

éditée par l'association française de normalisation (afnor) — tour europe cedex 7 92080 paris la défense — tél. (1) 778-13-26

NORME FRANÇAISE HOMOLOGUÉE	FROMAGES DÉTERMINATION DES TENEURS EN NITRATES ET EN NITRITES Méthode par réduction au cadmium et photométrie	NF V 04-290 Février 1985 ISO 4099
<p>AVANT-PROPOS</p> <p><i>À sa date de publication, la présente norme reproduit intégralement la norme internationale ISO 4099-1984.</i></p> <p><i>La norme ISO citée au chapitre 2 « Référence » fait l'objet de la norme française NF V 04-150. Elle est actuellement au stade de projet (révision de l'ISO/R 707-1968).</i></p>		
Homologuée par décision du 1985-01-20 effet le 1985-02-20	La présente norme remplace la norme homologuée de même indice de mars 1979	© afnor 1985 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays

1 Objet et domaine d'application

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

La méthode est applicable aux fromages à pâte ferme, demi-ferme et à pâte molle, de divers âges, ainsi qu'aux fromages fondus.

Les limites de détection de la méthode sont de 5 mg de nitrates par kilogramme et de 0,5 mg de nitrites par kilogramme.

2 Référence

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

3 Définition

nitrates et nitrites des fromages : Teneurs en substances déterminées selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale et exprimées respectivement en milligrammes d'ion nitrate (NO_3^-) et d'ion nitrite (NO_2^-) par kilogramme.

4 Principe

Extraction du fromage avec de l'eau chaude, précipitation de la matière grasse et des protéines, et filtration.

Sur une portion du filtrat, réduction, à l'état de nitrites, des nitrates extraits, 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 photométrique 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 de l'eau 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 granulés, diamètre des particules 0,3 à 0,8 mm.

S'il n'est pas possible de se procurer dans le commerce des granulés 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 durant 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 à 0,1 mol/l et broyer durant quelques secondes afin d'obtenir des granules de la dimension requise. Replacer le contenu du broyeur dans le bécher et l'y maintenir durant 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 Solution tampon, de pH 9,6 à 9,7.

Diluer 50 ml d'acide chlorhydrique concentré [ρ_{20} 1,19 g/ml; solution à environ 38 % (*m/m*)] avec 600 ml d'eau. Après

mélange, ajouter 135 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (ρ_{20} 0,91 g/ml contenant environ 25 % (m/m) NH_3). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE Si l'hydroxyde d'ammonium n'est pas disponible à cette concentration, une quantité équivalente d'une solution plus concentrée peut être utilisée, par exemple 100 ml de solution à 35 % (m/m) (ρ_{20} 0,88 g/ml).

Ajuster le pH de 9,6 à 9,7 si nécessaire.

5.4 Acide chlorhydrique, environ 2 mol/l.

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

5.5 Acide chlorhydrique, environ 0,1 mol/l.

Diluer 50 ml d'acide chlorhydrique (5.4) à 1 000 ml avec de l'eau.

5.6 Solutions pour la précipitation des protéines et de la matière grasse.

5.6.1 Sulfate de zinc, solution.

Dissoudre 53,5 g de sulfate de zinc heptahydraté ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et compléter à 100 ml.

5.6.2 Hexacyanoferrate(III) de potassium, solution.

Dissoudre 17,2 g d'hexacyanoferrate(III) de potassium trihydraté [$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] dans de l'eau et compléter à 100 ml.

5.7 EDTA, solution.

Dissoudre 33,5 g d'éthylène diamine tétraacétate disodique dihydraté ($\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

5.8 Solutions pour le développement de la coloration.

5.8.1 Solution I.

Dissoudre, en chauffant au bain d'eau, 0,5 g de sulfanilamide ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) dans un mélange constitué par 75 ml d'eau et 5 ml d'acide chlorhydrique concentré (ρ_{20} 1,19 g/ml). Refroidir à la température ambiante et compléter à 100 ml avec de l'eau. Filtrer si nécessaire.

5.8.2 Solution II.

Diluer 450 ml d'acide chlorhydrique concentré (ρ_{20} 1,19 g/ml) à 1 000 ml avec de l'eau.

5.8.3 Solution III.

Dissoudre 0,1 g de dichlorhydrate de *N*-(naphtyl-1) éthylène diamine ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$) dans de l'eau. Compléter à 100 ml avec de l'eau. Filtrer si nécessaire.

La solution peut être conservée jusqu'à 1 semaine au réfrigérateur, dans un récipient en verre brun bien bouché.

5.9 Nitrite de sodium, solution étalon, correspondant à 0,001 g d'ion nitrite par litre.

Le jour de l'utilisation, dissoudre 0,150 g de nitrite de sodium (NaNO_2), préalablement séché de 110 à 120 °C jusqu'à masse constante, dans de l'eau; compléter à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée et homogénéiser.

Diluer 10 ml de cette solution avec 20 ml de la solution tampon (5.3), compléter ensuite à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1,00 µg de NO_2^- .

5.10 Nitrate de potassium, solution étalon, correspondant à 0,004 5 g d'ion nitrate par litre.

Dissoudre 1,468 g de nitrate de potassium (KNO_3), préalablement séché de 110 à 120 °C jusqu'à masse constante, dans de l'eau; compléter à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée et homogénéiser.

Le jour de l'utilisation, diluer 5 ml de cette solution avec 20 ml de la solution tampon (5.3), compléter ensuite à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 4,50 µg de NO_3^- .

6 Appareillage

Toute la verrerie doit être soigneusement lavée et rincée avec de l'eau distillée pour être certain qu'elle est exempte de nitrates et de nitrites.

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Balance analytique.

6.2 Dispositif de broyage approprié.

6.3 Mixeur-homogénéiseur de laboratoire, avec récipients en verre de 250 ou 400 ml de capacité.

6.4 Fioles coniques, de 250 ml de capacité.

6.5 Fioles jaugées à un trait, de 100; 500 et 1 000 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 1042, classe B.

6.6 Pipettes, permettant de délivrer 2; 4; 5; 6; 8; 10; 12; 20; et 25 ml, conformes aux spécifications de l'ISO 648, classe A, ou de l'ISO 835/1.

NOTE — Le cas échéant, des burettes peuvent être utilisées à la place des pipettes.

6.7 Éprouvettes graduées, de 5; 10; 25; 100; 250; 500 et 1 000 ml de capacité.