

NORME
INTERNATIONALE

ISO
14673-3

FIL
189-3

Deuxième édition
2004-02-01

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

**Partie 3:
Méthode par réduction au cadmium et
d'analyse par injection de flux avec
dialyse en ligne (Méthode de routine)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Milk and milk products — Determination of nitrate and nitrite contents —

*Part 3: Method using cadmium reduction and flow injection analysis with
in-line dialysis (Routine method)*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/331f4bc3-be0d-4d04-aca6-852e6Bd6fb9/iso-14673-3-2004>



Numéros de référence
ISO 14673-3:2004(F)
FIL 189-3:2004(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 14673-3:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/331f1bc3-be0d-4d04-aca6-852e63d6fb9/iso-14673-3-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/331f1bc3-be0d-4d04-aca6-852e63d6fb9/iso-14673-3-2004>

© 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
Web 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
Web www.fil-idf.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	4
7 Échantillonnage	6
8 Préparation de l'échantillon pour essai	6
8.1 Fromage	6
9 Mode opératoire	6
9.1 Contrôle du pouvoir réducteur de la colonne de cadmium	6
9.2 Régénération de la colonne de cadmium	6
9.3 Prise d'essai	7
9.4 Extraction	7
9.5 Détermination des nitrites	7
9.6 Détermination des nitrates	7
10 Calcul et expression des résultats	8
10.1 Teneur en nitrites	8
10.2 Teneur en nitrates	8
11 Fidélité	9
11.1 Généralités	9
11.2 Teneur en nitrites	9
11.3 Teneur en nitrates	9
12 Rapport d'essai	9
Bibliographie	11

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 14673-3|FIL 189-3 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 14673-3|FIL 189-3:2001), 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 14673-3|FIL 189-3 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 14673-2|FIL 189-2, 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 14673-3:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/331f1bc3-be0d-4d04-aca6-852e63d6fb9/iso-14673-3-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/331f1bc3-be0d-4d04-aca6-852e63d6fb9/iso-14673-3-2004>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14673-3:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/331fd1bc3-be0d-4d04-aea6-852e6f3d6fb9/iso-14673-3-2004>

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

Partie 3:

Méthode par réduction au cadmium et d'analyse par injection de flux avec dialyse en ligne (Méthode de routine)

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'intervention 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 14673-3|FIL 189-3 spécifie une méthode de routine pour la détermination des teneurs en nitrates et nitrites dans le fromage par réduction au cadmium et analyse par injection de flux. La méthode s'applique aux fromages à pâte dure, aux fromages à pâte semi-dure, aux fromages à pâte molle à longueur d'affinage variable ainsi qu'aux fromages fondus. Les limites de détection de la méthode sont de 0,5 mg d'ions nitrate par kilogramme et de 1,0 mg d'ions nitrite par kilogramme.

Cette méthode s'est également avérée adaptée pour la poudre de petit-lait, le lait en poudre et les aliments à base de lait pour bébés.

NOTE 1 Cette méthode est très proche de la méthode FIA décrite dans la référence [2] pour la détermination du nitrate et du nitrite dans le lait et les produits laitiers liquides. Certaines adaptations ont été faites afin de permettre l'analyse du fromage et de parvenir à un niveau de sensibilité suffisant pour déterminer les niveaux très faibles de nitrite dans le fromage et les aliments à base de lait pour bébés.

NOTE 2 Pour la détermination des nitrates et des nitrites après réduction au cadmium, la même réaction de coloration est utilisée que dans l'ISO 14673-1|FIL 189-1.

2 Références normatives

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

ISO 14673-1|FIL 189-1, *Lait et produits laitiers — Détermination des teneurs en nitrates et en nitrites — Partie 1: Méthode par réduction au cadmium et spectrométrie*

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 substances déterminée par le mode opératoire spécifié 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 (NO_3^-) par kilogramme de produit.

3.2 teneur en nitrites
fraction massique des substances déterminée par le mode opératoire spécifié 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 (NO_2^-) par kilogramme de produit.

4 Principe

4.1 Une prise d'essai est suspendue dans une solution tampon d'extraction chaude. La matière grasse est séparée par centrifugation et refroidissement rapide. Des analyses de petites portions de la solution dégraissée sont faites par analyse par injection (FIA). On utilise la dialyse en ligne pour éliminer les protéines et la matière grasse résiduelle. Les ions nitrate sont réduits en ions nitrite par le cadmium. Réaction des ions nitrite avec du sulfanilamide et du dihydrochlorure de *N*-(naphtyl-1)-éthylènediamine créant un colorant azoïque de couleur rouge. La coloration est mesurée dans une cellule au niveau d'absorption maximal du colorant à 540 nm par rapport à l'absorption mesurée à 620 nm.

4.2 Les teneurs en nitrates et en nitrites de l'échantillon sont calculées par rapport aux absorbances mesurées pour une série de solutions étalons de nitrite et de nitrate. Si la teneur en nitrites est supérieure à 0,5 mg par kilogramme, ou représente plus de 10 % de la teneur en nitrates, la correction de la teneur en nitrates est calculée par soustraction de la teneur en nitrites des résultats obtenus pour le nitrate.

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.

5.2 Colonne de réduction au cadmium, par exemple Aquatec-Tecator¹⁾.

5.3 Solution tampon d'extraction ou solution vecteur (C2).

Dissoudre 26,6 g de chlorure d'ammonium (NH_4Cl) dans 800 ml d'eau dans une fiole conique de 1 000 ml. Ajuster le pH à 8,5 en ajoutant de l'hydroxyde d'ammonium concentré. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger.

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

1) Aquatec-Tecator est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 14673|FIL 189 et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

5.5 Solution de réactif (R1).

Dissoudre 0,5 g de sulfanilamide ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) dans un mélange composé de 300 ml d'eau et de 26 ml de HCl (5.4) dans une fiole jaugée de 500 ml (6.3). Compléter à 500 ml avec de l'eau et mélanger.

5.6 Solution de réactif (R2).

Dissoudre 0,5 g de dihydrochlorure de *N*-(naphtyl-1)-éthylènediamine ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2, 2\text{HCl}$) dans de l'eau dans une fiole jaugée de 500 ml (6.3). Compléter à 500 ml avec de l'eau et mélanger.

La solution peut être conservée au maximum pendant une semaine au réfrigérateur, dans un récipient en verre brun bien bouché.

5.7 Solution de régénération, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Diluer 80 ml de HCl (5.4) à 1 l avec de l'eau et mélanger.

5.8 Solution mère de nitrate de sodium, $c(\text{NO}_3^-) = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Avant utilisation, sécher le nitrate de sodium (NaNO_3) entre 110 °C et 120 °C jusqu'à masse constante. Dissoudre 137,1 mg de NaNO_3 séché dans de l'eau dans une fiole jaugée de 100 ml (6.3). Compléter la solution à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

5.9 Solutions pour étalonnage de nitrate de sodium.

Le jour de l'utilisation, prélever à la pipette respectivement 25 μl , 50 μl , 100 μl , 150 μl et 250 μl de solution mère de nitrate de sodium (5.8) et les transvaser dans des fioles jaugées de 50 ml (6.3). Compléter à 50 ml avec de la solution tampon d'extraction (5.3) pour préparer des solutions pour étalonnage de nitrate de sodium de respectivement 0,50 mg/l, 1,00 mg/l, 2,00 mg/l, 3,00 mg/l et 5,00 mg/l d'ions nitrate.

5.10 Solution mère de nitrite de sodium, $c(\text{NO}_2^-) = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Avant utilisation, sécher le nitrite de sodium (NaNO_2) entre 110 °C et 120 °C jusqu'à masse constante. Le jour de l'utilisation, dissoudre 150,0 mg de NaNO_2 séché dans de l'eau dans une fiole jaugée de 100 ml (6.3). Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

5.11 Solution de travail de nitrite de sodium, $c(\text{NO}_2^-) = 50,0 \text{ mg/l}$.

Diluer 5,00 ml de la solution mère de nitrite de sodium (5.10) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter à 100 ml avec de l'eau, puis mélanger.

5.12 Solutions pour étalonnage de nitrite de sodium.

Juste avant l'utilisation, prélever à la pipette respectivement 25 μl , 50 μl , 100 μl , 200 μl et 400 μl de solution de travail de nitrite de sodium (5.11) et les transvaser dans des fioles jaugées de 50 ml (6.3). Compléter à 50 ml avec de la solution tampon d'extraction (5.3) pour préparer des solutions pour étalonnage de nitrite de sodium de respectivement 0,025 mg/l, 0,050 mg/l, 0,100 mg/l, 0,200 mg/l et 0,400 mg/l d'ions nitrite. Bien mélanger.

5.13 Solution de référence de nitrite, $c(\text{NO}_2^-) = 1,48 \text{ mg/l}$.

Prélever à la pipette 1 480 μl de solution de travail de nitrite de sodium (5.11) et les transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml (6.3). Compléter à 50 ml avec de la solution tampon d'extraction (5.3) et mélanger. Préparer la solution de référence de nitrite de sodium peu avant utilisation.