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

**Partie 1:
Méthode titrimétrique**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Animal feeding stuffs — Determination of water-soluble chlorides
content —
(standards.iteh.ai)
Part 1: Titrimetric method*

ISO 6495-1:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cb8a7cd-0923-43b5-b343-73fd7c40991/iso-6495-1-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6495-1:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cb8a7cd-0923-43b5-b343-73fd7c40991/iso-6495-1-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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

Publié en Suisse

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	4
7 Préparation de l'échantillon pour essai	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Préparation de la solution d'essai.....	4
8.1.1 Généralités.....	4
8.1.2 Préparation de la solution d'essai d'échantillons exempts de matières organiques.....	4
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.....	4
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.....	4
8.2 Titrage.....	5
8.3 Essai à blanc.....	5
9 Expression des résultats	6
10 Fidélité	6
10.1 Essai interlaboratoires.....	6
10.2 Répétabilité.....	6
10.3 Reproductibilité.....	7
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	8
Bibliographie	9

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://www.iso.org/standards).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

Cette première édition de l'ISO 6495-1 annule et remplace l'ISO 6495:1999, qui a fait l'objet d'une révision technique.

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*

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

Partie 1: Méthode titrimétrique

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6495 spécifie une méthode de détermination de la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en chlorure de sodium, dans les aliments des animaux.

Cette méthode est applicable aux aliments des animaux dont la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en chlorure de sodium, est supérieure ou égale à 0,05 %.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 6497, *Aliments des animaux — Échantillonnage*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cb8a7cd-0923-43b5-b343-73f1f7c40991/iso-6495-1-2015>

ISO 6498, *Aliments des animaux — Lignes directrices pour la préparation des échantillons*

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. Titration de l'excès de nitrate d'argent 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, concentration massique $\rho_{20}(\text{HNO}_3) = 1,38$ g/ml.

4.5 Acide nitrique dilué, fraction volumique $\rho(\text{HNO}_3) = 2$ %.

Diluer 20 ml d'acide nitrique (4.4) à 1 000 ml avec de l'eau (4.1).

4.6 Solution de chromate de potassium, concentration massique $\rho(\text{K}_2\text{CrO}_4) = 5 \%$ 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 de l'eau (4.1) jusqu'à saturation. Environ 125 g de sulfate d'ammonium et de fer(III) pour 100 ml d'eau sont requis.

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 (4.1).

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 0,000 1 mol/l près.

Étaler en couche mince, sur un verre de montre, environ 20 g de chlorure de sodium finement pulvérisé. Sécher à 250 °C environ pendant 1 h à 2 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur, peser exactement 5,8 g, consignés à 0,000 1 g (m) près et dissoudre dans de l'eau (4.1). Compléter au volume dans une fiole jaugée de 1 000 ml avec de l'eau (4.1) et bien mélanger.

La concentration de la solution titrée de chlorure de sodium peut être calculée à l'aide de la Formule (1):

$$c_{\text{NaCl}} = \frac{m}{58,44} \quad \text{ISO 6495-1:2015} \quad (1)$$

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cb8a7cd-0923-43b5-b343-73fd7c40991/iso-6495-1-2015>

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, $c_s = 0,1 \text{ mol/l}$.

Il convient que la molarité de la solution titrée soit connue à 0,000 1 mol/l près, et les titrages en double doivent s'inscrire dans les limites de $\pm 0,1 \text{ ml}$.

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

À l'aide d'une pipette, introduire 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 tout en agitant vigoureusement avec la solution titrée de nitrate d'argent (4.12) jusqu'à obtention d'une couleur rouge-brun persistant pendant au moins 30 s.

La concentration de la solution titrée de nitrate d'argent peut être calculée à l'aide de la Formule (2):

$$c_s = \frac{20 \times c_{\text{NaCl}}}{V_s} \quad (2)$$

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 solution titrée de nitrate d'argent (4.12) utilisé pour le titrage, en ml.

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

La molarité de la solution titrée doit être connue à 0,000 1 mol/l près, et les titrages en double doivent s'inscrire dans les limites de $\pm 0,1$ ml.

Peser 7,6 g de thiocyanate d'ammonium ou 9,7 g de thiocyanate de potassium et dissoudre dans de l'eau (4.1). Compléter au volume dans une fiole jaugée de 1 000 ml et bien mélanger.

À l'aide d'une pipette, introduire 20 ml de solution titrée de nitrate d'argent (4.12) dans une fiole conique de 200 ml. Ajouter 10 ml d'acide nitrique dilué (4.5) et 2 ml de solution saturée de sulfate d'ammonium et de fer(III) (4.7). Titrer tout en agitant vigoureusement avec la solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium jusqu'à obtention d'une couleur rouge-brun persistant pendant au moins 30 s.

La concentration de la solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium peut être calculée à l'aide de la Formule (3):

$$c_t = \frac{20 \times c_s}{V_t} \quad (3)$$

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 solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (4.13) utilisé pour le titrage, en ml.

5 Appareillage

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

5.1 **Mélangeur culbuteur**, ayant une fréquence de retournement d'environ 35 min⁻¹ à 40 min⁻¹.

5.2 **Fioles jaugées**, de classe A et de capacités de 200 ml, 500 ml et 1 000 ml.

5.3 **Pipettes**, de classe A et de capacités appropriées.

5.4 **Burettes**, de classe A et de capacités appropriées.

5.5 **Balance analytique**, précise à 0,000 1 g.

5.6 **Papier filtre**, de porosité appropriée.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente partie de ISO 6495. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 6497.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou 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 (100 g à 150 g) de l'échantillon pour laboratoire (généralement 500 g) de manière à ce qu'il passe entièrement au travers d'un tamis de 1 mm d'ouverture de mailles. Bien mélanger.

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](#).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cb8a7cd-0923-43b5-b343-3d17-b390-6495-1-2015>

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

Peser exactement, à 0,000 1 g près, 10 g au maximum de l'échantillon pour essai ([Article 7](#)) ne contenant pas plus de 3 g de chlorures. L'introduire dans une fiole jaugée de 500 ml ([5.2](#)) et ajouter 400 ml d'eau ([4.1](#)) à une température d'environ 20 °C.

Mélanger pendant 30 min dans le mélangeur culbuteur ([5.1](#)), compléter au volume avec de l'eau ([4.1](#)), puis mélanger et filtrer à travers le papier filtre ([5.6](#)).

Procéder conformément à [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 exactement, à 0,000 1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour essai ([Article 7](#)) ne contenant pas plus de 3 g de chlorures. Transférer le contenu dans une fiole jaugée ([5.2](#)) de 500 ml. Ajouter 1 g de charbon actif ([4.8](#)), 400 ml environ d'eau ([4.1](#)) à une température d'environ 20 °C et 5 ml de solution de Carrez I ([4.9](#)). Ensuite, mélanger et ajouter 5 ml de solution de Carrez II ([4.10](#)).

Mélanger pendant 30 min dans le mélangeur culbuteur ([5.1](#)). Compléter au volume avec de l'eau ([4.1](#)), puis mélanger et filtrer à travers le papier filtre ([5.6](#)).

Procéder conformément à [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 exactement, à 0,000 1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour essai ([Article 7](#)) ne contenant pas plus de 3 g de chlorures. Transférer le contenu dans une fiole jaugée ([5.2](#)) de 500 ml. Ajouter 1 g de

charbon actif (4.8), 400 ml environ d'eau (4.1) à une température d'environ 20 °C et 5 ml de solution de Carrez I (4.9). Ensuite, mélanger et ajouter 5 ml de solution de Carrez II (4.10).

Mélanger pendant 30 min dans le mélangeur culbuteur (5.1). Compléter au volume avec de l'eau (4.1) puis mélanger.

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 volume avec de l'acétone (4.2) puis mélanger, compléter au volume avec de l'acétone ou de l'eau, mélanger à nouveau et filtrer à travers le papier filtre (5.6).

Procéder conformément à 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 (V_a) du filtrat. La partie aliquote ne doit pas contenir plus de 150 mg de chlorure.

Compléter, si nécessaire, avec de l'eau, pour obtenir un volume de 100 ml maximum. Ajouter 5 ml d'acide nitrique dilué (4.5), 2 ml de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(III) (4.7) et 2 gouttes de la solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (4.13) à l'aide d'une burette (5.4) remplie jusqu'au trait repère zéro.

Ajouter la solution titrée de nitrate d'argent (4.12) à l'aide d'une autre burette (5.4), tout 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 d' $\text{AgNO}_3 = V_{s1}$). Agiter vigoureusement afin de coaguler le précipité. Si nécessaire, il est possible d'ajouter 5 ml de n-hexane (4.3) pour faciliter la coagulation.

À l'aide de la burette, titrer l'excès de solution titrée de nitrate d'argent (4.12) avec la solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (4.13) jusqu'à obtention d'une coloration rouge-brun persistant pendant au moins 30 s (volume total plus les 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.