

## Lactosérum en poudre

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

E : Dried whey — Determination of nitrate and nitrite contents — Method by cadmium reduction and spectrometry

D : Trockenmolke — Bestimmung des Nitrat- und Nitritgehalts — Verfahren mit Kadmiumreduzierung und Spektrometrie

**Norme française homologuée** par décision du Directeur Général de l'afnor le 5 octobre 1986 pour prendre effet le 5 novembre 1986.

**correspondance**

La présente norme reproduit intégralement la norme internationale ISO 6740-1985.

**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 en nitrites par réduction au cadmium et spectrométrie du lactosérum en poudre.

**descripteurs**

**Thésaurus International Technique** : produit laitier, lait, lactosérum, analyse chimique, dosage, nitrate, nitrite, spectrométrie, réduction chimique, cadmium.

**modifications****corrections**

---

Lactosérum en poudre

**NF ISO 6740**

**Détermination des teneurs en nitrates  
et en nitrites**

Novembre 1986

Méthode par réduction au cadmium et spectrométrie

Indice de classement : V 04-292

---

**AVANT-PROPOS**

*Les normes internationales citées respectivement aux chapitres : 1 «Objet et domaine d'application», 2 «Référence» et aux paragraphes 6.5 et 6.6, correspondent aux normes françaises :*

*ISO 6736 = NF V 04-351*

*ISO 6739 = NF V 04-291*

*ISO 707 = NF V 04-150*

*ISO 1042 = NF B 35-307*

*ISO 648 = NF B 35-305*

*ISO 835 = NF B 35-306*

# Lactosérum en poudre — 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 du lactosérum en poudre.

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

NOTE — Des méthodes de détermination des teneurs en nitrates et en nitrites du lait sec et du fromage de sérum sont spécifiées respectivement dans l'ISO 6736 et l'ISO 6739.

## 2 Référence

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

## 3 Définition

**teneurs en nitrates et nitrites du lactosérum en poudre :** 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

Dissolution du lactosérum en poudre dans de l'eau chaude, précipitation de la matière grasse et des protéines, et filtration.

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

Développement d'une coloration rouge à partir de portions de filtrat non réduit et de la solution réduite, 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 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 désionisée, 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 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. Au cours des 24 h suivantes, gratter de temps en temps le cadmium spongieux déposé sur les baguettes. 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 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 [ $\rho_{20}$  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 [ $\rho_{20}$  0,91 g/ml; solution à environ 25 % (*m/m*)]. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.