , désoxynivalénol, fumonisines, ochratoxine A, toxines T-2 et HT-2, zéaralénone, alcaloïdes de l'ergot)	Prolifération des moisissures et modification des mycotoxines possibles à température ambiante, rayons UV (sensibilité, aflatoxine B ₁)
	Dioxines et polychlorobiphényles (PCB) ayant des effets semblables aux dioxines	Médicaments, antibiotiques, pesticides	Température (sensibilité)
		Acide cyanhydrique	Température (volatilité)

Tableau 1 (suite)

Origine	Paramètres stables	Paramètres instables	Cause(s) de la dégradation ou de la modification
Substances interdites	Protéines d'origine animale	Médicaments et antibiotiques interdits	Température (sensibilité)
(Autres) Micro-organismes		Levures, bactéries, moisissures	Température (sensibilité), sécheresse, présence d'oxygène (anaérobiose)

2.3 Exemples de caractéristiques d'aliments pour animaux

Des exemples de caractéristiques d'aliments pour animaux sont donnés ici afin d'aider à identifier et à relier un échantillon pour laboratoire aux termes et annexes utilisés dans ces lignes directrices.

NOTE Les définitions relatives aux aliments pour animaux sont données par la législation à travers le monde. Les définitions relatives aux échantillons des Directives européennes et, dans le cas des aliments simples, d'une liste alphabétique établie par un comité allemand sont données dans les Références [4][5][6][8].

2.3.1

graines pour oiseaux

graines destinées à l'alimentation des oiseaux

EXEMPLES Céréales et graines oléagineuses.

2.3.2

graine de coton entière

produit non transformé de la graine de coton, y compris la coque, le duvet et la chair

2.3.3

mélange minéral

aliment de complément constitué principalement d'ingrédients minéraux sous forme de granulés, de billes ou petits granulés et dont l'ensemble du mélange est fluide

NOTE Les granulés minéraux sont un mélange minéral condensé formé selon un procédé mécanique (en général).

2.3.4

aliments secs

ingrédients ou aliments complets pour animaux ne contenant pas plus de 15 % (fraction massique) d'humidité

NOTE Les granulés d'aliments secs sont des aliments secs condensés produits par un procédé mécanique (en général).

2.3.5

fouillage vert

parties comestibles des plantes, autres que la graine séparée et y compris l'herbe et les faïnes, qui peuvent servir d'aliments aux animaux de pâturage ou qui peuvent être récoltées pour l'alimentation animale

NOTE Généralement, le terme désigne les matières végétales les plus digestes par opposition aux matières végétales moins digestes, appelées fourrage grossier.

2.3.6

produit ensilé

fouillage conservé dans un état appétissant par les acides organiques produits par la fermentation anaérobie des sucres qu'il contient

2.3.7

fouillage grossier

parties fibreuses et de texture grossière des plantes

EXEMPLES Épis, pailles, coques, rafles et tiges.

2.3.8

foin

partie aérienne des graminées coupée et séchée spécialement pour l'alimentation animale

2.3.9

ensilage mi-fané

fouillage conservé dans un état appétissant par les acides organiques produits par la fermentation anaérobie des sucres qu'il contient et dont la teneur en eau est d'environ 45 % (fraction massique)

2.3.10

ration totale mélangée

RTM

mélange simple de tous les ingrédients de l'aliment (fourrages, céréales et compléments) mis à disposition d'un animal pendant une période de 24 h

NOTE En pratique, pendant la période de 24 h, le mélange peut être distribué en une ou plusieurs fois.

2.3.11

sous-produit

produit résiduel des procédés de transformation pour la production d'ingrédients à partir de matières végétales

EXEMPLE Solubles de distillerie issus de la fermentation (DDGS).

2.3.12

graine oléagineuse

toute graine dont est extraite de l'huile

EXEMPLE Graines de tournesol.

2.3.13

grand bloc alimentaire

bloc alimentaire mélassé

aliment condensé en une masse solide suffisamment cohésive pour garder sa forme

NOTE Un grand bloc alimentaire pèse plus de 1 kg, généralement environ 20 kg. Il peut être commercialisé en tant que bloc minéral ou bloc de mélasse «caramélisé» contenant divers minéraux et substances nutritives. Les échantillons reçus par le laboratoire peuvent être sous forme de gros morceaux, de carottes ou de mottes collantes.

2.3.14

aliment liquide

aliment non solide et non gazeux

NOTE Un aliment liquide a une teneur en eau suffisante pour le rendre fluide et peut contenir de la mélasse.

2.3.15

aliment en conserve pour animaux domestiques

aliment pour animaux domestiques qui a été transformé, conditionné hermétiquement et stérilisé pour la conservation en boîtes ou dans des récipients similaires

2.3.16

aliment semi-humide

aliment à base de viande pour animaux domestiques ou aquatiques qui a été partiellement séché afin d'éviter la décomposition microbienne

NOTE La fraction massique d'eau peut varier de 15 % à 40 %. Le produit se trouve généralement sous forme de rubans ou de cubes et il est conçu pour être conservé à température ambiante.

2.3.17

os à mâcher pour chiens

os en cuir

bande de viande et de peau presque complètement séchée jusqu'à obtention d'une texture proche du cuir

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6498:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3689dc-7900-440c-bd40-e432b1f51d3/iso-6498-2012>

2.3.18**prémélange**

mélange d'un ou plusieurs micro-ingrédients avec un diluant ou un excipient

NOTE Les prémélanges servent à faciliter la dispersion homogène des micro-ingrédients (par exemple vitamines, probiotiques, médicaments, antibiotiques) dans un aliment final.

2.3.19**granulés et bouchons de luzerne**

aliment condensé formé par compactage et passage forcé à travers, par exemple, des ouvertures carrées, selon un procédé mécanique

NOTE Les granulés ont pour la plupart un diamètre d'environ 2 cm et une longueur d'environ 5 cm (volume d'environ 16 cm³) et contiennent parfois de la mélasse. Cette définition s'applique également aux bouchons de luzerne (foin de luzerne haché) de dimensions supérieures.

2.3.20**aliment texturé****aliment collant**

mélange de céréales assorties et d'aliment commercial (généralement sous forme de granulés) qui ont été enrobés, par exemple, d'une couche de mélasse

NOTE Avant introduction dans l'aliment texturé, certaines des céréales ont été chauffées à la vapeur ou écrasées.

2.3.21**aliment pour animaux aquatiques**

aliment transformé mécaniquement en granulés, flocons, miettes, capsules ou poudre, conditionné hermétiquement et donné aux animaux aquatiques

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2.4 Définitions relatives au mode opératoire de préparation des échantillons

[ISO 6498:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3689dc-7900-440c-bd40-ef432b1f51d3/iso-6498-2012)

2.4.1**homogénéité**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3689dc-7900-440c-bd40-ef432b1f51d3/iso-6498-2012>

degré d'uniformité affectant la répartition d'une propriété ou d'un constituant dans une quantité définie de matière

NOTE L'homogénéité peut être considérée comme atteinte, au sens pratique du terme, lorsque l'erreur d'échantillonnage de la fraction traitée est négligeable par rapport à l'erreur totale du système de mesure. Dans la mesure où l'homogénéité dépend de la taille des unités considérées, un mélange de deux matières peut être hétérogène à l'échelle moléculaire ou atomique mais suffisamment homogène à l'échelle particulaire. Toutefois, un aspect uniforme ne garantit pas l'homogénéité de la composition.

2.4.2**dessiccation partielle**

étape du mode opératoire de préparation des échantillons applicable aux aliments à teneur en eau élevée (fraction massique sèche < 85 %) au cours de laquelle l'échantillon est soigneusement séché pour permettre de poursuivre la préparation, par exemple la réduction de la taille des particules par broyage à l'aide d'un broyeur

NOTE 1 Le procédé de dessiccation partielle dépend de l'aliment (par exemple à des températures inférieures à 55 °C à 60 °C pour les produits ensilés) et de la stabilité à la chaleur des paramètres (par exemple 70 °C ± 10 °C pour les médicaments et les antibiotiques).

NOTE 2 Il est recommandé de ne pas sécher les échantillons destinés à l'analyse microbiologique (à des températures supérieures à 40 °C).

NOTE 3 La dessiccation partielle peut également être réalisée par lyophilisation, un procédé de séchage sous vide peu destructeur qui permet à l'humidité de s'évaporer.

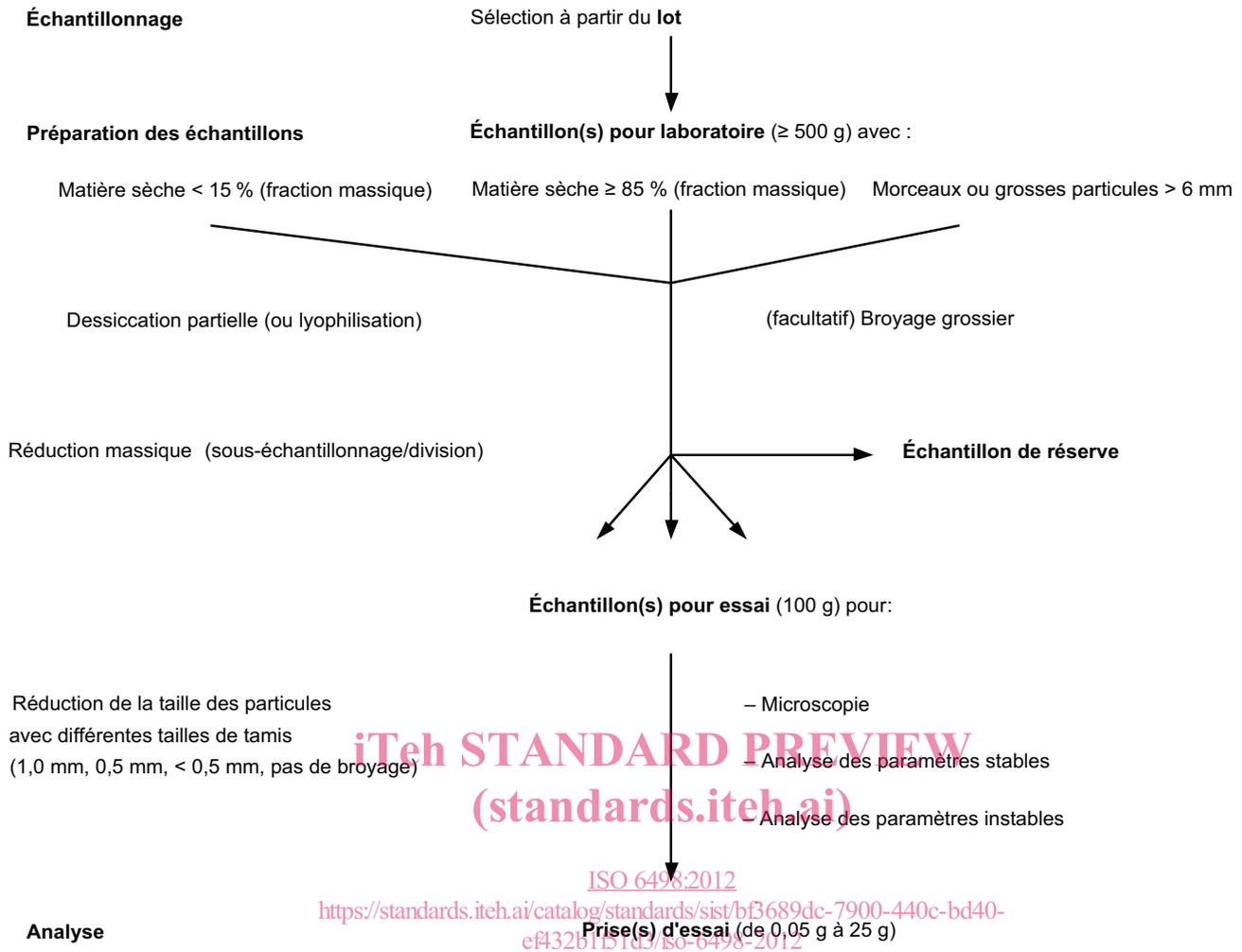


Figure 1 — Illustration des définitions relatives à l'échantillon, aux substances et au mode opératoire de préparation des échantillons

2.4.3 broyage grossier

première étape de broyage de la totalité de l'échantillon lorsque l'échantillon pour laboratoire contient de gros morceaux ou lorsque la taille des particules est supérieure à 6 mm avant la réduction massique

NOTE Le broyage grossier est une forme spéciale de réduction de la taille des particules qui permet d'assurer l'homogénéité de l'échantillon pour laboratoire à des fins de sous-échantillonnage.

2.4.4 réduction massique

étape du mode opératoire de préparation des échantillons qui consiste à réduire la masse d'un échantillon pour laboratoire par division ou sous-échantillonnage à l'aide d'échantillonneurs (statiques ou rotatifs) ou par pelletage fractionné (alterné) sans modifier la qualité de l'échantillon

NOTE Après réduction massique, il est recommandé que l'ensemble des sous-échantillons aient les mêmes propriétés que l'échantillon pour laboratoire d'origine.

2.4.5

réduction de la taille des particules

étape du mode opératoire de préparation des échantillons qui consiste à hacher, concasser, couper, homogénéiser, déchiqueter, broyer, presser, pulvériser afin d'obtenir un échantillon pour essai homogène pour la suite de l'analyse

NOTE En général, la réduction de la taille des particules suit l'étape de réduction massique dans le mode opératoire de préparation des échantillons et différentes tailles de tamis sont disponibles pour garantir l'intégrité de l'échantillon ou des échantillons pour essai.

3 Principe

Toutes les étapes de préparation des échantillons dépendent des différentes propriétés des aliments et des paramètres à analyser. Dans tous les cas, il est impératif de tenir compte des instructions particulières des méthodes d'analyse en ce qui concerne la préparation des échantillons.

Les lignes directrices décrivent le mode opératoire de préparation d'un échantillon arrivant au laboratoire (en général d'une masse minimale de 0,5 kg) afin d'obtenir un échantillon pour essai homogène (d'une masse minimale de 100 g) de constitution et de composition identiques et exempt de contamination.

Dans certains cas, la masse de l'échantillon pour laboratoire peut être inférieure à 500 g (par exemple dans les normes pour additifs alimentaires), mais il est impératif de suivre la réglementation légale et, dans tous les cas, il convient que la taille de l'échantillon soit suffisamment importante pour être représentative.

En général, la totalité de l'échantillon pour laboratoire subit une réduction massique et une réduction de la taille des particules afin d'obtenir un ou plusieurs échantillons pour essai destinés à l'analyse des paramètres stables et instables, à l'analyse microscopique et à la réserve. Si le protocole d'analyse et l'utilisation prévue de l'échantillon de réserve le permettent, il est recommandé que l'échantillon pour laboratoire soit de préférence prébroyé entièrement jusqu'à obtention de particules grossières de taille adaptée avant de subir une réduction massique, cela pour garantir l'homogénéité des échantillons pour essai.

À partir d'une prise d'essai (de 0,05 g à 25 g ou plus) à peser pour l'analyse des aliments, il est recommandé d'obtenir des résultats représentatifs de l'échantillon pour laboratoire et, finalement, de l'ensemble du lot duquel l'échantillon a été prélevé.

Par conséquent, il est recommandé de réaliser toutes les étapes de la préparation des échantillons assez rapidement, dans des conditions adéquates et de propreté satisfaisantes afin d'empêcher la dégradation des analytes sensibles, la contamination ainsi que l'oxydation dues aux effets d'une température excessive, à la lumière du jour, à l'air ou à la présence de résidus sur l'appareillage utilisé ou d'échantillons préparés précédemment ou simultanément. Il est recommandé en particulier d'éviter la contamination croisée entre échantillons.

Lors de la préparation des échantillons, il est recommandé d'éviter la perte ou la modification de la fraction massique d'eau («teneur» en eau). Dans tous les cas, il est nécessaire de tenir compte du fait que, lors des contrôles officiels, les résultats nécessitent une correction (par rapport à la teneur en eau initiale ou par rapport à 88 % ou 100 % de la fraction massique sèche).

Dans le cas d'aliments de teneur en eau plus élevée (matière sèche < 85 % en fraction massique), une dessiccation partielle ou une lyophilisation avant réduction massique peuvent s'avérer nécessaires.

Dans le cas d'aliments avec des morceaux ou dont la taille des particules est supérieure à 6 mm, un broyage grossier de la totalité de l'échantillon pour laboratoire jusqu'à obtention d'une taille des particules inférieure à 6 mm avant réduction massique ou sous-échantillonnage est impératif.

À tous les stades de la préparation, il faut conserver les échantillons dans des conditions adaptées (par exemple à température ambiante, au réfrigérateur, au congélateur, dans un récipient étanche à l'air, à l'abri de la lumière ou dans l'obscurité) afin de maintenir leur intégrité.

Toutes les étapes de la préparation des échantillons en vue de l'analyse microbiologique doivent être réalisées dans des conditions d'asepsie. Il est recommandé de ne pas congeler et de ne pas chauffer (> 40 °C) les

échantillons pour laboratoire, de ne pas les soumettre au vide ou à des niveaux d'oxygène supérieurs à ceux présents dans l'air atmosphérique.

4 Considérations sur les erreurs de préparation des échantillons

Il a été démontré que les étapes de préparation des échantillons constituent la plus grande source d'erreur en laboratoire. Cette erreur, généralement négligée, peut être bien plus importante que l'erreur commise au cours des modes opératoires d'analyse suivants.

4.1 Sous-échantillonnage et autres erreurs

4.1.1 Généralités

Les erreurs dues à l'hétérogénéité de l'échantillon peuvent renforcer l'erreur totale de sous-échantillonnage (ETS) à deux niveaux (Référence [12]).

4.1.2 Hétérogénéité de constitution

Sur un premier niveau, l'hétérogénéité de constitution correspond à une mesure du fait que toutes les particules de l'échantillon pour laboratoire n'ont pas la même composition (forme, taille, masse volumique, etc.). Si une grande différence globale existe entre les différents fragments, l'hétérogénéité de constitution est importante, mais si les fragments sont plus homogènes, l'hétérogénéité de constitution est plus faible. Toutefois, la contribution totale à l'hétérogénéité n'est jamais nulle, comme cela serait le cas si tous les fragments étaient strictement identiques. Le mélange et l'homogénéisation sont sans effet sur l'hétérogénéité de constitution. Le seul moyen de modifier l'hétérogénéité de constitution d'une matière donnée est la comminution (concassage ou coupe) ou autre méthode modifiant les propriétés physiques de l'échantillon. La réduction de la taille moyenne des particules est le facteur le plus important lors de la diminution de l'hétérogénéité de constitution par de tels moyens.

ISO 6498:2012

Par conséquent, un premier broyage grossier (prébroyage) de la totalité de l'échantillon pour laboratoire est nécessaire avant sous-échantillonnage ou division pour réduire l'hétérogénéité de constitution.

L'erreur fondamentale de sous-échantillonnage (EFS) peut être maîtrisée en choisissant un échantillon pour essai de masse adaptée (voir 4.2). Par conséquent, la masse prélevée doit être suffisante pour que toutes les particules de compositions différentes soient représentées dans le sous-échantillon ou la fraction. Plus les particules sont grosses, plus la masse du sous-échantillon doit être élevée pour minimiser l'erreur.

4.1.3 Hétérogénéité de distribution

Sur un second niveau, l'hétérogénéité de distribution correspond à une mesure de la distribution non aléatoire des particules dans l'échantillon qui résulte principalement de l'action de la force de gravité exercées sur les particules de masse volumique, taille et forme différentes et qui entraîne un regroupement et une séparation des particules. Les particules de taille ou de masse volumique très différentes ont tendance à se séparer ou à stratifier fortement, les particules les plus petites ou les plus denses tombant au fond de l'échantillon. À titre d'exemple, imaginer un échantillon pour laboratoire constitué de billes noires et blanches présentant des répartitions granulométriques très différentes. Si toutes les billes noires se trouvent au fond de l'échantillon et les billes blanches au-dessus, le système présente une hétérogénéité de distribution très élevée. Si, par contre, les billes sont bien mélangées (homogénéisées), l'hétérogénéité de distribution du système est considérablement réduite.

Pour diminuer l'erreur de regroupement et de séparation (ERS), mélanger ou homogénéiser l'échantillon avant le sous-échantillonnage et effectuer de nombreux prélèvements élémentaires au hasard de l'échantillon pour laboratoire (voir 4.3).

Le mélange ne convient pas à tous les produits. Pour certains produits et dans certaines conditions, le mélange est même susceptible d'accroître la séparation au lieu de diminuer l'erreur de regroupement et de séparation. La séparation est inévitable en raison de la gravité. De nombreux produits présentent une tendance naturelle à la séparation, même juste après le mélange, c'est le cas par exemple des produits dont la masse volumique

est très fractionnée et des suspensions. De tels systèmes exigent une surveillance et un traitement constants. Une fois que cette caractéristique a été identifiée, il est toujours possible d'y remédier de manière satisfaisante.

Le prélèvement élémentaire (c'est-à-dire le prélèvement de nombreuses quantités élémentaires au hasard de l'échantillon pour laboratoire pour constituer le sous-échantillon ou la fraction) permet toujours de diminuer l'erreur due à l'hétérogénéité de distribution et nécessite moins de temps et d'équipement à mettre en œuvre. Trente prélèvements élémentaires suffisent généralement. Pour les produits très hétérogènes, le nombre de prélèvements élémentaires doit être augmenté. En revanche, s'il y a peu de séparation, il est possible de diminuer ce nombre. Dans tous les cas, il est recommandé d'effectuer au moins 10 prélèvements élémentaires.

4.1.4 Autres erreurs

Les autres erreurs liées à la préparation des échantillons incluent la diminution et l'augmentation de la teneur en analytes en raison de mécanismes tels que le broyage, le dégagement excessif de chaleur, la perte des fines, la contamination et la séparation électrostatique. Ces erreurs peuvent être importantes et sont généralement dues à la négligence ou à un manque de connaissance.

4.2 Masse minimale

Afin de bien représenter l'échantillon pour laboratoire, la masse du sous-échantillon ou de la fraction doit être adaptée à l'erreur fondamentale du sous-échantillonnage (EFS) et à la taille maximale des particules («masse minimale»), (voir Tableau 2).

La masse requise dépend de l'erreur acceptable dans le sous-échantillon ou la fraction, de la masse volumique, de l'hétérogénéité et de la teneur en particules d'analyte dans la matrice ainsi que de la taille maximale des particules (voir les calculs en Annexe A, Exemples 1 à 3 et Tableaux A.1 à A.3).

Tableau 2 — Masse minimale: coefficient de variation (CV) prévu d'un sous-échantillonnage de laboratoire, masse volumique supposée de 1 g/cm³

Taille maximale des particules mm <i>d</i>	EFS (CV prévu) %				
	15	10	5	2	1
	Masse minimale g				
0,5	0,06	0,13	0,5	3	12,5
0,75	0,2	0,4	2	10,5	42
1	0,4	1	4	25	100
2	4	8	32	200	400
5	56	125	500	3 130	12 500

NOTE Pour les matières dont la masse volumique est différente de 1 g/cm³, les entrées peuvent être multipliées par la masse volumique de la matière concernée. Par exemple, le sous-échantillonnage d'une matière avec une taille maximale des particules de 2 mm, un CV de sous-échantillonnage acceptable de 5 % et une masse volumique de 0,5 g/cm³ nécessite une masse de 16 g.

4.3 Erreurs associées aux techniques de division

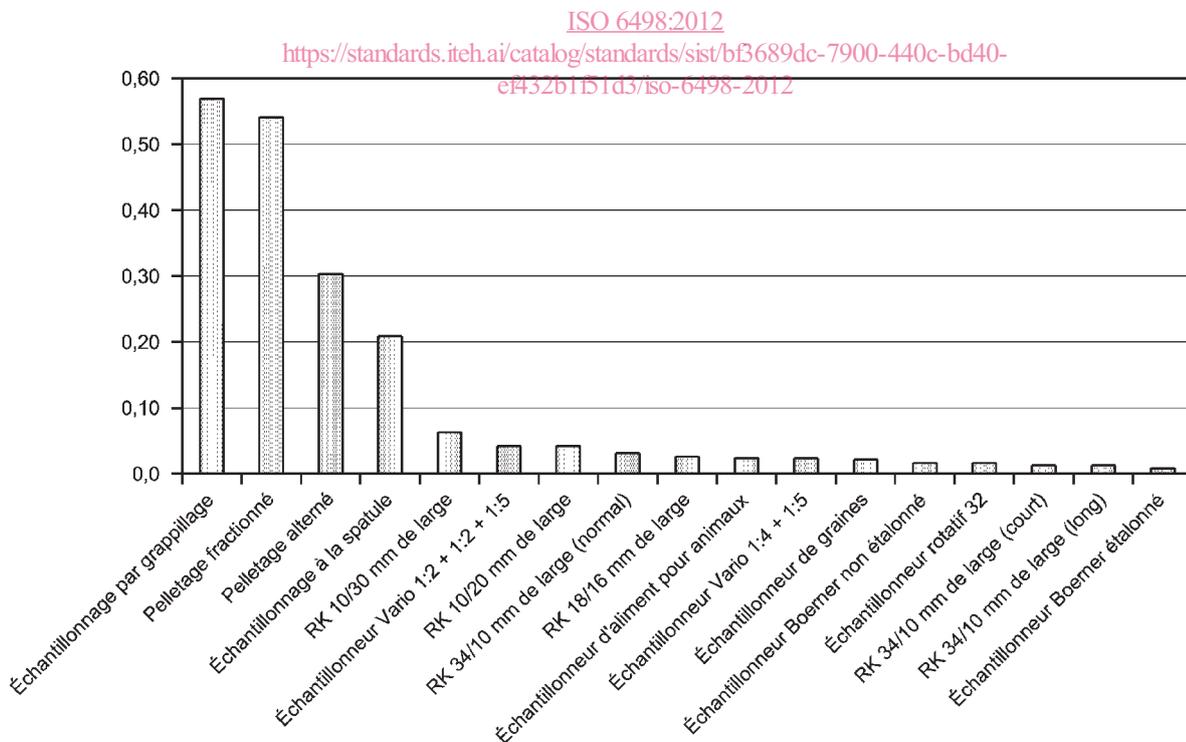
Les données du Tableau 3 illustrent l'erreur associée aux différentes techniques de division pour un modèle de mélange de particules de sable. La Figure 2 démontre la représentativité (c'est-à-dire la somme des erreurs d'échantillonnage liées à la fidélité et à la précision) de 17 appareils de réduction massique pour un modèle de mélange composé de fractions massiques de 89,9 % de blé, de 10,0 % de graine de colza et de 0,10 % de verre (voir Références [11][13]). La différence principale entre les méthodes de réduction massique est le nombre de prélèvements élémentaires sélectionnés. Pour que cela s'avère exact, une utilisation structurellement correcte des appareils de réduction massique est nécessaire (par exemple probabilité identique de sélection de toutes les particules, aucune perte de particules, règle du centre de gravité respectée, coupes parallèles), ce qui est difficile voire impossible avec les méthodes d'échantillonnage par pelletage ou par «grappillage». Par conséquent, les méthodes de réduction massique qui reposent sur l'échantillonnage par grappillage ou

par pelletage peuvent entraîner des problèmes importants de fidélité et de précision en ce qui concerne les composants traces sous forme de particules libres en raison d'une possible perte sélective ou d'un mauvais échantillonnage des particules les plus petites (voir Références [11][13]). Le Tableau 6 et la Figure 2 permettent de conclure que l'augmentation du nombre de prélèvements élémentaires améliore la réduction massique au laboratoire en diminuant l'erreur d'échantillonnage. En général, un échantillonneur rotatif effectue plusieurs centaines de prélèvements élémentaires, un échantillonneur à riffles statique de 10 à 34 et un appareil de division en cône et quartage seulement deux. Ainsi, il n'est pas recommandé d'utiliser la division en cône et quartage à l'étape critique de réduction massique en laboratoire qui est l'étape contribuant le plus à l'erreur totale. La préparation de la prise d'essai finale pour laquelle le rapport entre la masse de l'échantillon pour laboratoire et la masse de la prise d'essai finale est compris entre 100 et 10 000 peut généralement être considérée comme l'étape critique de la réduction massique de l'échantillon pour laboratoire. L'échantillonnage par grappillage doit être totalement évité pour cette étape critique à moins de prouver que l'erreur d'échantillonnage est négligeable comparativement à l'erreur analytique totale.

Tableau 3 — Résultats d'essai de la division d'un mélange contenant des fractions massiques de 60 % de sable grossier et 40 % de sable fin, $P = 0,6$ (ISO 664^[1])

Méthode ^a	Nombre de prélèvements élémentaires	Écart-type des échantillons, % s_r	Variance, % ² s_r^2	Erreur maximale estimée de l'échantillon, %
Cône et quartage	2	6,81	46,4	22,7
Échantillonneur à riffles statique	10 à 12	1,01	1,02	3,4
Échantillonneur rotatif	> 100	0,125	0,016	0,42
Variation aléatoire		0,076	0,005 8	0,25

^a Il existe des échantillonneurs à riffles statiques permettant un plus grand nombre de prélèvement élémentaires et une plus faible erreur de sous-échantillonnage (voir Référence [11]).



NOTE Il est recommandé que la représentativité soit aussi faible que possible. Les sommes les plus élevées indiquent donc une plus faible fiabilité. RK n indique un échantillonneur à riffles à n fentes (voir Référence [11]).

Figure 2 — Représentativité pondérée, r^2 (= biais² + fidélité²), pour un modèle de mélange de blé, de graine de colza et de verre

5 Mesures de sécurité

Les broyeurs utilisés pour le concassage, la coupe et le broyage sont munis de lames mobiles affûtées. Ne jamais introduire les mains ni les doigts au-delà de la trémie d'introduction. Ne jamais ouvrir le broyeur tant qu'il n'est pas à l'arrêt complet. Vérifier que les dispositifs de verrouillage de sécurité de tous les équipements fonctionnent correctement.

Porter les équipements de protection individuelle exigés pour le travail en laboratoire. La sécurité est un point extrêmement important de la phase de préparation des échantillons.

Réaliser les opérations générant de la poussière sous une hotte. Pour réduire la poussière, nettoyer la zone de la hotte, les broyeurs et la paillasse à l'aide d'un aspirateur.

Vérifier que tout l'équipement électrique est correctement relié à la terre et bien entretenu. Ne placer aucun objet métallique ni de papier d'aluminium dans le four à micro-ondes lors de la dessiccation des échantillons.

6 Équipement

Matériel de laboratoire courant et, en particulier, ce qui suit. Il est recommandé d'utiliser un équipement approprié en termes de risque de contamination et d'oxydation au cours de la préparation des échantillons.

6.1 Équipement général de préparation des échantillons

6.1.1 **Brosses** pour nettoyer les broyeurs, etc.

6.1.2 **Arrivée d'air comprimé** pour le nettoyage.

6.1.3 **Aspirateur.**

6.1.4 **Systèmes de désinfection des broyeurs, équipement de désinfection et de traitement à la flamme,** pour analyse microbiologique.

6.2 Systèmes de dessiccation

6.2.1 **Lyophilisateur, étuve à ventilation forcée** pouvant être maintenue à $55\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ ou **four à micro-ondes**, de type ménager ou **étuve à vide**.

6.2.2 **Récipient (cuvette) collecteur d'eau** en plastique, aluminium ou verre, par exemple de diamètre $\geq 50\text{ mm}$ et de profondeur $\leq 40\text{ mm}$.

6.3 **Équipement de réduction massique et de réduction de la taille des particules pour aliments «humides»** (par exemple fourrages, produits ensilés)

6.3.1 **Sécateur** pour couper les fourrages ou **coupe-papier** pour les échantillons de faible volume ou **hacheuse de laboratoire** pour les grands volumes et **cutter à lame de céramique** en particulier pour l'analyse des oligoéléments.

6.3.2 **Broyeur à couteaux** avec des tamis de 6 mm et 1 mm.

6.3.3 **Broyeur à effet de cisaillement** avec tête pour fourrage et tamis de 1 mm.

6.3.4 **Échantillonneur à riffles**, dont la largeur de fente doit être au moins égale à $2d + 5\text{ mm}$, d étant le diamètre de la particule la plus grosse.