
**Aliments des animaux — Dosage des
cendres brutes**

Animal feeding stuffs — Determination of crude ash

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5984:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/174b54bb-b978-4bcf-aeef-e7c76fa34ad8/iso-5984-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/174b54bb-b978-4bcf-aeef-e7c76fa34ad8/iso-5984-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5984:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/174b54bb-b978-4bcf-ae7e-e7c76fa34ad8/iso-5984-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
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	1
5 Appareillage	1
6 Échantillonnage	2
7 Mode opératoire	2
7.1 Préparation de l'échantillon pour essai	2
7.2 Prise d'essai	2
7.3 Dosage	2
8 Expression des résultats	3
9 Fidélité	3
9.1 Essais interlaboratoires	3
9.2 Répétabilité	4
9.3 Reproductibilité	5
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires	7
Bibliographie	8

[ISO 5984:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/174b54bb-b978-4bcf-ae7e-e7c76fa34ad8/iso-5984-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/174b54bb-b978-4bcf-ae7e-e7c76fa34ad8/iso-5984-2022>

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 5984:2002) qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également le Rectificatif technique ISO 5984:2002/Cor 1:2005.

Les principales modifications sont les suivantes:

- un autre moyen d'incinération (directement dans le four à moufle froid) a été ajouté;
- la possibilité d'utiliser un capteur à thermocouple pour le four à moufle a été ajoutée;
- l'obligation de réaliser l'analyse en double a été supprimée;
- les plages de répétabilité et de reproductibilité ont été modifiées.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Aliments des animaux — Dosage des cendres brutes

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage des cendres brutes dans les aliments des animaux.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 — Lignes directrices pour la préparation des échantillons*

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.1 **cendres brutes**

résidu obtenu après incinération à (550 ± 25) °C dans les conditions spécifiées dans le présent document

Note 1 à l'article: La teneur en cendres brutes est exprimée en fraction massique de l'échantillon, en pourcentage.

4 Principe

Une prise d'essai est calcinée puis incinérée à (550 ± 25) °C. Après refroidissement les cendres obtenues sont pesées.

5 Appareillage

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

5.1 Balance analytique, pouvant peser à 0,001 g près.

5.2 Four à moufle, chauffé électriquement, à commande thermostatique et muni d'un pyromètre ou d'un capteur à thermocouple.

La température du four est réglée à 550 °C. Elle doit être de (550 ± 25) °C lorsque les capsules à incinération seront placées à l'intérieur.

Il est recommandé d'utiliser un four équipé d'un régulateur de température programmable.

5.3 Étuve de séchage, pouvant être réglée à (103 ± 2) °C.

5.4 Plaque chauffante ou brûleur à gaz

5.5 Capsules à incinération, en platine, en alliage de platine et d'or (par exemple, composées de 10 % de platine et de 90 % d'or) ou constituées d'un autre matériau qui n'est pas susceptible d'être altéré par les conditions d'essai, comme les creusets en porcelaine ou en quartz. Elles doivent de préférence présenter une superficie d'environ 20 cm² et une hauteur d'environ 2,5 cm.

Pour les échantillons avec une faible masse volumique et ceux susceptibles de gonfler au cours de leur carbonisation (par exemple mélasse), utiliser des capsules incinération ayant une superficie d'environ 30 cm² et une hauteur d'environ 3 cm.

5.6 Dessiccateur, fourni avec un agent déshydratant efficace.

6 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, n'ayant été ni endommagé, ni modifié lors du transport ou du stockage.

Conserver l'échantillon de façon à éviter toute détérioration et toute modification de sa composition.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 6497^[4].

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

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

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 5 g de l'échantillon pour essai (voir 7.1) dans une capsule à incinération (5.5) préalablement chauffée pendant au moins 30 min dans le four à moufle (5.2), dont la température est réglée à (550 ± 25) °C, puis refroidie dans le dessiccateur (5.6) et pesée à 0,001 g près. Sinon, il convient également de laver la capsule à incinération à la fin de l'essai précédent, de la chauffer pendant au moins 30 min dans le four à moufle dont la température est réglée à (550 ± 25) °C puis de la conserver dans une étuve dont la température est réglée à au moins 100 °C.

7.3 Dosage

Placer la capsule à incinération contenant la prise d'essai (voir 7.2) sur une plaque chauffante ou au-dessus d'un brûleur à gaz (5.4) et chauffer progressivement jusqu'à la carbonisation de la prise d'essai. Placer ensuite la capsule à incinération dans le four à moufle (5.2), préalablement chauffé à (550 ± 25) °C, puis la laisser dans le four pendant au moins 3 h. Sinon, pour les matrices qui ne génèrent pas de projections, placer la capsule à incinération contenant la prise d'essai (voir 7.2) directement dans le four à moufle froid et utiliser un programme de chauffage progressif pour permettre à la prise d'essai d'être carbonisée avant que la température n'atteigne (550 ± 25) °C.

Il est recommandé d'utiliser un four équipé d'un régulateur de température programmable.

EXEMPLE Le gradient de température suivant peut être utilisé:

- ajouter les capsules à incinération dans le four à température ambiante;
- augmenter progressivement la température du four jusqu'à 250 °C pendant 2 h;
- maintenir la température à 250 °C pendant 1 h;

- augmenter progressivement la température du four jusqu'à 550 °C pendant 1 h;
- maintenir la température à 550 °C jusqu'à ce que les cendres deviennent gris-blanc (par exemple après 8 h).

Réaliser un examen visuel afin de déterminer si les cendres sont exemptes de particules carbonées. Si ce n'est pas le cas, placer de nouveau la capsule à incinération dans le four et la laisser pendant une heure supplémentaire. Si des particules carbonées sont encore visibles ou s'il existe un doute quant à leur présence, laisser refroidir les cendres, les humidifier avec de l'eau distillée, puis faire évaporer l'eau soigneusement dans l'étuve (5.3), dont la température est réglée à (103 ± 2) °C jusqu'à ce que les cendres soient sèches. Placer ensuite la capsule à incinération de nouveau dans le four et la faire chauffer pendant une heure supplémentaire. Laisser la capsule à incinération refroidir à la température ambiante dans le dessiccateur, puis la peser rapidement à 0,001 g près.

Les cendres brutes obtenues par le mode opératoire ci-dessus peuvent ensuite être utilisées pour le dosage des cendres insolubles dans l'acide chlorhydrique (voir l'ISO 5985^[3]).

8 Expression des résultats

La teneur en cendres brutes, w , exprimée sous la forme d'une fraction massique de l'échantillon pour essai, en pourcentage, est donnée comme indiqué dans la [Formule \(1\)](#):

$$w = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la capsule vide;

m_1 est la masse, en grammes, de la capsule contenant la prise d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, de la capsule et des cendres brutes;

Noter le résultat à 0,1 % près (fraction massique).

Si les analyses ont été réalisées en double, prendre comme résultat la moyenne arithmétique, à condition que l'exigence de répétabilité (voir [9.2](#)) soit respectée.

9 Fidélité

9.1 Essais interlaboratoires

Les détails des essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont donnés dans l'[Annexe A](#). Les valeurs sont comprises entre 15 g/kg et 200 g/kg. Toutefois il est généralement admis que la méthode s'applique également à des valeurs comprises entre 0 g/kg et 1 000 g/kg. Cinq plages ont donc été choisies pour définir la répétabilité et trois plages pour définir la reproductibilité (voir [Tableau 1](#)).

La méthode peut également être appliquée à d'autres matrices en plus de celles soumises aux essais interlaboratoires.

Tableau 1 — Limite de répétabilité (r) et limite de reproductibilité (R)

Échantillon	Cendres brutes g/kg	r %	R %
Farine de poisson	179,8	2,7	4,1
Tapioca	59,1	2,4	3,1
Farine de viande	175,5	2,5	5,4
Aliment pour porcelet	50,2	2,1	3,0
Aliment pour poulet de chair	42,7	0,9	2,1
Orge	19,6	1,0	1,8
Mélasses	119,9	3,6	8,8
Tourteau de pression de palmiste	35,8	0,7	1,5

9.2 Répétabilité

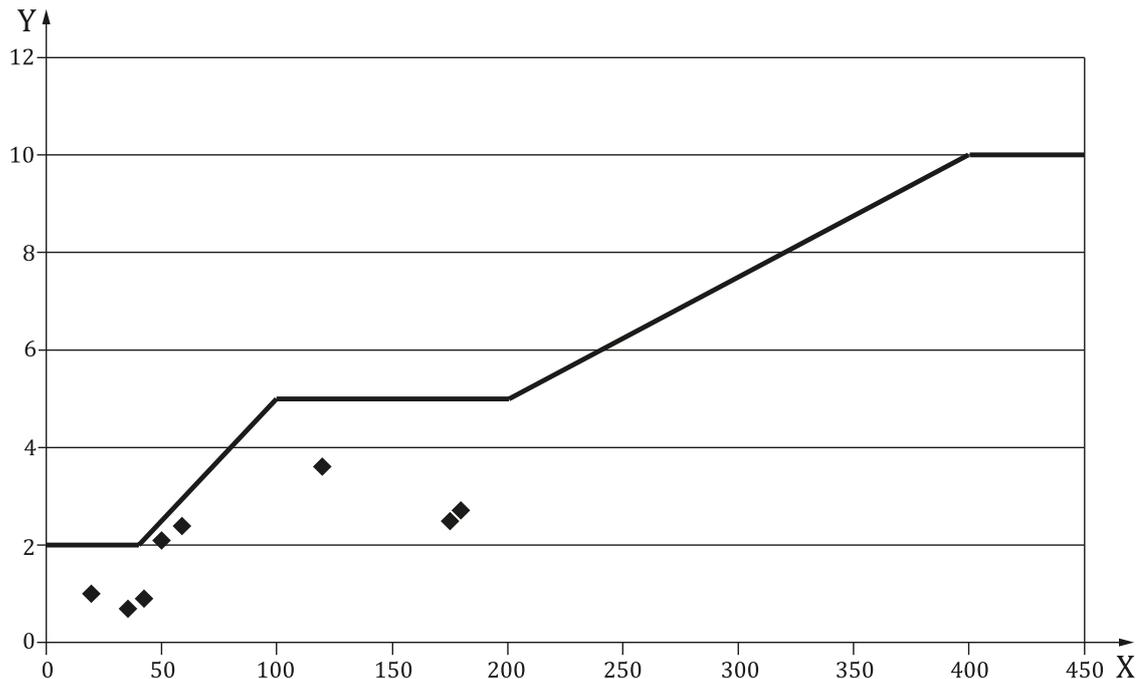
La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode, sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne dépassera la limite de répétabilité (r) que dans 5 % au plus des cas (voir [Figure 1](#)):

- 2 g/kg (différence absolue) pour des teneurs en cendres brutes inférieures à 40 g/kg;
- 5 % (différence relative) du résultat moyen pour des teneurs en cendres brutes comprises entre 40 g/kg et 100 g/kg;
- 5 g/kg (différence absolue) pour des teneurs en cendres brutes comprises entre 100 g/kg et 200 g/kg.

Dans la NF V 18-101^[5], les plages de répétabilité pour les valeurs moyennes des cendres brutes supérieures à 200 g/kg sont définies comme suit:

- 2,5 % (différence relative) du résultat moyen pour des teneurs en cendres brutes comprises entre 200 g/kg et 400 g/kg;
- 10 g/kg (différence absolue) pour des teneurs en cendres brutes supérieures à 400 g/kg.

Ces plages n'ont pas été soumises à essai pendant l'étude collaborative réalisée dans le cadre du présent document mais restent valables et peuvent être utiles pour des échantillons de routine.



Légende

X cendres brutes, en g/kg

◆ limite de répétabilité

Y r , en g/kg

— limite de répétabilité fixée

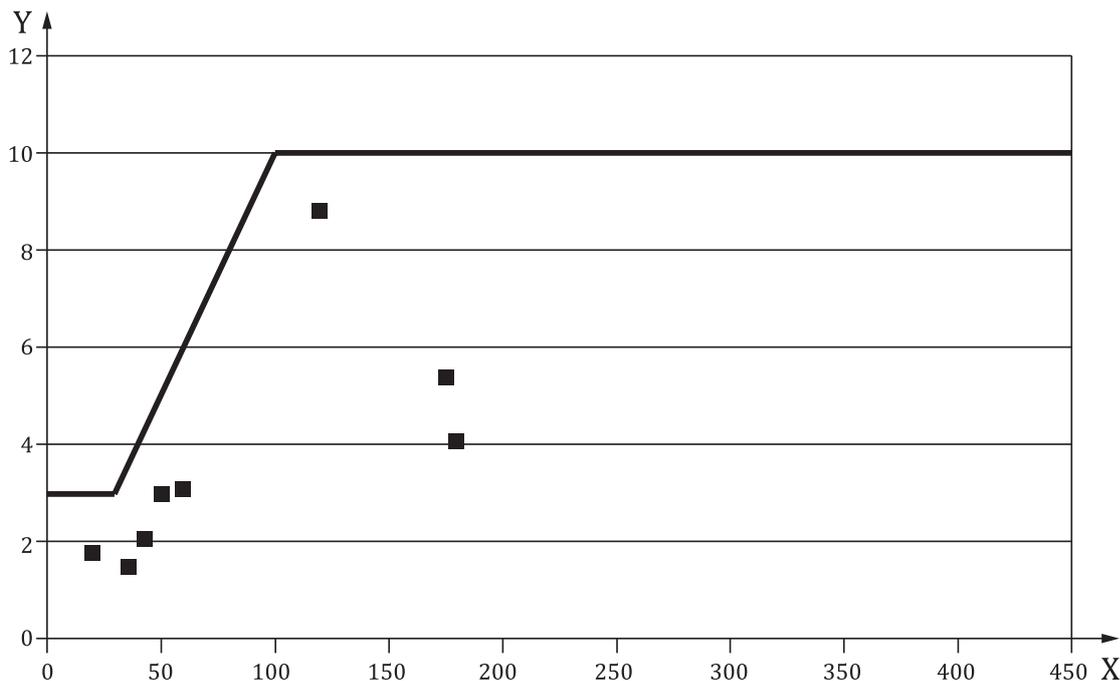
Figure 1 — Représentation graphique de la limite de répétabilité

9.3 Reproductibilité

ISO 5984:2022

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode, sur un matériau identique soumis à l'essai dans différents laboratoires, par différents opérateurs utilisant un appareillage différent, ne dépassera la limite de reproductibilité (R) indiquée que dans 5 % au plus des cas (voir [Figure 2](#)):

- 3 g/kg (différence absolue) pour des teneurs en cendres brutes inférieures à 30 g/kg;
- 10 % (différence relative) du résultat moyen pour des teneurs en cendres brutes comprises entre 30 g/kg et 100 g/kg;
- 10 g/kg (différence absolue) pour des teneurs en cendres brutes supérieures à 100 g/kg.



Légende

X cendres brutes, en g/kg

Y R, en g/kg

— limite de reproductibilité fixée

■ limite de reproductibilité

Figure 2 — Représentation graphique de la limite de reproductibilité

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier:

- a) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- c) la méthode d'essai utilisée, avec une référence au présent document, c'est à dire ISO 5984;
- d) toutes les informations opératoires détaillées non spécifiées dans le présent document ou considérées comme facultatives, ainsi que des informations détaillées sur tous les incidents susceptibles d'avoir eu un impact sur le ou les résultats;
- e) le ou les résultats d'essai obtenus;
- f) si la répétabilité a été vérifiée, les résultats finaux cités ayant été obtenus;
- g) la date de l'essai.