

NORME FRANÇAISE
HOMOLOGUÉE

FRUITS, LÉGUMES
ET PRODUITS DÉRIVÉS
**DÉTERMINATION DES TENEURS
EN NITRITES ET EN NITRATES**

NF
V 05-121
Mars 1979

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme décrit une méthode de détermination des teneurs en nitrites et en nitrates dans les fruits, les légumes et leurs produits dérivés.

2 PRINCIPE

2.1 Extraction à l'eau chaude d'une prise d'essai, précipitation des protéines par l'hexacyanoferrate de potassium et l'acétate de zinc, puis filtration.

2.2 Nitrites

Addition à une portion du filtrat (2.1) d'acide sulfanilique et de chlorhydrate d'alphanaphtylamine et mesurage photométrique de la coloration rouge obtenue en présence de nitrites.

Calcul de la teneur en nitrites de l'échantillon par comparaison des absorbances mesurées, avec celles d'une série de solutions étalons de nitrite de sodium.

2.3 Nitrates

Sur une nouvelle portion du filtrat (2.1) réduction des nitrates en nitrites par du cadmium métallique et filtration.

Détermination des nitrites totaux selon 2.2 sur le filtrat obtenu.

Calcul de la teneur en nitrates à partir de la teneur totale en nitrites diminuée de la teneur initiale en nitrites.

3 RÉACTIFS

Tous les réactifs utilisés doivent être de pureté analytique reconnue ; de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente doit être utilisée.

3.1 Solution saturée de borax

Dissoudre 50 g de tétraborate de sodium décahydraté $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ dans un litre d'eau tiède et laisser refroidir à la température ambiante.

3.2 Solution d'hexacyanoferrate de potassium

Dissoudre dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 106 g d'hexacyanoferrate de potassium trihydraté $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ dans de l'eau et ajuster au trait repère avec de l'eau.

Homologuée au J.O.
du 1979-03-01
pour prendre effet
le 1979-03-01

© AFNOR 1979
Droits de reproduction
et de traduction réservés
pour tous pays

3.3 Solution d'acétate de zinc

Dissoudre dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 220 g d'acétate de zinc dihydraté $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ et 30 ml d'acide acétique cristallisable dans de l'eau. Ajuster au trait-repère avec de l'eau.

3.4 Réactif pour le développement de la couleur (Réactif de Griess)

3.4.1 Solution I. Dissoudre dans une fiole jaugée de 100 ml et par chauffage au bain d'eau bouillante 0,6 g d'acide sulfanilique $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{H}_2\text{O}$ dans 20 ml d'acide acétique cristallisable et 40 ml d'eau.

Ajuster au trait-repère avec de l'eau.

3.4.2 Solution II. Dissoudre dans une fiole jaugée de 100 ml et par chauffage au bain d'eau bouillante, 0,03 g de chlorhydrate d'alphanaphtylamine $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}_2\text{HCl}$ dans 10 ml d'eau. Refroidir et ajouter 20 ml d'acide acétique cristallisable. Filtrer si nécessaire.

Ajuster au trait-repère avec de l'eau.

NOTE : MANIPULER LA SOLUTION II AVEC SOIN EN ÉVITANT LE CONTACT AVEC LA PEAU.

Conserver les deux solutions dans des flacons brun foncé bien bouchés.

3.4.3 Mélanger extemporanément à parties égales la solution I (3.4.1) et la solution II (3.4.2).

3.5 Zinc en plaques ou éventuellement en baguettes de 15 cm de longueur et 5-7 cm de largeur ou de diamètre.

3.6 Sulfate de cadmium

Dissoudre dans une fiole conique 20 g de sulfate de cadmium ($3 \text{CdSO}_4 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$) dans 100 ml environ d'eau.

3.7 Cadmium préparé comme suit :

Mettre 3 à 5 plaques ou baguettes de zinc (3.5) dans la solution de sulfate de cadmium (3.6). Agiter de temps en temps pour faire tomber le cadmium métallique déposé. Après 8 à 12 h décanter la solution et laver le dépôt deux fois avec de l'eau en prenant soin de conserver le cadmium à l'abri de l'air. Transvaser le dépôt dans un broyeur (4.10) et mettre en marche pendant 10 à 15 s afin d'obtenir une poudre fine. Mettre cette poudre dans 500 ml d'une solution d'acide chlorhydrique 0,1 N environ. Laisser reposer 12 h en agitant de temps en temps avec une baguette de verre. Laver à l'eau à plusieurs reprises juste avant l'emploi.

3.8 Solution tampon ammoniacale pH 9,6

Dissoudre dans un bécher 37,4 g de chlorure d'ammonium NH_4Cl dans 900 ml environ d'eau.

Ajuster le pH de cette solution à pH 9,6 avec une solution concentrée d'hydroxyde d'ammonium $\rho_{20} = 0,88 \text{ g/ml}$.

Transvaser cette solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et ajuster au trait-repère avec de l'eau.

3.9 Solution étalon de nitrite de sodium préparée comme suit :

3.9.1 Dissoudre 2 g, pesés à 1 mg près, de nitrite de sodium dans 50 ml d'eau ; transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, bien agiter et ajuster au trait-repère avec de l'eau.