

Fromage de sérum

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

E : Whey cheese — Determination of nitrate and nitrite contents — Method by cadmium reduction and spectrometry

D : Molkenkäse — Bestimmung des Nitrat- und Nitritgehalts — Cadmiumreduktion und spektrometrisches Verfahren

Norme française homologuée par décision du Directeur Général de l'afnor le 5 septembre 1989 pour prendre effet le 5 octobre 1989.

correspondance

La présente norme reproduit intégralement la Norme internationale ISO 6739 : 1988.

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 de la teneur en nitrates et en nitrites dans le fromage de sérum selon une méthode par réduction au cadmium et spectrométrie.

descripteurs

Thésaurus International Technique : produit agricole, produit alimentaire, produit laitier, fromage, analyse chimique, dosage, nitrate, nitrite, méthode spectrométrique.

modifications**corrections**

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

Président : MME IMBERT

Secrétaire : M JEANSON — AFNOR

M	AGNET	Laboratoire Départemental Analyses Agricoles de Poligny	MME	MELIK	Ministère de l'Agriculture — Direction Générale de l'Alimentation
M	ARROUY	Celia SA	M	MERCERON	Fromageries Paul Renard
M	BAL FONTAINE	Produits Laitiers Riches Monts	M	MOEHRLE	Francereco SA
M	BOURGUIGNON	Ministère de l'Economie, des Finances et du Budget CGd'UMA	M	MOISAN	Centre National Interprofessionnel de l'Economie Laitière — CNIEL
MME	BUREL	Fédération Nationale des Coopératives Laitières — FNCL	M	MOUILLET	Société Scientifique d'Hygiène Alimentaire Institut Scientifique d'Hygiène Alimentaire — SSHA — ISHA
M	CHAMBON	Laboratoires Wolff	M	MUQUET	Institut Scientifique d'Hygiène Alimentaire
MLLE	CHARDENON	Fromageries Bel	M	OLLE	Ministère de l'Economie, des Finances et du Budget — DGCCRF — Laboratoire Interrégional de Montpellier
M	DESNOUVEAUX	Union Laitière Normande	M	PLOMBIN	Dumas SA
MME	DUMAIN	Ministère de la Défense — SCERCAT	M	ROTEREAU	Centre National Interprofessionnel de l'Economie Laitière — CNIEL
MME	DUMONT	Simgla	M	SAINT-GUILHEM	Sopad-Nestlé
MME	DUPONT	Ministère de l'Economie, des Finances et du Budget — DGCCRF — Laboratoire de Massy	MME	SPAHIS	Institut National de la Recherche Agronomique INRA Jouy en Josas
M	GALLACIER	Laiteries Bridel	M	VBC LUIGI	Ministère de la Défense — SCERCAT
MME	GIRARD	Laboratoire Cobac	M	VALLA	Orlac
M	GUERIN	Silvi SA	M	VAN BAAR	Laboratoire Ailp
MME	IMBERT	Laboratoire Central d'Hygiène Alimentaire — LCHA			
M	LANDA	La Prospérité Fermière			
M	LAPIED	Labilait			
M	LEBOUVIER	Besnier Gestion Planification			
M	MAURIN	Chambre Syndicale Nationale des Fabricants de Laits Concentrés			

AVANT-PROPOS*Références aux normes françaises*

La correspondance entre les normes françaises et les normes internationales mentionnées au chapitre 2 «Référence normative», aux paragraphes 6.6 «Fioles jaugées à un trait» et 6.7 «Pipettes» sont les suivantes :

ISO 707	: NF V 04-150
ISO 1042	: NF B 35-307
ISO 648	: NF B 35-305
ISO 835-1, -2, -3, -4,	: NF B 35-306

Fromage de sérum — Détermination des teneurs en nitrates et en nitrites — Méthode par réduction au cadmium et spectrométrie

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination des teneurs en nitrates et en nitrites du fromage de sérum.

La méthode est applicable à toutes les sortes de fromage de sérum.

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 normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication de cette norme, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 707 : 1985, *Lait et produits laitiers — Méthodes d'échantillonnage*.

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

teneurs en nitrates et nitrites du fromage de sérum : Fractions en masse des substances déterminées selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

Elles sont exprimées respectivement en milligrammes d'ion nitrate (NO_3^-) et d'ion nitrite (NO_2^-) par kilogramme.

4 Principe

Extraction du fromage de sérum 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 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 de l'eau distillée ou déionisée, exempte de nitrates et de nitrites.

NOTE — Dans le but d'éviter l'inclusion de petites bulles de gaz dans la colonne de cadmium cuivré (6.11), il convient que l'eau distillée ou déionisée, utilisée pour la préparation de la colonne (9.1), pour la vérification du pouvoir réducteur de la colonne (9.2) et pour la régénération de la colonne (9.3), soit de préférence récemment bouillie puis refroidie à la température ambiante.

5.1 Cadmium, sous forme de granulés de diamètre 0,3 mm 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 béccher, un nombre convenable de baguettes de zinc et les recouvrir avec une solution de sulfate de cadmium octohydraté ($\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) 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 granulés de la dimension requise. Replacer le contenu du broyeur dans le béccher 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 9.1.1 à 9.1.5.