

**Caséines et caséinates****Détermination des teneurs en nitrates  
et en nitrites****Méthode par réduction au cadmium et spectrométrie**

E : Caseins and caseinates — Determination of nitrate and nitrite contents — Method by cadmium reduction and spectrometry

D : Caseine und Caseinate — Bestimmung des Nitrat- und Nitritgehaltes — Cadmium-Reduktionsverfahren und mittels Spektrometrie

**Norme française homologuée** par décision du Directeur Général de l'afnor le 5 novembre 1988 pour prendre effet le 5 décembre 1988.

Remplace la norme homologuée NF V 04-390 d'octobre 1985.

**correspondance**

La présente norme reproduit intégralement la Norme internationale ISO 8195 : 1987.

**analyse**

La présente norme fait partie d'un ensemble de normes applicables au lait et aux produits laitiers.

Cet ensemble est composé de normes traitant de :

- l'échantillonnage des produits,
- méthodes d'essais physiques et chimiques,
- vocabulaire,
- contrôle microbiologique,
- verrerie de laboratoire spécifique.

La présente norme traite plus particulièrement de la détermination des teneurs en nitrates et nitrites dans les caséines et caséinates.

**descripteurs**

**Thésaurus International Technique** : produit laitier, protéine, caséine, analyse chimique, dosage, nitrate, nitrite, méthode par réduction, cadmium, spectrométrie.

**modifications**

Par rapport à la norme homologuée de même indice d'octobre 1985, modifications uniquement d'ordre rédactionnel par reprise de la norme ISO.

**corrections**

## Membres de la commission de normalisation chargée du suivi des travaux internationaux relatifs à la présente norme

Président : M<sup>me</sup> IMBERT

Secrétaire : M<sup>me</sup> MÉNARD — AFNOR

M. AGNET	Laboratoire Départemental Analyses Agricoles CELIA S.A.	M <sup>me</sup> MELIK	Ministère de l'Agriculture — Direction Générale de l'Alimentation
M. ARROUY		M. MERCERON	Fromageries Paul RENARD
M. AVRIL		M. MOEHRLE	FRANCERECO S.A.
M. BAL FONTAINE	Produits Laitiers Riches Monts	M. MOISAN	CNIEL
M. BOURGUIGNON	Ministère Économie, Finances et du Budget CG d'UMA	M. MOUILLET	SSHA — ISHA
M <sup>me</sup> BUREL	FNCL	M. OLLE	DGCCRF — Laboratoire interrégional Montpellier
M. CHAMBON	Laboratoires WOLFF	M. PLOMBIN	DUMAS S.A.
M <sup>lle</sup> CHARDENON	Fromageries BEL	M. ROTEREAU	CNIEL
M <sup>me</sup> DUMAIN	Ministère Défense — SCERCAT	M. SAINT-GUILHEM	SOPAD-NESTLÉ
M <sup>me</sup> DUMONT	SIMGLA	M <sup>lle</sup> SCHWARTZMANN	Ministère Économie, Finances et du Budget DGCCRF Laboratoire de Massy
M. GALLACIER	Laiteries BRIDEL	M <sup>me</sup> SPAHIS	INRA Jouy en Josas
M. GUÉRIN	SILVI S.A.	M. TREILLAUD	Union Laitière Normande
M <sup>me</sup> IMBERT	Laboratoire Central d'Hygiène Alimentaire	M. UBC LUIGI	Ministère Défense — SCERCAT
M. LANDA	La Prospérité Fermière	M. VALLA	ORLAC
M. LAPIED	LABILAIT	M. VAN BAAR	Laboratoire AILP
M. LÉBOUVIER	BESNIER Gestion Planification		
M. MAURIN	Chambre Syndicale Nationale Fabricants Laits Concentrés		

## AVANT-PROPOS

### Références aux normes françaises

La correspondance entre les normes françaises et les normes internationales mentionnées aux chapitres 2 «Références» et 6 «Appareillage» est la suivante :

<i>Normes internationales</i>	<i>Normes françaises</i>
ISO 565	<i>pas de norme française équivalente</i>
ISO 648	NF B 35-305
ISO 707	NF V 04-150
ISO 835/1	NF B 35-306
ISO 1042	NF B 35-307

# Caséines et caséinates — Détermination des teneurs en nitrates et en nitrites — Méthode par réduction au cadmium et spectrométrie

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par réduction au cadmium et spectrométrie, pour la détermination des teneurs en nitrates et en nitrites des caséines et caséinates.

## 2 Référence

ISO 707, *Lait et produits laitiers — Méthodes d'échantillonnage*.

## 3 Définition

**teneurs en nitrates et nitrites des caséines et caséinates:**  
Teneurs en substances déterminées selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale et exprimées respectivement en milligrammes d'ion nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ) et d'ion nitrite ( $\text{NO}_2^-$ ) par kilogramme.

## 4 Principe

Mise en suspension des caséines ou caséinates dans de l'eau chaude, précipitation de la matière grasse et des protéines, et filtration.

Sur une portion du filtrat, réduction des nitrates extraits, à l'état de nitrite, au moyen de cadmium cuivré.

Développement d'une coloration rouge à partir de portions de filtrat non réduit et à partir de portions de filtrat réduit, par addition de sulfanilamide et de dichlorhydrate de *N*-(naphtyl-1)éthylène diamine, puis mesurage spectrométrique à une longueur d'onde de 538 nm.

Calcul de la teneur en nitrites de l'échantillon et de la teneur totale en nitrites après réduction des nitrates, par comparaison des absorbances mesurées avec celles d'une série de solutions étalons de nitrite de sodium; calcul de la teneur en nitrates à partir de la différence entre ces deux teneurs.

## 5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être distillée ou déionisée, exempte de nitrites et de nitrates.

NOTE — Dans le but d'éviter l'inclusion de petites bulles de gaz dans la colonne de cadmium cuivré (6.10), l'eau distillée ou déionisée, utilisée pour la préparation de la colonne (8.1), pour la vérification du pouvoir réducteur de la colonne (8.2) et pour la régénération de la colonne (8.3), doit être de préférence récemment bouillie puis refroidie à la température ambiante.

**5.1 Cadmium**, sous forme de granules, diamètre des particules 0,3 à 0,8 mm.

S'il n'est pas possible de se procurer dans le commerce des granules de cadmium, ceux-ci peuvent être préparés de la manière suivante :

Placer, dans un bécher, un nombre convenable de baguettes de zinc et les recouvrir avec une solution de sulfate de cadmium octahydraté ( $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) à 40 g/l. Gratter de temps en temps le cadmium spongieux déposé sur les baguettes et cela pendant une période de 24 h. Retirer les baguettes de zinc et décanter le liquide jusqu'à ce qu'il en reste seulement une quantité suffisante pour recouvrir le cadmium. Laver deux ou trois fois le cadmium spongieux avec de l'eau. Transférer le cadmium dans un broyeur de laboratoire avec 400 ml de solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) \approx 0,1$  mol/l, et broyer pendant quelques secondes, afin d'obtenir des granules de la dimension requise. Replacer le contenu du broyeur dans le bécher et l'y maintenir pendant plusieurs heures en agitant de temps en temps pour chasser les bulles. Décanter la majeure partie du liquide et procéder immédiatement au cuivrage comme décrit de 8.1.1 à 8.1.5.

**5.2 Sulfate de cuivre(II)**, solution.

Dissoudre 20 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

**5.3 Acide chlorhydrique**, solution,  $c(\text{HCl}) \approx 2$  mol/l.

Diluer 160 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho_{20} 1,19$  g/ml) à 1 000 ml avec de l'eau.

**5.4 Acide chlorhydrique**, solution,  $c(\text{HCl}) \approx 0,1$  mol/l.

Diluer 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) à 1 000 ml avec de l'eau.