

NORME INTERNATIONALE

ISO
8195

Première édition
1987-03-15



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

Caséines et caséinates — Détermination des teneurs en nitrates et en nitrites — Méthode par réduction au cadmium et spectrométrie

Caseins and caseinates — Determination of nitrate and nitrite contents — Method by cadmium reduction and spectrometry

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8195:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7189743-ff84-4ec6-85c1-1d3514040d93/iso-8195-1987>

Numéro de référence
ISO 8195 : 1987 (F)

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 normalement 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 8195 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

NOTE — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale a été élaborée conjointement avec la Fédération internationale de laiterie (FIL) et l'Association des chimistes analytiques officiels (AOAC) et sera également publiée par ces organisations.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Caséines et caséinates — 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 des caséines et caséinates.

2 Référence

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

3 Définition

teneurs en nitrates et nitrites des caséines et caséinates
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

Mise en suspension des caséines ou caséinates dans de l'eau chaude, précipitation de la matière grasse et des protéines, et filtration.

Sur une portion du filtrat, réduction des nitrates extraits, à l'état de nitrite, 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 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 granules, diamètre des particules 0,3 à 0,8 mm.

S'il n'est pas possible de se procurer dans le commerce des granules 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 pendant une période de 24 h. Retirer les baguettes de zinc et décarter 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, $c(\text{HCl}) \approx 0,1$ mol/l, et broyer pendant quelques secondes, afin d'obtenir des granules de la dimension requise. Replacer le contenu du broyeur dans le bécher et l'y maintenir pendant plusieurs heures en agitant de temps en temps pour chasser les bulles. Décarter 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 Acide chlorhydrique, solution, $c(\text{HCl}) \approx 2$ mol/l.

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

5.4 Acide chlorhydrique, solution, $c(\text{HCl}) \approx 0,1$ mol/l.

Diluer 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) à 1 000 ml avec de l'eau.

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

5.5.1 Sulfate de zinc, solution.

Dissoudre 53,5 g de sulfate de zinc heptahydraté ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) dans de l'eau et compléter à 100 ml.

5.5.2 Hexacyanoferrate(II) de potassium, solution.

Dissoudre 17,2 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium trihydraté ($K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$) dans de l'eau et compléter à 100 ml.

5.6 EDTA, solution.

Dissoudre 33,5 g d'éthylène diamine tétraacétate disodique dihydraté ($Na_2C_{10}H_{14}N_2O_8 \cdot 2H_2O$) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

5.7 Solutions pour le développement de la coloration.

5.7.1 Solution I.

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

5.7.2 Solution II.

Dissoudre, en chauffant au bain d'eau, 0,5 g de sulfanilamide ($NH_2C_6H_4SO_2NH_2$) 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.

5.7.3 Solution III.

Dissoudre 0,1 g de dichlorhydrate de *N*-(naphtyl-1) éthylène diamine ($C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2 \cdot 2HCl$) 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.

5.8 Nitrite de sodium, solution étalon, correspondant à 0,001 g de NO_2^- par litre.

5.8.1 Solution mère.

Sécher quelques grammes de nitrite de sodium ($NaNO_2$), entre 110 et 120 °C jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives n'excède pas 1 mg. Dissoudre 0,150 g de nitrite de sodium dans de l'eau dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution le jour de l'emploi.

5.8.2 Préparation de la solution étalon.

Introduire, à l'aide de pipettes, 10 ml de la solution mère (5.8.1) et 20 ml de la solution tampon (5.10) dans une fiole jaugée à un

trait de 1 000 ml. Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

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

5.9 Nitrate de potassium, solution étalon, correspondant à 0,004 5 g de NO_3^- par litre.

5.9.1 Solution mère.

Sécher quelques grammes de nitrate de potassium (KNO_3), entre 110 et 120 °C jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives n'excède pas 1 mg. Dissoudre 1,468 g de nitrate de potassium dans de l'eau dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

5.9.2 Préparation de la solution étalon.

Introduire, à l'aide de pipettes, 5 ml de la solution mère (5.9.1) et 20 ml de la solution tampon (5.10) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution le jour de l'emploi.

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

5.10 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*) HCl) avec 600 ml d'eau. Après mélange, ajouter 135 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (ρ_{20} 0,91 g/ml; solution à environ 25 % (*m/m*) NH_3). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

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

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

6 Appareillage

NOTE SUR LA PRÉPARATION DE LA VERRERIE

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 Récipient pour échantillon, muni d'un couvercle hermétique.

6.3 Agitateur magnétique.

6.4 Fioles coniques, de 250 ml et 500 ml de capacités.

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

6.6 Pipettes, permettant de délivrer 2; 4; 5; 6; 8; 10; 12; 20 et 25 ml, conformes à l'ISO 648, classe A ou à 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 capacités.

6.8 Entonnoirs en verre, d'environ 7 cm de diamètre, à tige courte.

6.9 Papier filtre, pour filtration moyenne, d'environ 15 cm de diamètre, exempt de nitrates et de nitrites.

6.10 Appareil pour la réduction des nitrates (par exemple celui qui est représenté par la figure).

6.11 Spectromètre, permettant d'effectuer des mesurages à une longueur d'onde de 538 nm, avec cellules de 1 à 2 cm de parcours optique.

6.12 Tamis pour essai, en toile métallique tissée, de 200 mm de diamètre, d'ouverture nominale de maille 500 µm, avec réservoir, conforme à l'ISO 565.

6.13 Appareil de broyage, pour broyer, si nécessaire, l'échantillon pour laboratoire. Cet appareil ne doit ni développer un échauffement excessif, ni provoquer une perte d'humidité. (Ne pas utiliser un mortier.)

7 Échantillonnage

Voir l'ISO 707.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de la colonne de cadmium cuivré

8.1.1 Introduire les granulés de cadmium (5.1) (environ 40 à 60 g pour chaque colonne) dans une fiole conique de 250 ml (6.4).

8.1.2 Ajouter une quantité suffisante de la solution d'acide chlorhydrique (5.4) pour couvrir le cadmium. Agiter pendant quelques minutes.

8.1.3 Décanter la solution, puis laver à fond le cadmium dans la fiole avec de l'eau jusqu'à ce qu'il soit exempt de chlorures (c'est-à-dire jusqu'à ce que la réaction avec le nitrate d'argent soit négative).

8.1.4 Cuivrer les granulés de cadmium par addition de la solution de sulfate de cuivre(II) (5.2) (environ 2,5 ml par gramme de cadmium) et agiter pendant 1 min.

8.1.5 Aussitôt après, décanter la solution, puis laver le cadmium cuivré avec de l'eau, en prenant soin que le cadmium soit continuellement couvert d'eau. Arrêter le lavage lorsque l'eau de lavage est exempte de cuivre précipité.

8.1.6 Placer un tampon de laine de verre à la base de la colonne en verre destinée à contenir le cadmium cuivré (voir la figure). Remplir la colonne en verre avec de l'eau.

8.1.7 Transférer le cadmium cuivré dans la colonne en verre, en réduisant à un minimum l'exposition à l'air. La hauteur de cadmium cuivré doit être de 15 à 20 cm.

NOTES

1 Éviter d'enfermer des bulles d'air entre les granulés de cadmium cuivré.

2 Éviter de laisser le liquide descendre en-dessous du niveau de cadmium cuivré.

8.1.8 Conditionner la colonne qui vient d'être préparée en y faisant circuler un mélange constitué par 750 ml d'eau, 225 ml de la solution étalon de nitrate de potassium (5.9), 20 ml de la solution tampon (5.10) et 20 ml de la solution d'EDTA (5.6), à un débit ne dépassant pas 6 ml/min. Laver ensuite la colonne avec 50 ml d'eau.

8.2 Contrôle du pouvoir réducteur de la colonne

Procéder à ce contrôle au moins deux fois par jour, au début et à la fin d'une série de déterminations.

8.2.1 Prélever, à la pipette (6.6), 20 ml de la solution étalon de nitrate de potassium (5.9) et les introduire dans le réservoir situé à la partie supérieure de la colonne. Ajouter immédiatement 5 ml de la solution tampon (5.10) au contenu du réservoir. Recueillir l'éluat dans une fiole jaugée de 100 ml (6.5). Le débit ne doit pas dépasser 6 ml/min.

8.2.2 Lorsque le réservoir est presque vide, laver les parois avec environ 15 ml d'eau et, lorsque celle-ci s'est écoulée, répéter le même traitement avec une autre portion de 15 ml d'eau. Lorsque cette deuxième portion est complètement passée dans la colonne, remplir complètement le réservoir avec de l'eau et la laisser s'écouler à travers la colonne en opérant au débit maximal.

8.2.3 Après avoir recueilli près de 100 ml d'éluat, enlever la fiole jaugée, compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

8.2.4 Prélever, à la pipette (6.6), 10 ml de l'éluat et les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml (6.5). Ajouter de l'eau pour obtenir un volume d'environ 60 ml. Procéder comme il est spécifié en 8.10.2, 8.10.3 et 8.10.4.

8.2.5 À partir de la teneur en nitrite (en microgrammes d'ion nitrite par millilitre) de l'éluat dilué (8.2.4), déterminée d'après la courbe d'étalonnage (8.7), calculer la capacité de réduction de la colonne (0,067 µg de NO₂⁻ par millilitre correspond à une capacité de réduction de 100 %). Si la capacité de réduction est inférieure à 95 %, régénérer la colonne.

8.3 Régénération de la colonne

Régénérer la colonne, comme suit, après l'emploi, à la fin de chaque journée, ou plus fréquemment si le contrôle (8.2) démontre une perte de l'efficacité.

8.3.1 Ajouter environ 5 ml de la solution d'EDTA (5.6) et 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.4) à 100 ml d'eau. Faire passer ce mélange à travers la colonne, à un débit d'environ 10 ml/min.

8.3.2 Lorsque le réservoir est vide, laver la colonne successivement avec de l'eau, avec de la solution d'acide chlorhydrique (5.4), puis avec de l'eau.

8.3.3 Si la colonne montre encore une efficacité insuffisante, répéter les opérations spécifiées en 8.1.8.

8.4 Préparation de l'échantillon pour essai

8.4.1 Mélanger soigneusement l'échantillon pour laboratoire (chapitre 7), si nécessaire après avoir transvasé le tout dans un récipient hermétique à l'air (6.2), de capacité appropriée, par rotations et retournements répétés du récipient.

8.4.2 Transvaser 50 g de l'échantillon pour laboratoire à travers le tamis pour essai (6.12). S'il ne passe pas complètement à travers le tamis, utiliser l'appareil de broyage (6.13) pour permettre cette opération. Transvaser immédiatement tout l'échantillon tamisé dans le récipient (6.2) et mélanger soigneusement dans le récipient fermé. Pendant cette opération, prendre des précautions pour éviter tout changement de la teneur en eau du produit.

8.4.3 Procéder à la détermination (commençant en 8.5) aussitôt que possible, dès que l'échantillon pour essai est prêt.

Si une portion de 50 g passe directement, ou presque complètement à travers le tamis, utiliser l'échantillon pour essai (8.4.1) pour la détermination.

8.5 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, environ 10 g de l'échantillon pour essai dans le cas des caséines ou 2 g de l'échantillon pour essai dans le cas des caséinates, et les transvaser quantitativement dans une fiole conique de 500 ml (6.4).

8.6 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement aux opérations spécifiées en 8.8, 8.9 et 8.10.1 à 8.10.3 inclus, en utilisant le même mode opératoire et les mêmes quantités de tous les réactifs, mais en supprimant la prise d'essai.

8.7 Courbe d'étalonnage

8.7.1 Prélever, à la pipette (6.6), 0; 2; 4; 6; 8; 12 et 20 ml de la solution étalon de nitrite de sodium (5.8) et les introduire

dans des fioles jaugées de 100 ml (6.5) distinctes. Ajouter de l'eau dans chacune des fioles afin d'obtenir des volumes d'environ 60 ml.

8.7.2 Appliquer le mode opératoire décrit en 8.10.2 et 8.10.3.

8.7.3 Mesurer, dans les 15 min qui suivent, les absorbances des solutions par rapport au terme zéro (solution ne contenant pas de nitrites) à une longueur d'onde de 538 nm.

8.7.4 Tracer la courbe des absorbances obtenues en 8.7.3 en fonction des concentrations en nitrite, en microgrammes par millilitre, calculées à partir des volumes de solution étalon de nitrite de sodium ajoutés (voir 8.7.1).

8.8 Extraction et déprotéination

8.8.1 Ajouter progressivement 136 ml d'eau tiède (50 à 55 °C) et 10 ml de solution tampon (5.10) à la prise d'essai et dissoudre les caséines et caséinates par agitation, en utilisant l'agitateur magnétique (6.3).

8.8.2 Ajouter, dans l'ordre suivant, 12 ml de la solution de sulfate de zinc (5.5.1), 12 ml de la solution d'hexacyanoferrate (II) de potassium (5.5.2) et 30 ml de la solution tampon (5.10), en agitant soigneusement après chaque ajout.

8.8.3 Laisser reposer au moins 15 min, mais pas plus de 1 h. Puis filtrer la solution sur papier filtre (6.9), en recueillant le filtrat dans une fiole conique de 250 ml (6.4).

NOTE – Le filtrat doit être limpide et, dans ce but, il peut être nécessaire de laisser reposer la solution plus de 15 min.

8.9 Réduction des nitrates en nitrites

8.9.1 Prélever, à la pipette (6.6), 20 ml du filtrat (8.8.3) et les introduire dans le réservoir situé à la partie supérieure de la colonne. Ajouter 5 ml de la solution tampon (5.10) au contenu du réservoir en mélangeant par agitation avec une petite baguette en verre. Recueillir l'éluat dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.5). Le débit ne doit pas dépasser 6 ml/min.

8.9.2 Lorsque le réservoir est presque vide, laver les parois avec environ 15 ml d'eau et, lorsque celle-ci s'est écoulée, répéter le même traitement avec une autre portion de 15 ml d'eau. Lorsque cette deuxième portion est complètement passée dans la colonne, remplir complètement le réservoir avec de l'eau et la laisser s'écouler à travers la colonne en opérant au débit maximal.

8.9.3 Après avoir recueilli près de 100 ml d'éluat, enlever la fiole jaugée, compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

8.10 Détermination

8.10.1 Introduire respectivement, dans des fioles jaugées de 100 ml (6.5) distinctes, des volumes égaux prélevés à la pipette

(6.6) (par exemple 25 ml) du filtrat (8.8.3) et de l'éluat (8.9.3). Ajouter de l'eau dans chacune des fioles afin d'obtenir des volumes d'environ 60 ml. Traiter ensuite le contenu de chaque fiole comme il est spécifié en 8.10.2, 8.10.3 et 8.10.4.

8.10.2 Ajouter 6 ml de la solution I (5.7.1) et ensuite 5 ml de la solution II (5.7.2). Mélanger avec soin et abandonner la solution pendant 5 min à la température ambiante, à l'abri de la lumière solaire directe.

8.10.3 Ajouter 2 ml de la solution III (5.7.3). Mélanger avec soin et abandonner la solution pendant 5 min à la température ambiante, à l'abri de la lumière solaire directe. Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

8.10.4 Mesurer, dans les 15 min qui suivent, l'absorbance de la solution par rapport à celle d'un essai à blanc (8.6) à une longueur d'onde de 538 nm.

9 Expression des résultats

9.1 Teneur en nitrites

9.1.1 Mode de calcul et formule

La teneur en nitrites de l'échantillon, exprimée en milligrammes d'ion nitrite (NO_2^-) par kilogramme, est égale à

$$\frac{20\,000 \times c_1}{m \times V}$$

où

c_1 est la concentration, en microgrammes d'ion nitrite par millilitre, lue sur la courbe d'étalonnage et correspondant à l'absorbance mesurée (8.10.4) de la solution obtenue avec le filtrat (8.8.3);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

V est le volume, en millilitres, de la partie aliquote (8.10.1) prélevée à partir du filtrat (8.8.3).

Exprimer le résultat à 0,1 mg/kg près.

9.1.2 Répétabilité

La différence entre deux résultats obtenus dans un court intervalle de temps, par le même analyste, ne doit pas être supérieure à 1 mg/kg.

9.2 Teneur en nitrates

9.2.1 Mode de calcul et formule

La teneur en nitrates de l'échantillon, exprimée en milligrammes d'ion nitrate (NO_3^-) par kilogramme, est égale à

$$1,35 \left[\frac{100\,000 \times c_2}{m \times V} - w(\text{NO}_2^-) \right]$$

où

c_2 est la concentration, en microgrammes d'ion nitrite par millilitre, lue sur la courbe d'étalonnage, correspondant à l'absorbance mesurée (8.10.4) de la solution obtenue avec l'éluat (8.9.3);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

V est le volume, en millilitres, de la partie aliquote (8.10.1) prélevée à partir de l'éluat (8.9.3);

$w(\text{NO}_2^-)$ est la teneur en nitrites de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, calculée comme il est décrit en 9.1.1.

Exprimer le résultat à 1 mg/kg près.

NOTE — Si l'on tient compte de la capacité de réduction de la colonne, la teneur en nitrate de l'échantillon, exprimée en milligrammes d'ion nitrate par kilogramme, est égale à

$$1,35 \left[\frac{100\,000 \times c_2}{m \times V} - w(\text{NO}_2^-) \right] \frac{100}{r}$$

où r est la capacité de réduction de la colonne à la fin d'une série de déterminations.

9.2.2 Répétabilité

La différence entre deux résultats obtenus dans un court intervalle de temps par le même analyste, ne doit pas dépasser 3 mg/kg si la teneur en nitrates est inférieure à 30 mg/kg, et ne doit pas dépasser 10 % de la moyenne arithmétique des résultats si la teneur en nitrates est supérieure ou égale à 30 mg/kg.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. 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.

Dimensions en millimètres

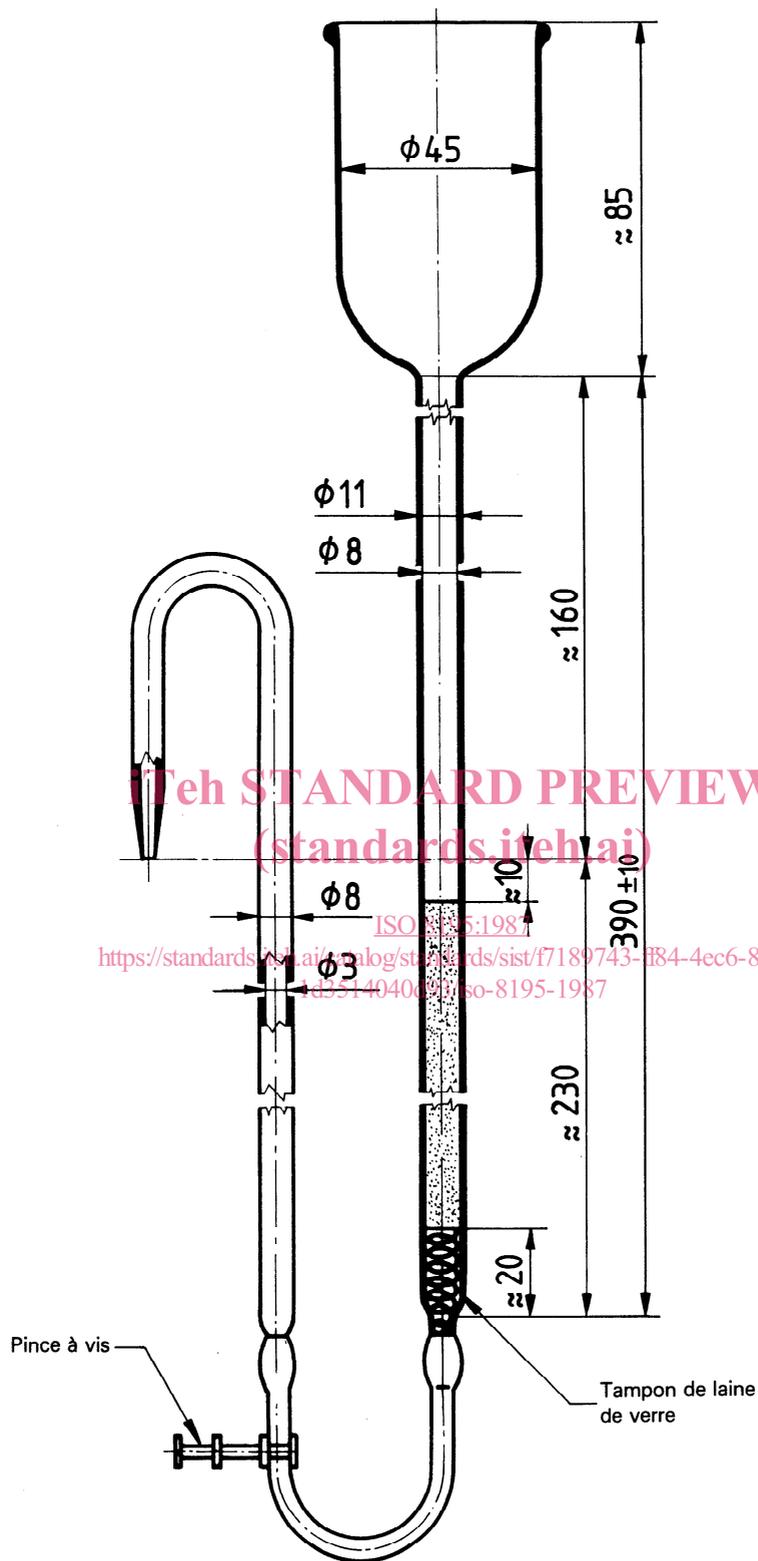


Figure — Appareil pour la réduction des nitrates

CDU 637.147.2 : 543.242.8 : 543.4 : 546.173/.175

Descripteurs : produit agricole, produit laitier, caséine, analyse chimique, dosage, méthode spectrochimique, matériel d'essai.

Prix basé sur 6 pages