
Norme internationale



6635

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en nitrite et en nitrate — Méthode spectrométrique d'absorption moléculaire

Fruits, vegetables and derived products — Determination of nitrite and nitrate content — Molecular absorption spectrometric method

Première édition — 1984-11-01

(standards.iteh.ai)

[ISO 6635:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6a3139c-7365-4c1c-9644-00c002bb894b/iso-6635-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6a3139c-7365-4c1c-9644-00c002bb894b/iso-6635-1984>

CDU 634/635 : 543.42 : 536.173/ .175

Réf. n° : ISO 6635-1984 (F)

Descripteurs : produit agricole, fruit, légume, produit dérivé des fruits et légumes, analyse chimique, dosage, nitrite, nitrate, méthode spectrochimique.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6635 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

[ISO 6635:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6a3139c-7365-4c1c-9644-00c002bb894b/iso-6635-1984>

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en nitrite et en nitrate — Méthode spectrométrique d'absorption moléculaire

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en nitrite et en nitrate des fruits, des légumes et des produits dérivés.

2 Principe

2.1 Dosage de nitrite

Extraction à l'eau chaude d'une prise d'essai, précipitation des protéines par l'hexacyanoferrate(III)¹⁾ de potassium et l'acétate de zinc, et filtration du précipité. Addition de chlorure de sulfanilamide et de dichlorhydrate de *N*-(naphthyl-1) éthylène diamine au filtrat, et mesurage spectrométrique du complexe rouge obtenu en présence de nitrite, à une longueur d'onde de 538 nm.

2.2 Dosage de nitrate

Extraction à l'eau chaude d'une prise d'essai, précipitation des protéines par l'hexacyanoferrate(III)¹⁾ de potassium et l'acétate de zinc, et filtration du précipité. Réduction du nitrate extrait dans le filtrat en nitrite, par du cadmium métallique. Addition de chlorure de sulfanilamide et de dichlorhydrate de *N*-(naphthyl-1) éthylène diamine au filtrat, et mesurage spectrométrique du complexe rouge obtenu en présence de nitrite, à une longueur d'onde de 538 nm.

3 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

3.1 Tétraborate disodique, solution saturée.

Dans 1 000 ml d'eau tiède, dissoudre 50 g de tétraborate disodique décahydraté ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) et laisser refroidir à la température ambiante.

3.2 Hexacyanoferrate(III) de potassium, solution.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 106 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 au trait repère avec de l'eau.

3.3 Acétate de zinc, solution.

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

3.4 Réactif pour le développement de la coloration.

NOTE — Les solutions I et II peuvent être conservées dans des flacons brun foncé bien fermés, au réfrigérateur durant une semaine.

3.4.1 Solution I.

Dans une fiole jaugée de 200 ml, introduire 0,4 g de sulfanilamide, les dissoudre dans environ 160 ml d'eau en chauffant au bain d'eau bouillante. Refroidir et filtrer si nécessaire, ajouter alors tout en agitant 20 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$). Ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

3.4.2 Solution II.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 0,1 g de *N*-(naphthyl-1)-éthylène diamine ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$). Ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

3.4.3 Solution III.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire 445 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$), ajuster au trait repère avec de l'eau.

3.5 Zinc, en baguettes d'environ 150 mm de longueur et de 5 à 7 mm de diamètre.

3.6 Sulfate de cadmium, solution.

Dans une fiole jaugée de 200 ml, dissoudre 40 g de sulfate de cadmium octohydraté ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et compléter au trait repère.

3.7 Cadmium.

Dans un bécher de 250 ml (forme haute) contenant 200 ml de la solution de sulfate de cadmium (3.6), introduire les baguettes de zinc (3.5), en grattant régulièrement à l'aide de la spatule (4.1.7) le cadmium réduit pendant 1 h.

1) Anciennement appelé ferrocyanure de potassium.

Pulvériser dans le bécher à l'aide de l'agitateur (4.1.8). Traiter le cadmium recueilli sur les baguettes de zinc, avant chaque utilisation, avec de l'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}^{1)}$, puis laver à plusieurs reprises avec de l'eau.

Réduire en poudre le cadmium recueilli et le conserver dans de l'eau.

3.8 Solution tampon ammoniacale, pH 9,6.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 37,4 g de chlorure d'ammonium (NH_4Cl) dans environ 900 ml d'eau. Ajuster la solution à pH 9,6 avec une solution concentrée d'hydroxyde d'ammonium, $\rho_{20} = 0,88 \text{ g/ml}$, et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.9 Nitrite de sodium, solution étalon.

Peser, à 1 mg près, 3 g de nitrite de sodium (NaNO_2)²⁾ préalablement séché à $115 \pm 5 \text{ °C}$ jusqu'à masse constante, et les dissoudre dans 50 ml d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, bien agiter et compléter au trait repère.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 5 ml de cette solution, les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère.

1 ml de cette solution étalon contient $10 \mu\text{g}$ d'ion nitrite (NO_2^-).

Cette solution est instable et doit être préparée extemporanément.

4 Détermination de la teneur en nitrite

4.1 Appareillage

Toute la verrerie doit être soigneusement lavée et rincée avec de l'eau distillée ou déionisée, afin de s'assurer qu'elle est exempte de nitrites et nitrates.

Matériel courant de laboratoire, et notamment.

4.1.1 Fioles jaugées, de 50 et 200 ml de capacités, conformes aux spécifications de l'ISO 1042.

4.1.2 Bêchers, de 200 ml de capacité.

4.1.3 Pipettes jaugées, de 1; 2; 3; 5 et 10 ml de capacités, conformes aux spécifications de l'ISO 648.

4.1.4 Papier filtre plissé, exempt de nitrite.

4.1.5 Fioles coniques, de 25 ml de capacité, munies de bouchons rodés en verre.

4.1.6 Bain d'eau bouillante.

4.1.7 Spatule, dont le bout est recouvert de PTFE.

4.1.8 Agitateur, à bout aplati et recouvert de PTFE.

4.1.9 Spectromètre, à sélecteur de radiations à variation continue ou discontinue, permettant des mesurages à une longueur d'onde de 538 nm, équipé de cuves de 1 cm d'épaisseur.

4.1.10 Balance analytique.

4.2 Mode opératoire

4.2.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre bien homogène l'échantillon pour laboratoire. Si nécessaire, retirer au préalable les noyaux et loges carpellaires et passer au broyeur mécanique.

Laisser décongeler en vase clos les produits congelés ou surgelés et ajouter le liquide formé au cours de ce processus au produit avant l'homogénéisation.

4.2.2 Prise d'essai

Prélever, à l'aide d'une pipette (4.1.3), 1 à 10 ml, ou peser 1 à 10 g, de l'échantillon pour essai (4.2.1), selon la teneur prévue en nitrite.

4.2.3 Préparation du filtrat

Transvaser quantitativement la prise d'essai (4.2.2) dans l'un des bêchers (4.1.2), et ajouter 5 ml de la solution de tétraborate disodique (3.1) et environ 100 ml d'eau chaude (70 à 80 °C).

Chauffer le bécher durant 15 min sur le bain d'eau bouillante (4.1.6), en agitant de temps en temps. Ajouter 2 ml de la solution d'hexacyanoferrate(II) de potassium³⁾ (3.2), puis 2 ml de la solution d'acétate de zinc (3.3), en agitant après chaque addition.

Refroidir. Transvaser quantitativement la solution dans l'une des fioles jaugées de 200 ml (4.1.1), rincer et compléter au trait repère avec les eaux de rinçage. Agiter.

Filtrer à travers un papier filtre plissé (4.1.4) et, au besoin, répéter la filtration jusqu'à l'obtention d'un liquide limpide.

4.2.4 Détermination

Prélever, à l'aide d'une pipette (4.1.3), une partie aliquote du filtrat (10 ml au moins) et l'introduire dans une fiole jaugée de 50 ml (4.1.1). Amener à environ 30 ml par addition d'eau.

1) Jusqu'à présent désignée «solution 0,1 N».

2) Il peut être nécessaire de vérifier la pureté de ce réactif.

3) Anciennement appelé ferrocyanure de potassium.

Ajouter, à l'aide d'une pipette (4.1.3), 5 ml de la solution I (3.4.1), puis 3 ml de la solution III (3.4.3) et mélanger.

Garder la solution à l'abri de la lumière et à la température ambiante.

Ajouter 1 ml de la solution II (3.4.2). Homogénéiser et garder la solution à l'abri de la lumière et à la température ambiante pendant 3 min. Ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Dans les 15 min qui suivent, mesurer l'absorbance de la solution au moyen du spectromètre (4.1.9).

Soustraire de la valeur trouvée l'absorbance de la solution de l'essai à blanc (4.2.5), et lire la masse de nitrite sur la courbe d'étalonnage (voir 4.2.6).

4.2.5 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en remplaçant la prise d'essai par 10 ml d'eau, et en opérant comme décrit en 4.2.3 et 4.2.4.

4.2.6 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de six fioles jaugées de 50 ml (4.1.1), introduire 0; 0,5; 1; 2; 2,5 et 3 ml de la solution étalon de nitrite de sodium (3.9), et respectivement 30; 29,5; 29; 28; 27,5 et 27 ml d'eau. Procéder comme spécifié en 4.2.4, à partir du deuxième alinéa.

Tracer une courbe en portant, en abscisses, les masses de nitrite, en microgrammes, contenues dans les solutions d'étalonnage et, en ordonnées, les absorbances correspondantes mesurées au spectromètre (4.1.9).

4.3 Expression des résultats

4.3.1 Mode de calcul et formule

La teneur en nitrite, exprimée en milligrammes d'ion nitrite (NO_2^-) par kilogramme ou par litre de produit, est donnée dans la formule

$$m_1 \times \frac{200}{V_1 \times m_0}$$

ou

$$m_1 \times \frac{200}{V_1 \times V_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (4.2.2);

m_1 est la masse, en microgrammes, d'ion nitrite (NO_2^-) contenue dans la partie aliquote (V_1) du filtrat (voir 4.2.4), lue sur la courbe d'étalonnage (voir 4.2.6);

V_0 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (4.2.2);

V_1 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote du filtrat prélevée pour la détermination (4.2.4).

4.3.2 Reproductibilité

La différence entre les résultats obtenus dans deux laboratoires différents, sur le même échantillon, ne doit pas dépasser 3 % (en valeur relative).

5 Détermination de la teneur en nitrate

5.1 Appareillage

Appareillage spécifié en 4.1, et

5.1.1 Agitateur mécanique vertical.

5.1.2 Papier filtre, pour filtration lente, exempt de nitrite et de nitrate.

5.2 Mode opératoire

5.2.1 Préparation de l'échantillon pour essai, prise d'essai et préparation du filtrat

Opérer comme décrit en 4.2.1, 4.2.2 et 4.2.3.

5.2.2 Détermination

Prélever, à l'aide d'une pipette (4.1.3), une partie aliquote du filtrat (10 ml ou moins)¹⁾ et l'introduire dans l'une des fioles coniques de 25 ml (4.1.5) dans laquelle ont été préalablement placés environ 2 g du cadmium (3.7) et 5 ml de la solution tampon (3.8). Boucher la fiole et agiter verticalement durant 5 min à l'aide de l'agitateur mécanique (5.1.1).

Filter à travers du papier filtre (5.1.2), en recueillant le filtrat dans l'une des fioles jaugées de 50 ml (4.1.1). Rincer le papier filtre à plusieurs reprises avec de petites quantités d'eau, en recueillant les eaux de rinçage dans la fiole. Compléter au trait repère.

Procéder au dosage du nitrite total comme décrit dans les cinq premiers alinéas de 4.2.4, en utilisant 10 ml de la solution d'essai.

Soustraire de la valeur trouvée l'absorbance de la solution de l'essai à blanc (5.2.3), et lire la masse totale de nitrite sur la courbe d'étalonnage (voir 4.2.6).

5.2.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en remplaçant la prise d'essai par 10 ml d'eau, et en opérant comme décrit en 5.2.1 et 5.2.2.

1) Cette partie aliquote doit contenir entre 30 et 120 μg d'ion nitrate (NO_3^-).

5.3 Expression des résultats

5.3.1 Mode de calcul et formule

La teneur en nitrate, exprimée en milligrammes d'ion nitrate (NO_3^-) par kilogramme ou par litre de produit, est donnée par la formule

$$1,348 \left(\frac{m_2 \times 10\,000}{V_3 \times V_2 \times m_0} - \frac{m_1 \times 200}{V_1 \times m_0} \right)$$

ou

$$1,348 \left(\frac{m_2 \times 10\,000}{V_3 \times V_2 \times V_0} - \frac{m_1 \times 200}{V_1 \times V_0} \right)$$

où

m_2 est la masse totale de nitrite, en microgrammes d'ion nitrite (NO_2^-) contenue dans le volume (V_2) de la solution d'essai (voir 5.2.2), lue sur la courbe d'étalonnage (voir 4.2.6);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'essai (voir 5.2.2), prélevé pour le mesurage spectrométrique;

V_3 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote du filtrat prélevé pour la préparation de la solution d'essai (voir 5.2.2);

m_0 , m_1 , V_0 et V_1 ont les mêmes significations qu'en 4.3.1;

1,348 est le rapport de la masse moléculaire relative de l'ion nitrate (NO_3^-) à celle de l'ion nitrite (NO_2^-).

5.3.2 Reproductibilité

Voir 4.3.2.

6 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus, en précisant clairement le mode d'expression utilisé. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

(standards.iteh.ai)

ISO 6635:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6a3139c-7365-4c1c-9644-00c002bb894b/iso-6635-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6635:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6a3139c-7365-4c1c-9644-00c002bb894b/iso-6635-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6635:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6a3139c-7365-4c1c-9644-00c002bb894b/iso-6635-1984>