



## MONITORING DES NITRITES ET NITRATES RESIDUELS DES PRODUITS DE VIANDE SALEE AVEC LE TESTE NITRITE MERCKOQUANT♦

Aurelia Ionescu<sup>1</sup>, Margareta Zara<sup>2</sup>, Iuliana Aprodu<sup>1</sup>,  
Aida Vasile<sup>2</sup>, Geta Carac<sup>3</sup>

*Université “Dunărea de Jos” Galați, Roumanie*

<sup>1</sup>*Département Biochimie – Technologie, E-mail: [aureliansc@yahoo.com](mailto:aureliansc@yahoo.com)*

<sup>2</sup>*Département Bio Ingénierie, E-mail : [margaretamirce@yahoo.com](mailto:margaretamirce@yahoo.com)*

<sup>3</sup>*Département Chimie*

**Abstract:** The present work is an analytical study concerning the level of residual nitrites and nitrates in various salted meat products manufactured in Romania. The complexity of the food matrix, the extracting conditions of the food additives, the reduction method of nitrates to nitrites, and the quantification method of free and total nitrites became the main factors that conditioned the obtained values for these parameters, important for defining the chemical hazard of the up mentioned products. The alkaline method gave a better extraction of nitrites and nitrates comparatively to the reference method; the manual reduction applied to a single sample assured a better conversion yield than the method involving column reduction on a cadmium-zinc sponge; the photometric method with nitrite-test for residual nitrites and nitrates quantification gave slightly lower values than the Greiss reference standard method.

**Keywords:** *salted meat products, chemical hazard, residual nitrites & nitrates, Merckoquant nitrite test, Greiss reference method*

---

♦ Paper presented at **COFrRoCA 2006: Quatrième Colloque Franco-Roumain de Chimie Appliquée**, 28 June – 2 July, Clermont-Ferrand, France

---

**Résumé:** Le travail représente une étude analytique concernant les niveaux de nitrite et nitrates résiduels de divers produits traités à base de viande salée, fabriqués en Roumanie. La complexité de la matrice alimentaire, les conditions d'extraction de ces aditifs, la méthode de réduction des nitrates à nitrites et la méthode de quantification des nitrites libres et totales sont devenus les principaux facteurs qui ont conditionné les valeurs constatées pour ces paramètres, importants pour la définition du risque chimique des produits concernés. La méthode alcaline a conduit à une meilleure extraction des nitrites et nitrates par rapport à la méthode de référence, la réduction manuelle appliquée seulement à une seule preuve a assuré un meilleur rendement de conversion que la méthode de réduction par colonne de cadmium - zinc spongieux, la méthode photométrique avec le teste nitrite de quantification des nitrites et nitrates résiduels a conduit à des valeurs un peu plus réduites par rapport à la méthode de référence Greiss.

**Mots clé :** *produits de viande salée, risque chimique, nitrites et nitrates résiduels, le teste nitrite Merckoquant, la méthode de référence Greiss.*

## INTRODUCTION

Les nitrites et les nitrates, comme polluants importants des eaux et des produits alimentaires, représente un risque majeur pour la santé des hommes. Les végétaux, qui contribuent avec 85 % du nitrate ingéré quotidiennement par la diète et l'eau potable sont les sources principales d'exposition de l'homme aux nitrates. L'Organisation mondiale de la santé [1], indique une concentration maximale admise de nitrate dans l'eau potable de  $44,3 \text{ mgL}^{-1}$  [1], par rapport à  $45 \text{ mgL}^{-1}$  accepté par quelques pays européens et  $40 \text{ mgL}^{-1}$  en Roumanie [2]. Une autre source de nitrites et nitrates est représentée par les produits traités à base de viande salée [3, 4].

Les nitrites de sodium et potassium ( $\text{NaNO}_2$ ,  $\text{KNO}_2$ ) et le nitrate de potassium ou de sodium ( $\text{KNO}_3$ ,  $\text{NaNO}_3$ ) sont des aditifs alimentaires admis d'être utilisés dans la salaison de la viande [5]. Dans le système complexe de la viande, les nitrites et/ou les nitrates sont dégradés successivement jusqu'à  $\text{NO}$ , espèce chimique extrêmement réactive qui réalise les fonctions multiples de ces agents de salaison : la formation des pigments de salaison (nitrosomyoglobine) et la stabilisation de la couleur rouge de la viande, l'inhibition du développement des microorganismes anaérobies d'altération et toxigènes [6, 7]; le retard du développement du rancissement oxydatif [8, 9] et l'amélioration de l'arôme spécifique [10, 11].

L'exposition à des niveaux élevés de nitrite des produits alimentaires implique un risque génotoxique pour homme, à cause de la formation endogène dans l'estomac des composés N-nitroso toxiques et cancérigènes [12-14], qui suppose la détermination de la croissance de l'incidence du cancer à l'estomac, œsophage, vessie, pancréas et côlon, de la leucémie et des tumeurs au cerveau aux enfants [15-18]. Cantoni et Bianchi Paleari

[19, 20] considèrent que les produits de viande salée sont pauvres en nitrosamines, sinon complètement libres de ces composés dangereux.

Par absorption dans le circuit sanguin, le nitrite entre en réaction avec la hémoglobine pour former la méthémoglobine, qui perd la propriété de transport de l'oxygène. La méthémoglobinémie est considérée un risque majeur pour la santé, associé avec l'exposition à nitrites, spécialement pour les enfants. Le nitrate est relativement non toxique, mais environ 5 % du nitrate ingéré est converti en nitrite toxique dans l'organisme [21-23].

De ces raisons, dans la plus grande partie des pays, tant les niveaux de nitrite et nitrate ajoutés initialement dans les viandes, que les niveaux de nitrite et nitrate résiduels des produits de viande salée finis sont strictement réglementés par la loi.

Le mesurage avec exactitude des aditifs des aliments est essentiel, tant du point de vue du respect des nécessités légales, que pour la correcte information du consommateur sur ce qu'il consomme avec le produit respectif. Les méthodes analytiques sont difficiles à cause de la complexité des aditifs ou de la matrice alimentaire où les aditifs sont habituellement ajoutés. Des résultats concernant les analyses pour les nitrates et les nitrites des produits de viande et des milieux biologiques dépendent des méthodes analytiques utilisées, de la variété des substrats et de la méthode d'extraction utilisée. Le nitrate et/ou le nitrite peuvent être quantifiés par des méthodes potentiométriques [24-26], ampérométriques [27, 28], polarographiques [29], électrophorèse capillaire [30]; méthodes chromatographiques LC, HPLC et IC [31] et spectrophotométriques [32]; la méthode standard AOAC [33]; STAS 11581-83 Roumanie [34].

La réaction colorimétrique du nitrite avec le réactif Griess est la technique de référence, utilisée pour la détermination du nitrite et du nitrate. Au cas des nitrates, la réaction découle en deux stades, le premier implique la réduction chimique ou enzymatique du nitrate au nitrite, et le stade secondaire la diazotation de la sulfanilamide avec du nitrite et l'accouplement du composé azo formé avec naphthalen diamine (la réaction Griess).

L'objectif de notre étude consiste dans le monitoring des contenus de nitrites et nitrates de quelques produits de viande salée et dans la tentative de développer une méthode de dosage des nitrites avec « teste nitrite Merckoquant » et de comparaison des méthodes de réduction du nitrate avec du cadmiage de zinc concernant l'efficacité de la réduction.

## **METHODES ET MATERIAUX**

### **Préparation des échantillons**

Les échantillons de produits de viande ont été procurés des magasins spécialisés. Le choix des échantillons a été fait par hasard. Chaque échantillon a eu un poids d'environ 0,5 kg. Les produits de viande, après l'écartement des membranes, ont été coupés en dés, broyés et homogénéisés au mixeur Braun, et après le transfert dans des récipients hermétiquement fermés, déposés à 4 °C, jusqu'à la réalisation des analyses.

### **Analyses chimiques**

Les contenus d'humidité, protéines, graisse et NaCl ont été déterminés conformément aux recommandations AOAC 1990 [36].

La détermination des nitrites et des nitrates a été réalisée conformément aux recommandations STAS 11581-83 [34]. Le nitrite de sodium a été déterminé directement des échantillons extraits à chaud et déprotéinisés, et le nitrate après réduction sur colonne de cadmium métallique actif, par la méthode colorimétrique Griess et la méthode avec « teste nitrite Merckoquant ».

Pour la détermination des nitrites et des nitrates ont été utilisés deux méthodes différentes d'extraction de la matrice alimentaire:

La première variante [34] a consisté dans l'homogénéisation d'un échantillon de 10 g avec 100 mL eau chaude (70 °C) et 5 mL solution saturée d'acide borique pendant 1 minute, le traitement thermique à la température de 98 °C, pendant 15 minutes, le refroidissement jusqu'à la température de la chambre, la déprotéinisation par l'adjonction de ferrocyanure de potassium (6 mL) et acétate de zinc (6 mL) et l'éclaircissement de l'échantillon par filtrage avec le papier filtre.

La deuxième variante [35], c'est la méthode alcaline. L'échantillon broyé a été homogénéisé pendant 1 minute avec de l'eau distillée et solution de NaOH 2% (10 g d'échantillon, 50 mL d'eau et 12 mL NaOH). Après homogénéisation, dilution avec 50 mL d'eau distillée encore et la vérification et l'ajustement du pH dans le domaine 8-10, l'échantillon a été chauffé sur un bain d'eau jusqu'à la température de 50 °C, température maintenue 10 minutes. La déprotéinisation a été réalisée par l'adjonction de solution de sulfate de zinc (5 mL) à l'échantillon refroidi et la clarification par filtrage. Les extraits obtenus ont été utilisés pour la détermination directe des nitrites résiduels et des nitrites totaux après réduction en utilisant la méthode colorimétrique Griess et la méthode photométrique avec « teste nitrite Merckoquant », en respectant la procédure STAS 11581-83 [34] et les indications du « teste nitrite Merckoquant ».

Pour la réduction du nitrate, on a utilisé la technique Cd manuelle et Cd colonne, conformément aux recommandations STAS 11581-83 [34] et à la procédure de laboratoire LPFC-126, 1983 [35].

Le contenu de hydroxiproline des produits de viande a été déterminé conformément à SR ISO 3496: 1997. Le facteur de conversion de la hydroxiproline à collagène a été 8 - Food Standard Agency SUA, FSA [37]. La conversion du collagène dans le tissu conjonctif a impliqué la multiplication du collagène avec le rapport 37/8, conformément à Campden & Chorleywood – Guideline 22 « Meat and meat products: the calculation of meat content, added water and connective tissue from analytical data ».

Le pH a été déterminé potentiométriquement à l'aide du pH-mètre de type Hanna.

Les réactifs chimiques utilisés ont été de pureté analytique, les étalons utilisés ont été de type Merck. Le Teste Nitrite est provenu de Merck.

## **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

### **Courbes de calibration**

Les courbes de calibration, tracés pour les deux méthodes de quantification du nitrite de la solution de travail (la méthode Griess et la méthode teste nitrite) sont caractérisées par les équations linéaires de régression similaires, par les mêmes domaines de linéarité, les mêmes coefficients de régression et limites de détection (tableau 1).

*Tableau 1. Les paramètres des courbes de calibrage*

| Méthode d'analyse | Équation de régression | Domaine de linéarité   | Coefficient de régression | Limites de détection   |
|-------------------|------------------------|--|---------------------------|--|
| STAS 11581-83     | $y=0,075+ 0,1195x$     | De $20 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ jusqu'à $1 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ | 0,9992                    | De $400 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ jusqu'à $20 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ |
| Teste nitrite     | $Y=0,075+0,1160 x$     | De $20 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ jusqu'à $1 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ | 0,9996                    | De $400 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ jusqu'à $20 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ |

### Composition chimique approximative

Dans le tableau 2 sont présentées les compositions chimiques approximatives pour 28 assortiments de produits de viande salée. Les produits, analysés dans la période 2004 – 2005, représentent une gamme très large d'assortiments, composée de spécialités, des salamis émulsionnés, demi fumés et des salamis et des saucissons crus séchés.

À ces produits, le contenu d'eau a varié dans les limites 20,96 – 76,52 %, de protéines 9,38 - 29,38 %, de graisse entre 3,93 – 50,60 %, de sel entre 1,99 – 4,53 %, et le pH s'est encadré dans l'intervalle 4,82 – 7,20. Le tissu conjonctif a représenté également un composant important à la majorité des produits testés, en variant de 3,98 jusqu'à 28,17 %. De point de vue du contenu de sel, la majorité des produits étudiés font partie de la groupe des produits excessivement salés, avec un contenu de sel qui dépasse 2,3 % [38]. La méthode de dosage du nitrite avec le teste nitrite proposé a été validée par la comparaison avec la méthode de référence [34] qui utilise la réaction Griess pour la quantification du nitrite et du nitrate de divers produits de viande (28 assortiments).

Chaque groupe de produits à base de viande salée par des formulations et des technologies spécifiques a créé des conditions différentes de dégradation du nitrite et de formation du nitrate dans des substrats avec des adjonctions de nitrite seulement, sous l'action des nitrate réductases présentes dans le tissu musculaire [2, 20, 39 - 42]. Les protéines et les graisses de la matrice alimentaire sont des partenaires de réaction de l'oxyde d'azote, ainsi que les groupes –SH libres [43, 44], avec des grandes contributions dans la diminution du nitrite résiduel. Au cas des salamis et des saucissons crus séchés, pH réduit, la longue durée de maturation séchement et de dépôt ont représenté des facteurs importants dans la disparition du nitrite du système.

Conformément à notre étude concernant les niveaux de nitrite et nitrate résiduels des produits de viande salée, il y a quelques différences par rapport à la méthode d'analyse utilisée, tant pour les nitrites résiduels, que pour les nitrites totaux, après la réduction sur cadmiage de zinc spongieux. Les valeurs moyennes pour les nitrites libres et totaux ont été plus grandes au cas de l'extraction alcaline, par rapport à la méthode standard (tableau 3). On explique ces différences par la plus grande stabilité du nitrite dans le milieu alcalin, par le régime thermique plus tendre et par l'effet légèrement négatif du potassium hexacyanoferrate dans l'adsorption du nitrite. On n'a pas constaté des différences significatives au cas des deux méthodes de réduction du nitrate utilisées, dans les conditions de la correction du rendement de récupération de la colonne et de la régénération de son contenu. Dans toutes les situations, la méthode photométrique avec teste nitrite a conduit à des valeurs plus réduites, les différences étant plus grandes généralement aux produits avec des niveaux élevés de nitrites libres et totaux. Par la méthode teste nitrite, les niveaux de nitrite résiduel représentent 95,6 % des valeurs obtenues par la méthode Griess standard, 94,9 % pour la méthode alcaline, et pour les

nitrate, il y a les pourcentages: 96,2 % pour la méthode standard de réduction manuelle, 93,7 % pour la réduction par colonne, 95,1 % pour la variante d'extraction alcaline et réduction manuelle et 94,4 % pour réduction par colonne. Les résultats s'améliorent substantiellement par la réalisation des dilutions correspondantes et par l'ajustement du pH des extraits au niveau de 7,0. Pour des valeurs de pH plus réduites que 6,0, le niveau de nitrite représente moins de 96 % du nitrite déterminé par la méthode Griess, et au valeurs de pH > 8,0 on obtient un pourcent de récupération plus grand que 100 %. Au cas de la méthode photométrique avec teste nitrite, la concentration de nitrite varie linéairement avec la valeur de pH dans le domaine 4-8, le coefficient de régression étant  $r^2 = 0,991$ . L'intensité de la couleur développée au cas de l'utilisation du teste nitrite dépend dans une moindre mesure de la quantité de kit ajoutée (40-100 mg/5 mL solution de nitrite).

**Tableau 2.** La composition chimique approximative des produits de viande salée

| Assortiment               | Eau,<br>g % | Protéines,<br>g % | Graisse,<br>g % | Tissu<br>conjonctif, g % | Sel,<br>g % | pH   |
|---------------------------|-------------|-------------------|-----------------|--------------------------|-------------|------|
| Salami d'été              | 53,05       | 20,05             | 22,6            | 15,26                    | 2,55        | 6,15 |
| Salami d'été Clip         | 48,79       | 23,25             | 21,69           | 10,26                    | 2,80        | 6,38 |
| Salami de jambon          | 58,77       | 22,15             | 12,94           | 7,21                     | 2,89        | 7,11 |
| Salami mélangé            | 51,33       | 16,23             | 28,99           | 9,39                     | 2,05        | 7,31 |
| Saucisson type Cabanos I  | 46,09       | 19,98             | 29,92           | 22,48                    | 2,77        | 6,47 |
| Saucisson type Cabanos II | 47,33       | 20,29             | 27,25           | 23,63                    | 3,14        | 7,02 |
| Mortadelle I              | 64,58       | 7,48              | 22,36           | 12,72                    | 3,00        | 6,57 |
| Mortadelle fumée          | 63,66       | 10,13             | 21,21           | 8,97                     | 2,91        | 6,97 |
| Mortadelle mixte          | 69,09       | 9,23              | 17,53           | 18,78                    | 2,40        | 6,82 |
| Mortadelle paysanne       | 63,31       | 10,83             | 22,24           | 5,83                     | 2,12        | 7,14 |
| Mortadelle II             | 71,80       | 9,23              | 15,24           | 6,06                     | 2,64        | 7,14 |
| Mortadelle III            | 65,53       | 10,23             | 19,20           | 5,56                     | 2,46        | 6,78 |
| Mortadelle de porc        | 76,52       | 9,93              | 11,14           | 3,98                     | 2,34        | 7,12 |
| Mortadelle IV             | 67,32       | 10,23             | 17,88           | 6,71                     | 3,04        | 7,13 |
| Saucissons                | 56,39       | 15,24             | 23,53           | 4,62                     | 3,60        | 6,81 |
| Saucissons fumés          | 50,05       | 22,45             | 22,34           | 15,22                    | 2,85        | 6,10 |
| Saucissons paysans        | 55,89       | 21,23             | 18,11           | 10,25                    | 3,94        | 6,92 |
| Saucissons rustiques      | 48,05       | 21,24             | 25,28           | 28,17                    | 3,53        | 7,20 |
| Saucisse de Frankfurt     | 56,09       | 11,34             | 25,35           | 12,07                    | 3,07        | 7,02 |
| Filet Montana             | 73,56       | 19,24             | 3,12            | -                        | 3,78        | 6,58 |
| Filet fumé                | 71,00       | 20,1              | 6,94            | -                        | 3,58        | 6,67 |
| Viande fumée de porc      | 74,11       | 16,50             | 5,95            | -                        | 3,44        | 6,89 |
| Jambon pressé             | 73,19       | 18,92             | 3,93            | -                        | 3,09        | 6,78 |
| Salami Sibiu              | 24,58       | 29,38             | 42,49           | -                        | 4,66        | 5,95 |
| Salami Bănăţean           | 44,56       | 15,57             | 42,90           | -                        | 4,27        | 4,82 |
| Saucissons crus piquants  | 20,96       | 20,46             | 50,60           | -                        | 4,53        | 6,21 |
| Pâté de foie              | 71,78       | 9,38              | 13,69           | -                        | 1,99        | 6,87 |
| Pâté végétal              | 59,35       | 9,88              | 11,00           | -                        | 2,05        | 7,07 |

Des différences plus grandes ont été obtenues par [44] alors quand ils ont comparé les niveaux de nitrates résiduels trouvés dans la composition de salami cru après l'application de trois méthodes différentes de réduction des nitrates: « Cd manuelle », « Cd automate » et la méthode enzymatique avec NADPH et nitrate réductase (tableau 4). Les niveaux de nitrate résiduel ont été d'environ 3 fois plus grandes au cas de la

réduction enzymatique, 2 fois plus grandes pour la réduction sur « Cd automate », qu'au cas de réduction par la méthode « Cd manuelle ».

**Tableau 3.** Les niveaux de nitrites résiduels, mg NaNO<sub>2</sub> %

| Assortiment                 | Méthode STAS d'extraction (I) |                                       | Méthode alcaline d'extraction (II) |                                       |
|-----------------------------|-------------------------------|---------------------------------------|------------------------------------|---------------------------------------|
|                             | Colorimétrique Griess         | Méthode photométrique „Teste nitrite” | Colorimétrique Griess              | Méthode photométrique „Teste nitrite” |
| Salami d'été                | 2,09                          | 1,90                                  | 2,10                               | 1,92                                  |
| Salami d'été Clip           | 0,57                          | 0,54                                  | 0,58                               | 0,59                                  |
| Salami de jambon            | 3,99                          | 3,93                                  | 4,68                               | 4,67                                  |
| Salami mélangé              | 3,32                          | 3,19                                  | 3,56                               | 3,44                                  |
| Saucisson type Cabanos I    | 1,58                          | 1,50                                  | 1,62                               | 1,61                                  |
| Saucisson type Cabanos II   | 4,36                          | 4,20                                  | 4,64                               | 4,38                                  |
| Mortadelle I                | 1,19                          | 1,18                                  | 1,20                               | 1,15                                  |
| Mortadelle fumée            | 13,48                         | 12,57                                 | 13,89                              | 12,27                                 |
| Mortadelle mixte            | 0,56                          | 0,50                                  | 0,61                               | 0,58                                  |
| Mortadelle II               | 1,39                          | 1,08                                  | 1,20                               | 1,05                                  |
| Mortadelle III              | 6,64                          | 6,31                                  | 7,05                               | 6,89                                  |
| Saucissons                  | 2,64                          | 2,40                                  | 2,39                               | 2,06                                  |
| Saucissons fumés            | 0,40                          | 0,36                                  | 0,42                               | 0,38                                  |
| Saucissons paysans          | 12,20                         | 11,17                                 | 12,83                              | 11,67                                 |
| Saucissons rustiques        | 4,87                          | 4,92                                  | 5,36                               | 5,25                                  |
| Saucisse de Frankfurt       | 7,04                          | 6,90                                  | 7,14                               | 6,86                                  |
| Filet Montana               | 1,89                          | 1,83                                  | 1,92                               | 1,85                                  |
| Filet fumé                  | 1,90                          | 1,87                                  | 1,95                               | 1,93                                  |
| Viande fumée de porc        | 4,48                          | 4,45                                  | 4,52                               | 4,50                                  |
| Jambon pressé               | 8,30                          | 8,37                                  | 8,45                               | 8,35                                  |
| Salami Sibiu                | 0,25                          | 0,26                                  | 0,27                               | 0,26                                  |
| Salami Bănăţean             | 0,67                          | 0,65                                  | 0,75                               | 0,67                                  |
| Saucissons crus piquants    | 0,80                          | 0,78                                  | 0,73                               | 0,86                                  |
| Pâté de foie                | 1,86                          | 1,80                                  | 1,39                               | 1,42                                  |
| Pâté végétal                | ND*                           | ND                                    | ND                                 | ND                                    |
| <b>Données statistiques</b> |                               |                                       |                                    |                                       |
| Valeur moyenne              | 3,60                          | 3,44                                  | 3,72                               | 3,53                                  |
| Déviati on standard         | 3,62                          | 3,42                                  | 3,79                               | 3,47                                  |
| Erreur standard             | 0,74                          | 0,70                                  | 0,77                               | 0,71                                  |
| 95% conf.                   | 1,53                          | 1,44                                  | 1,60                               | 1,47                                  |
| 99% conf.                   | 2,07                          | 1,96                                  | 2,17                               | 2,00                                  |

ND\*-non détecté

Les différences sont justifiées par les interférences dérivées des matrices alimentaires complexes des salamis (ascorbates, polyphosphates), en particulier au cas des concentrations réduites de substances analysées [45] et par les prétraitements différents appliqués aux échantillons.

## CONCLUSIONS

1. La méthode d'extraction des nitrites et des nitrates du substrat complexe des produits de viande a un rôle décisif sur la quantification des niveaux de nitrites et nitrates

résiduels. La méthode alcaline (pH 8 - 10) conduit à des pourcents plus grands de récupération des nitrites (98 – 102 %), par rapport à la méthode STAS (95 - 97 %);

**Tableau 4. Les niveaux de nitrates résiduels, mg NaNO<sub>3</sub> %**

| Assortiment                 | Méthode STAS d'extraction (I) |               |                                  |               | Méthode alcaline d'extraction (II) |               |                                  |               |
|-----------------------------|-------------------------------|---------------|----------------------------------|---------------|------------------------------------|---------------|----------------------------------|---------------|
|                             | Réduction manuelle de cadmium |               | Réduction par colonne de cadmium |               | Réduction manuelle de cadmium      |               | Réduction par colonne de cadmium |               |
|                             | Griess                        | Teste nitrite | Griess                           | Teste nitrite | Griess                             | Teste nitrite | Griess                           | Teste nitrite |
| Salami d'été                | 11,56                         | 11,52         | 10,08                            | 9,95          | 11,85                              | 11,43         | 10,35                            | 10,21         |
| Salami d'été Clip           | 2,37                          | 2,23          | 1,72                             | 1,63          | 2,39                               | 2,20          | 1,93                             | 1,84          |
| Salami de jambon            | 3,36                          | 3,17          | 4,10                             | 3,10          | 3,23                               | 2,70          | 3,60                             | 2,69          |
| Salami mélangé              | 1,97                          | 1,86          | 2,34                             | 2,38          | 2,44                               | 1,92          | 2,33                             | 2,13          |
| Saucisson type Cabanos I    | 2,32                          | 2,30          | 2,54                             | 2,18          | 2,81                               | 2,66          | 2,56                             | 2,29          |
| Saucisson type Cabanos II   | 2,44                          | 2,30          | 2,25                             | 1,81          | 2,81                               | 2,66          | 2,56                             | 2,29          |
| Mortadelle I                | 6,12                          | 7,37          | 6,89                             | 6,12          | 7,22                               | 6,89          | 7,12                             | 6,28          |
| Mortadelle fumée            | 1,31                          | 1,23          | 1,23                             | 1,11          | 1,23                               | 1,36          | 1,11                             | 0,99          |
| Mortadelle mixte            | 2,29                          | 2,15          | 2,84                             | 2,13          | 2,17                               | 2,08          | 2,78                             | 2,03          |
| Mortadelle II               | 7,82                          | 7,37          | 6,89                             | 6,37          | 7,22                               | 6,89          | 7,12                             | 6,28          |
| Mortadelle III              | 0,76                          | 0,71          | 0,87                             | 0,79          | 0,85                               | 0,90          | 0,84                             | 0,80          |
| Saucissons                  | 12,27                         | 11,56         | 12,17                            | 12,07         | 12,92                              | 12,39         | 12,90                            | 13,13         |
| Saucissons fumés            | 1,16                          | 1,10          | 1,42                             | 1,60          | 1,70                               | 1,84          | 1,91                             | 1,85          |
| Saucissons paysans          | 2,64                          | 2,49          | 3,39                             | 3,12          | 2,54                               | 1,74          | 1,54                             | 1,28          |
| Saucissons rustiques        | 4,73                          | 4,46          | 5,28                             | 4,82          | 4,59                               | 4,55          | 4,35                             | 4,23          |
| Saucisse de Frankfurt       | 1,91                          | 2,08          | 2,17                             | 2,18          | 2,08                               | 2,14          | 1,96                             | 1,91          |
| Filet Montana               | 6,22                          | 5,86          | 6,06                             | 5,97          | 6,34                               | 6,23          | 6,96                             | 6,59          |
| Filet fumé                  | 8,59                          | 8,09          | 8,50                             | 8,46          | 8,89                               | 8,57          | 8,91                             | 8,72          |
| Viande fumée de porc        | 3,50                          | 3,30          | 3,63                             | 3,516         | 3,72                               | 3,67          | 3,87                             | 3,81          |
| Jambon pressé               | 4,68                          | 4,41          | 4,69                             | 4,66          | 4,92                               | 4,79          | 4,96                             | 4,792         |
| Salami Sibiu                | 7,74                          | 7,28          | 7,72                             | 7,42          | 8,67                               | 8,16          | 8,73                             | 8,29          |
| Salami Bănăţean             | 10,38                         | 9,78          | 10,95                            | 9,88          | 12,75                              | 12,29         | 12,37                            | 12,32         |
| Saucissons crus piquants    | 10,66                         | 10,04         | 10,87                            | 10,71         | 10,85                              | 10,13         | 10,88                            | 10,04         |
| Pâté de foie                | 8,94                          | 8,43          | 7,97                             | 7,63          | 8,71                               | 8,19          | 8,72                             | 7,95          |
| Pâté végétal                | 7,02                          | 6,62          | 7,32                             | 5,95          | 6,00                               | 5,65          | 7,23                             | 6,98          |
| <b>Données statistiques</b> |                               |               |                                  |               |                                    |               |                                  |               |
| Valeur moyenne              | 5,31                          | 5,11          | 5,36                             | 5,02          | 5,56                               | 5,29          | 5,50                             | 5,19          |
| Déviaton standard           | 3,59                          | 3,44          | 3,41                             | 3,33          | 3,79                               | 3,64          | 3,73                             | 3,71          |
| Erreur standard             | 0,72                          | 0,69          | 0,68                             | 0,67          | 0,76                               | 0,73          | 0,75                             | 0,74          |
| 95 % conf.                  | 1,48                          | 1,42          | 1,49                             | 1,380         | 1,56                               | 1,50          | 1,54                             | 1,53          |
| 99 % conf.                  | 2,01                          | 1,93          | 1,91                             | 1,87          | 2,12                               | 2,04          | 2,09                             | 2,08          |

2. La réduction des nitrates par colonne de cadmium métallique a été moins efficiente par rapport à la réduction manuelle à cadmium métallique. Les pourcents de



récupération obtenues ont été de 95 – 101 % au cas de la réduction manuelle, par rapport à 89 – 98 % au cas de la méthode de réduction par colonne de cadmium spongieux;

**3.** La méthode photométrique de dosage du nitrite libre et total des produits de viande à l'aide du Teste nitrite est une méthode simple, reproductible, avec une précision adéquate, plus sûre pour l'opérateur et plus rapide par rapport à la méthode colorimétrique STAS Griess;

**4.** Par l'utilisation de la méthode avec teste nitrite on obtient des valeurs un peu plus réduites en particulier pour la méthode STAS d'extraction. Les meilleurs pourcents de récupération (94 – 100 %) sont obtenues au cas de l'extraction alcaline ou quand le pH de l'extrait est réglé au niveau de 7,0.

## REFERENCES

1. WHO: *Health Hazards from Nitrates in Drinking, Water. Environmental Health Criteria 1*, Copenhagen: World Health Organization Regional Office for Europe, **1985**.
2. STAS 3001-91, Standard de Stat, STAS Apa, Romania, **1991**
3. Epley, J.R., Addis, B.P., Warthesen, J.J.: *Nitrite in Meat*, [www.extension.umn.edu](http://www.extension.umn.edu) **1992**.
4. Ionescu, A., Vâță, C., Zara, M., Aprodu, I., Vasile, A.: Quality and collagen content evaluation of various types of salami, *Papers of International Symposion, Euro-Aliment*, Editura Academica, Galați, **2005**, 46-52.
5. Singhal, S.R., et al.: Permitted Preservatives-Nitrate and nitrite, in: *Encyclopedia of Food Microbiology*, vol. **III**, (Robinson K.R. ed.), Academic Press, London, **2000**, 1762.
6. Pierson, M.D., Smoot, L.A.: Nitrite, nitrite alternatives and the control of *Clostridium botulinum* in cured meats, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, **1982**, **17**, 141-187.
7. Cassens, R.: Use of sodium nitrite in cured meats today, *Food Technology*, **1995**, July, 72-80.
8. Skibsted, L.H.: Cured meat products and their oxidative stability, in *The chemistry of muscle-based foods* (Johnston D.E., Knight M.K., Ledward D.A., editors), The Royal Society of Chemistry, Cambridge, **1992**, 266-286.
9. Kanner, J.: Oxidative processes in meat and meat products: quality implications. *Meat Science*, **1994**, **36**, 169-189.
10. Binkered, E.F., Kolari, O.E.: The history and use of nitrite and nitrate in the curing of meat, *Food and Cosmetics Toxicology*, **1975**, **13**, 655–661.
11. Noel, P., Briand, E., Dumont, J.P.: Role of nitrite in flavour development in uncooked cured meat products: sensory assessment, *Meat Science*, **1990**, **28**, 1-8.
12. Magee, P.N., Barnes, J.M.: Carcinogenic nitroso compounds, *Advances in Cancer Research*, **1967**, **10**, 163-169.
13. Ministry of Agriculture, Fisheries and Food, Great Britain (MAFF): Nitrate, nitrite and N-nitroso compounds in food: second report, *Food Surveillance*, Paper 32, **1992**.

14. Bruning-Fann, C.S., Kaneene, J.B.: The effects of nitrate, nitrite and N-nitroso compounds on human health: a review, *Vet. Human Toxicol.*, **1993**, 35, (6), 521-538.
15. Bartsch, H., Ohshima, H., Shuker, D.E.G., Pignatelli, B., Calmels, S.: Exposure of humans to endogenous N-nitroso compounds: implications in cancer etiology, *Mutat. Res.*, **1990**, 238, 255-267
16. Hill, M.J.: Mechanisms of gastric carcinogenesis, *Eur. J. Cancer Prev.* 2 (suppl. 2), **1993**, 73-78.
17. Mirvish, S.S.: Role of N-nitroso compounds (NOC) and N-nitrosation in etiology of gastric, esophageal, nasopharyngeal and bladder cancer and contribution to cancer of known exposures to NOC, *Cancer Lett.*, **1995**, 93, 17-48.
18. Pobel, D., Riboli, E., Cornée, J., Hémon, B., Guyader, M.: Nitrosamine, nitrate and nitrite in relation to gastric cancer: A case-control study in Marseille, France, *Eur. J. Epidemiol.*, **1995**, 11, 67-73.
19. Cantoni, C., Bianchi Paleari, M.A.: Nitrati, nitriti, nitrosamine e cancro, *Archivio Veterinario Italiano, Supplemento 2*, **1980**.
20. Ionescu, A.: *Studii privind îmbunătățirea proceselor tehnologice în vederea reducerii conținutului de nitrozamine al unor produse din carne* (teză de doctorat), **1990**
21. Spiegelhalder, B., Eisenbrand, G., Preussmann, R.: Influence of dietary nitrate on nitrite content of the human saliva: possible relevance to in vivo formation of N-nitroso compounds, *Food and Cosmetics Toxicology*, **1976**, 14, 545-548.
22. Tenovuo, J.: The biochemistry of nitrates, nitrites, nitrosamines and other potential carcinogens in human saliva, *Oral Pathol.*, **1986**, 15 (6), 303-307.
23. Shapiro, K.B., Hotchkiss, J.H., Roe, D.A.: Quantitative relationship between oral nitrate-reducing activity and the endogenous formation of N-nitrosoamino acids in humans, *Food Chem. Toxicol.*, **1991**, 29 (11), 751-755.
24. Li, J.Z., Wu, X.C., Yuan, R., Lin, H.G., Yu, R.Q.: Cobalt phthalocyanine derivatives as neutral carriers for nitrite-sensitive poly (vinyl chloride) membrane electrodes, *Analyst*, **1994**, 119 (6), 1363-1366.
25. Schaller, U., Bakker, E., Spichiger, U.E., Pretsch, E.: Nitrite-selective microelectrodes, *Talanta*, **1994**, 41, 1001-1005.
26. Olmos, R.P., Yoldi, I., Ruiz, M.P., Merino, M.: Potentiometric Determination of Nitrite in Meat Products using a nitrite-Selective Electrode, *Japan Analytical Chemistry*, **1998**, 14, 1001-1003.
27. Bertotti, M., Pletcher, D.: Amperometric determination of nitrite via reaction with iodide using microelectrodes, *Analytica Chimica Acta*, **1997**, 337, 49-55.
28. Zayats, M., Kharitonov, B.A., Katz, E., Willner, I.: An integrated relay/nitrate reductase field-effect transistor for the sensing of nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ), *Analyst*, **2001**, 126, 652-657.
29. Ximenes, M.I.N., Rath, S., Reyes, F.G.R.: Polarographic determination of nitrate in vegetables, *Talanta*, **2000**, 51, 49-56.
30. Ötzeğin, N., Nutku, M.S., Erim, F.B.: Simultaneous determination of nitrite and nitrate in meat products and vegetables by capillary electrophoresis, *Food Chemistry*, **2002**, 76, 103-106.

31. Merino, L, Edberg, U, Fuchs, G, Aman, P.: Liquid chromatographic determination of residual nitrite/nitrate in foods: NMKL collaborative study. *J. AOAC Int.*, **2000**, **83** (2), 365-375.
32. Kawakami, T., Igrashi, S.: Highly sensitive spectrophotometric determination of nitrite ion using 5,10,15,20-tetrakis (4-aminophenyl) porphine for application to natural waters, *Analytica Chimica Acta*, **1996**, **333**, 175–180.
33. AOAC: *Official methods of analysis (16th ed.)*, Gaithersburg: Association of Official Analytical Chemists, **1997**.
34. STAS 11581–83: Produse de legume, fructe și legume cu carne, *Determinarea conținutului de nitriți și nitrați*, România, **1983**.
35. \* \* \* *Colorimetric Determination of Nitrate and Nitrite in Foods*, Laboratory Procedure LPFC-126, Health Protection Branch Laboratories Bureau of Chemical Safety Ottawa, **1983**.
36. AOAC: *Official methods of analysis Association of official Analytical chemists*. Washington D.C., **1990**.
37. \* \* \*: Guidance Note No. 14: *The Application of Commission Directive 2001/101/EC as Amended by Commission Directive 2002/86/EC on the Definition of Meat*, **2002**.
38. Skrökki, A.: Additives in Finnish Sausages and other Meat Products, *Meat Science*, **1994**, **39**, 311-315.
39. Goutefongea, R., Cassens, R.G., Woolford, G.: Distribution of sodium nitrite in adipose tissue during curing. *Journal of Food Science*, **1977**, **42**, 1637-1641.
40. Lee, S.H., Cassens, R.G., Winder, W.C., Fennema, O.R.: Factors affecting the formation of nitrate from added nitrite in model systems and cured meat products, *Journal of Food Science*, **1978**, **43**, 673-676.
41. O'Boyle, A.R., Rubin, L.J., Diosady L.L., Aladin-Kassam, N., Comer, F., Brightwell, W.: *Food Technol.*, **1990**, **44**, 88.
42. Pérez-Rodriguez, M.L., Bosch, N., Garcia-Mata, M.: Monitoring nitrite and nitrate residues in frankfurters during processing and storage, *Meat Science*, **1996**, **44**, 65-73.
43. Cassens, R.G., Woolford, G., Lee, S.H., Goutefongea, R.: Fate of nitrite in meat, *Proceedings 2<sup>nd</sup> International Symposium of Nitrite in Meat Products*, Zest, Pudoc, Wageningen, The Netherlands, **1976**, 95-100.
44. Zanardi, E., Dazzi, G., Madarena, G., Chizzolini, R.: Comparative study on nitrite and nitrate ions determination, *Ann. Fac. Medic. Vet. di Parma*, **2002**, **XXII**, 79-86.
45. Dennis, M.J., Key, P.E., Papworth, T., Pointer, M., Massey, R.C.: The determination of nitrate and nitrite in cured meat by HPLC/UV, *Food Additives and Contaminants*, **1990**, **7**, 455-461.
46. Brewer, M.S.: *Traditional Preservatives – Sodium Chloride*, in: Encyclopedia of Food Microbiology, vol. **III**, (Robinson K.R. ed.), Academic Press, London, **2000**.