

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
14673-2

FIL  
189-2

Deuxième édition  
2004-02-01

---

---

**Lait et produits laitiers — Détermination  
des teneurs en nitrates et en nitrites —**

**Partie 2:  
Méthode d'analyse par flux continu  
segmentés (Méthode de routine)**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Milk and milk products — Determination of nitrate and nitrite contents —  
Part 2: Method using segmented flow analysis (Routine method)*

ISO 14673-2:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dcc3013-b7e2-478b-84d2-dbc60b9eca3e/iso-14673-2-2004>



Numéros de référence  
ISO 14673-2:2004(F)  
FIL 189-2:2004(F)

© ISO et FIL 2004

**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO et la FIL déclinent toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 14673-2:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dcc3013-b7e2-478b-84d2-dbc60b9eca3e/iso-14673-2-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dcc3013-b7e2-478b-84d2-dbc60b9eca3e/iso-14673-2-2004>

© ISO et FIL 2004

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit soit de l'ISO soit de la FIL à l'adresse respective ci-après.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Fédération Internationale de Laiterie  
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Bruxelles  
Tel. + 32 2 733 98 88  
Fax + 32 2 733 04 13  
E-mail [info@fil-idf.org](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	2
4.1 <b>Détermination des nitrates</b> .....	2
4.2 <b>Détermination des nitrites</b> .....	2
5 <b>Réactifs</b> .....	2
6 <b>Appareillage</b> .....	5
7 <b>Échantillonnage</b> .....	6
8 <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....	6
8.1 <b>Fromage</b> .....	6
8.2 <b>Produits à base de lait sec et aliments pour bébés</b> .....	6
8.3 <b>Lait et produits à base de lait liquide</b> .....	7
9 <b>Mode opératoire</b> .....	7
9.1 <b>Préparation de la colonne de réduction</b> .....	7
9.2 <b>Contrôle du pouvoir réducteur de la colonne</b> .....	7
9.3 <b>Détermination de la teneur en nitrates</b> .....	7
9.4 <b>Détermination de la teneur en nitrites</b> .....	8
9.5 <b>Courbe d'étalonnage</b> .....	9
9.6 <b>Contrôle de la dérive des solutions pour étalonnage</b> .....	9
10 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	10
10.1 <b>Calcul</b> .....	10
10.2 <b>Expression des résultats</b> .....	11
11 <b>Fidélité</b> .....	11
11.1 <b>Généralités</b> .....	11
11.2 <b>Teneur en nitrites</b> .....	11
11.3 <b>Teneur en nitrates</b> .....	11
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	12
Bibliographie .....	14

## 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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 14673-2|FIL 189-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 14673-2|FIL 189-2:2001), dont elle constitue une révision mineure.

L'ISO 14673|FIL 189 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait et produits laitiers — Détermination des teneurs en nitrates et en nitrites*:

- *Partie 1: Méthode par réduction au cadmium et spectrométrie*
- *Partie 2: Méthode d'analyse par flux continu segmentés (Méthode de routine)*
- *Partie 3: Méthode par réduction au cadmium et d'analyse par injection de flux avec dialyse en ligne (Méthode de routine)*

## Avant-propos

La **FIL (Fédération internationale de laiterie)** est une fédération mondiale du secteur laitier avec un Comité National dans chacun de ses pays membres. Chaque Comité National a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO et avec l'AOAC International pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

Les projets de Normes internationales adoptés par les Équipes d'Action et les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux votants.

L'ISO 14673-2|FIL 189-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO/FIL/AOAC, *Composants azotés dans le lait et les produits laitiers*, du Comité permanent chargé des *Composants mineurs du lait et de la caractérisation des propriétés physiques*, sous la conduite de son chef de projet, Monsieur G. Bråthen (NO).

Cette deuxième édition, ainsi que l'ISO 14673-1|FIL 189-1 et l'ISO 14673-3|FIL 189-3, annule et remplace la FIL 84A:1984, la FIL 95A:1982, la FIL 96A:1987, la FIL 97A:1985 et la FIL 120:1984, dont elle constitue une révision technique.

[ISO 14673-2:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dcc3013-b7e2-478b-84d2-dbc60b9eca3e/iso-14673-2-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dcc3013-b7e2-478b-84d2-dbc60b9eca3e/iso-14673-2-2004>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 14673-2:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dcc3013-b7e2-478b-84d2-dbc60b9eca3e/iso-14673-2-2004>

# Lait et produits laitiers — Détermination des teneurs en nitrates et en nitrites —

## Partie 2: Méthode d'analyse par flux continu segmentés (Méthode de routine)

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'emploi de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale ne prétend pas aborder tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer du respect de la réglementation nationale en vigueur.

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14673|FIL 189 décrit une méthode de routine pour la détermination des teneurs en nitrates et en nitrites du lait et des produits laitiers par analyse par flux continu segmentés. La méthode est valable pour le lait, les fromages, les produits laitiers secs et liquides et les aliments pour bébés.

[ISO 14673-2:2004](https://standards.iso.org/standards/catalog/standards/sist/3dccc3013-b7e2-478b-84d2-dbc60b9eca3e/iso-14673-2-2004)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dccc3013-b7e2-478b-84d2-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dccc3013-b7e2-478b-84d2-dbc60b9eca3e/iso-14673-2-2004)

### 2 Références normatives

[dbc60b9eca3e/iso-14673-2-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dccc3013-b7e2-478b-84d2-dbc60b9eca3e/iso-14673-2-2004)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*

ISO 835-1, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 1: Spécifications générales*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### teneur en nitrates

fraction massique des nitrates déterminée par le mode opératoire décrit dans la présente partie de l'ISO 14673|FIL 189

**NOTE** La teneur en nitrates est exprimée sous forme de masse, en milligrammes d'ions nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ) par kilogramme de produit.

**3.2 teneur en nitrites**  
fraction massique des nitrites déterminée par le mode opératoire décrit dans la présente partie de l'ISO 14673|FIL 189

NOTE La teneur en nitrites est exprimée sous forme de masse, en milligrammes d'ions nitrite ( $\text{NO}_2^-$ ) par kilogramme de produit.

## 4 Principe

### 4.1 Détermination des nitrates

Une prise d'essai est suspendue dans de l'eau. Une partie de la suspension est transférée pour dialyse dans l'analyseur. Les ions nitrate sont convertis en nitrites et la teneur en nitrites est déterminée par spectrométrie.

Les solutions étalons de nitrate sont déterminées en utilisant le même mode opératoire. La teneur en nitrates est calculée par comparaison des résultats de la prise d'essai avec ceux des solutions étalons.

NOTE Tout le nitrite présent est considéré comme du nitrate. La quantité de nitrites présents est généralement faible comparée à la quantité de nitrates. Les aliments pour bébés à base de protéines de soja peuvent être considérés comme une exception à cette règle. La correction portant sur le nitrite présent peut être appliquée après avoir déterminé la teneur en nitrites.

### 4.2 Détermination des nitrites

Une prise d'essai est suspendue dans une solution de chlorure d'ammonium et de chlorure de sodium. Une partie de cette suspension est transférée dans l'analyseur pour dialyse. La teneur en nitrites est déterminée par spectrométrie.

Les solutions étalons de nitrite sont déterminées en utilisant le même mode opératoire. La teneur en nitrites est calculée par comparaison des résultats de la prise d'essai avec ceux de la solution étalon.

## 5 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

### 5.1 Eau, distillée ou déionisée, ou eau de pureté équivalente, exempte d'ions nitrate et nitrite.

Dans le but d'éviter l'inclusion de petites bulles de gaz dans la colonne de cadmium cuivré (6.9), faire bouillir de l'eau distillée ou déionisée et la refroidir à température ambiante. Utiliser l'eau ainsi obtenue pour la préparation de la colonne (9.1), pour le contrôle du pouvoir réducteur de la colonne (9.2) et pour la régénération de la colonne.

### 5.2 Cadmium sous forme de granulés, diamètre de 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. Recouvrir ces baguettes avec une solution de sulfate de cadmium (5.3). 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 une quantité minimale suffisante pour recouvrir le cadmium spongieux. Laver deux ou trois fois le cadmium spongieux avec de l'eau. Transférer le cadmium spongieux dans un broyeur de laboratoire avec 400 ml de solution d'acide chlorhydrique diluée (5.6) et broyer pendant quelques secondes afin d'obtenir des granulés de la dimension requise. Replacer le contenu du broyeur dans le béccher et l'y maintenir pendant plusieurs heures en agitant de temps en temps pour chasser les bulles. Décanter la majeure partie du liquide et procéder immédiatement au cuivrage des granulés comme décrit en 9.1.2.



**AVERTISSEMENT** — En raison de sa toxicité, il convient de remettre aux autorités compétentes le cadmium utilisé, en tant que déchet chimique.

**5.3 Sulfate de cadmium, solution**,  $c(\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}) = 40 \text{ g/l}$ .

Dissoudre 40 g de sulfate de cadmium dans de l'eau dans une fiole jaugée (6.4) de 1 000 ml. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger.

**5.4 Sulfate de cuivre(II), solution**,  $c(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 20 \text{ g/l}$ .

Dissoudre 2 g de sulfate de cuivre(II) dans de l'eau dans une fiole jaugée (6.4) de 100 ml. Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

**5.5 Acide chlorhydrique (HCl)**, ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ).

**5.6 Acide chlorhydrique, solution diluée**,  $c(\text{HCl}) \approx 1 \text{ mol/l}$ .

Ajouter avec soin 80 ml d'acide chlorhydrique (5.5) à environ 700 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4) tout en agitant régulièrement le contenu. Refroidir le contenu à température ambiante. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger avec soin.

**5.7 Éthylènedinitrilotétraacétate disodique dihydraté (EDTA), solution**, ( $\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).

Dissoudre 33,5 g d'EDTA dans environ 900 ml d'eau dans une fiole jaugée (6.4) de 1 000 ml. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger.

**5.8 Polyoxyéthylène lauryléther, solution**, à 30 % en fraction massique.

**5.9 Chlorure d'ammonium et chlorure de sodium, solution I.**

Dissoudre 40 g de chlorure d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) et 200 g de chlorure de sodium ( $\text{NaCl}$ ) dans environ 950 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Utiliser de l'hydroxyde d'ammonium concentré pour ajuster le pH à 8,5. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Ajouter 2 ml de la solution de polyoxyéthylène lauryléther (5.8) et mélanger.

**5.10 Chlorure d'ammonium et chlorure de sodium, solution II.**

Dissoudre 10 g de chlorure d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) et 50 g de chlorure de sodium ( $\text{NaCl}$ ) dans environ 950 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Ajouter 20 ml de la solution d'EDTA (5.7) et mélanger. Utiliser de l'hydroxyde d'ammonium concentré pour ajuster le pH à 8,5. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Ajouter 2 ml de la solution de polyoxyéthylène lauryléther (5.8) et mélanger.

**5.11 Chlorure d'ammonium et chlorure de sodium, solution III.**

Dissoudre 10 g de chlorure d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) et 50 g de chlorure de sodium ( $\text{NaCl}$ ) dans environ 950 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Utiliser de l'hydroxyde d'ammonium concentré pour ajuster le pH à 8,5. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Ajouter 2 ml de la solution de polyoxyéthylène lauryléther (5.8) et mélanger.

**5.12 Acide phosphorique, solution** ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), 85 %, ( $\rho_{20} = 1,71 \text{ g/ml}$ ).

**5.13 Réactif de coloration.**

Ajouter 100 ml de la solution d'acide phosphorique (5.12) à 800 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Ajouter, dans l'ordre suivant, 10 g de sulfanilamide ( $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$ ) et 0,5 g de dihydrochlorure de *N*-(naphtyl-1)-éthylènediamine ( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ) et mélanger. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Ajouter 0,5 ml de la solution de polyoxyéthylène lauryléther (5.8) et mélanger de nouveau.

La solution de réactif de coloration peut être conservée au maximum pendant un mois au réfrigérateur.

**5.14 Nitrate de sodium ( $\text{NaNO}_3$ ), solution mère,  $c(\text{NO}_3^-) = 0,400 \text{ g/l}$ .**

Sécher une quantité de nitrate de sodium dans un four (6.18) à une température comprise entre 110 °C à 120 °C pendant deux heures. Dissoudre 0,548 4 g de nitrate de sodium, préalablement séché, dans de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger.

**5.15 Nitrate de sodium, solution de travail,  $c(\text{NO}_3^-) = 40 \text{ } \mu\text{g/ml}$ .**

Transférer, à l'aide d'une pipette (6.5), 10 ml de solution mère (5.14) dans une fiole jaugée de 100 ml (6.4). Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

**5.16 Solutions pour étalonnage de nitrate de sodium.**

Préparer une série de solutions pour étalonnage de nitrate de sodium à concentration croissante en nitrates en prélevant à la pipette 1 ml, 2 ml, 3 ml, 6 ml, 9 ml et 12 ml de la solution de travail de nitrate de sodium (5.15) et les introduire dans six fioles jaugées de 200 ml distinctes. Compléter à 200 ml chaque solution avec de l'eau et mélanger. Les teneurs en nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ) de ces solutions pour étalonnage de nitrate de sodium sont respectivement de 0,2  $\mu\text{g/ml}$ , 0,4  $\mu\text{g/ml}$ , 0,6  $\mu\text{g/ml}$ , 1,2  $\mu\text{g/ml}$ , 1,8  $\mu\text{g/ml}$  et 2,4  $\mu\text{g/ml}$ .

**5.17 Nitrite de sodium ( $\text{NaNO}_2$ ), solutions mères.**

Sécher une quantité de nitrite de sodium dans un four (6.18) à une température comprise entre 110 °C et 120 °C pendant 2 h.

**5.17.1 Nitrite de sodium, solution mère I,  $c(\text{NO}_2^-) = 0,297 \text{ mg/ml}$ .**

Dissoudre 0,445 g de nitrite de sodium (préalablement séché (5.17)) dans de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger. La solution mère I peut être conservée au maximum pendant un jour.

**5.17.2 Nitrite de sodium, solution mère II,  $c(\text{NO}_2^-) = 1,001 \text{ mg/ml}$ .**

Dissoudre 1,502 g de nitrite de sodium (5.17) dans de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger. La solution mère II peut être conservée au maximum pendant un mois au réfrigérateur.

**5.18 Nitrite de sodium, solutions de travail.**

**5.18.1 Nitrite de sodium, solution de travail I,  $c(\text{NO}_2^-) = 0,89 \text{ } \mu\text{g/ml}$ .**

Transférer avec une pipette (6.5) 3 ml de la solution mère I de nitrite de sodium (5.17.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger.

**5.18.2 Nitrite de sodium, solution de travail II,  $c(\text{NO}_2^-) = 0,100 \text{ } \mu\text{g/ml}$ .**

Transférer avec une pipette (6.5) 10 ml de la solution mère II de nitrite de sodium (5.17.2) dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Compléter à 1 000 ml et mélanger. Transférer avec une pipette 10 ml de cette dilution dans une autre fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Compléter à 1 000 ml avec la solution III de chlorure d'ammonium et de sodium (5.11) et mélanger.

**5.19 Solutions pour étalonnage de nitrite de sodium.**

Préparer une série de solutions pour étalonnage de nitrite de sodium à concentration croissante en nitrites en prélevant à la pipette 10 ml, 20 ml, 40 ml, 100 ml et 200 ml de la solution de travail II de nitrite de sodium (5.18.2) et les introduire dans cinq fioles jaugées de 200 ml distinctes (6.4). Compléter à 200 ml chaque solution avec la solution III de chlorure d'ammonium et de sodium (5.11), sauf la solution de 200 ml, et mélanger. La teneur en nitrites ( $\text{NO}_2^-$ ) de ces solutions pour étalonnage de nitrite de sodium est respectivement de 0,005  $\mu\text{g/ml}$ , 0,010  $\mu\text{g/ml}$ , 0,020  $\mu\text{g/ml}$ , 0,050  $\mu\text{g/ml}$  and 0,100  $\mu\text{g/ml}$ .

## 5.20 Détergent alcalin.

Utiliser l'une des solutions mentionnées ci-dessous.

### 5.20.1 Extran, solution à 5 % en fraction volumique.

Transférer à la pipette (6.5) 50 ml de la solution d'extran dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger.

### 5.20.2 Hydroxyde de sodium, solution, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

Dissoudre 4 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.4). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger.

## 5.21 Liquide de régénération.

Ajouter 50 ml de la solution d'EDTA (5.7) et 2,0 ml de la solution diluée d'acide chlorhydrique (5.6) dans un litre d'eau (5.1) et mélanger.

## 5.22 Échantillon de référence.

Utiliser comme échantillon de référence des échantillons de poudre de lait dont la teneur en nitrates est connue.

## 5.23 Papier indicateur de pH.

## 6 Appareillage

Toute la verrerie doit être soigneusement lavée et rincée avec de l'eau distillée pour la rendre exempte d'ions nitrate et nitrite.

Matériel courant de laboratoire et, en particulier:

**6.1 Balance analytique**, d'une précision de 1 mg, permettant de lire jusqu'à 0,1 mg.

**6.2 Récipient pour échantillon**, muni d'un couvercle étanche à l'air.

**6.3 Fioles coniques**, de 250 ml et de 500 ml de capacité.

**6.4 Fioles jaugées**, de 100 ml, de 500 ml et de 1 000 ml de capacité, conformes aux exigences de l'ISO 1042, classe B.

**6.5 Pipettes**, permettant de délivrer 1 ml, 2 ml, 3 ml, 6 ml, 9 ml, 10 ml, 12 ml, 20 ml, 40 ml, 50 ml et 100 ml, conformes aux exigences de l'ISO 648, classe A, ou de l'ISO 835-1. Le cas échéant, des burettes peuvent être utilisées à la place des pipettes.

**6.6 Cylindres gradués**, de 100 ml et de 150 ml de capacité.

**6.7 Bêchers en verre**, de 100 ml et de 150 ml de capacité.

**6.8 Entonnoirs en verre**, munis d'une tige d'environ 2 mm de diamètre intérieur.

**6.9 Tube approprié**, en forme de U, d'environ 30 cm de longueur et de 2 mm de diamètre intérieur.

**6.10 Analyseur**, permettant de déterminer les teneurs en nitrites et en nitrates conformément au mode opératoire décrit.

**6.11 Appareillage de suspension**, permettant de mettre en suspension les échantillons pour essai.