

Vu le décret exécutif n° 12-203 du 14 Joumada Ethania 1433 correspondant au 6 mai 2012 relatif aux règles applicables en matière de sécurité des produits ;

Vu le décret exécutif n° 13-328 du 20 Dhou El Kaâda 1434 correspondant au 26 septembre 2013 fixant les conditions et les modalités d'agrément des laboratoires au titre de la protection du consommateur et de la répression des fraudes ;

Arrête :

Article 1er. — En application des dispositions de l'article 19 du décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, susvisé, le présent arrêté a pour objet de rendre obligatoire la méthode de détermination de la teneur en matières grasses brutes et en matières grasses totales des céréales, des produits céréaliers et des aliments pour animaux par la technique d'extraction de Randall.

Art. 2. — Pour la détermination de la teneur en matières grasses brutes et en matières grasses totales des céréales, des produits céréaliers et des aliments pour animaux par la technique d'extraction de Randall, les laboratoires du contrôle de la qualité et de la répression des fraudes et les laboratoires agréés à cet effet, doivent employer la méthode jointe en annexe du présent arrêté.

Cette méthode doit être utilisée par le laboratoire lorsqu'une expertise est ordonnée.

Art. 3. — Le présent arrêté sera publié au *Journal officiel* de la République algérienne démocratique et populaire.

Fait à Alger, le 21 Joumada El Oula 1437 correspondant au 1er mars 2016.

Bekhti BELAÏB.

ANNEXE

Méthode de détermination de la teneur en matières grasses brutes et en matières grasses totales des céréales, des produits céréaliers et des aliments pour animaux par la technique d'extraction de Randall.

1 DOMAINE D'APPLICATION :

La présente méthode a pour objet de définir des modes opératoires pour la détermination de la teneur en matières grasses des céréales, des produits céréaliers et des aliments pour animaux.

Cette méthode ne s'applique pas aux graines et fruits oléagineux.

Le choix des modes opératoires A ou B à appliquer, dépend de la nature et de la composition du produit à analyser, ainsi que de l'objet de l'analyse.

Le mode opératoire A est une méthode de détermination des matières grasses brutes directement extractibles, applicable à tous les produits sauf ceux relevant du domaine d'application du mode opératoire B.

MINISTERE DU COMMERCE

Arrêté du 21 Joumada El Oula 1437 correspondant au 1er mars 2016 rendant obligatoire la méthode de détermination de la teneur en matières grasses brutes et en matières grasses totales des céréales, des produits céréaliers et des aliments pour animaux par la technique d'extraction de Randall.

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 15-125 du 25 Rajab 1436 correspondant au 14 mai 2015, modifié, portant nomination des membres du Gouvernement ;

Vu le décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, relatif au contrôle de la qualité et à la répression des fraudes, notamment son article 19 ;

Vu le décret exécutif n° 02-453 du 17 Chaoual 1423 correspondant au 21 décembre 2002 fixant les attributions du ministre du commerce ;

Vu le décret exécutif n° 05-465 du 4 Dhou El Kaâda 1426 correspondant au 6 décembre 2005 relatif à l'évaluation de la conformité ;

Le mode opératoire B est une méthode de détermination des matières grasses totales, applicable à tous les produits dont il n'est pas possible d'extraire complètement les huiles et graisses sans procéder à une hydrolyse préalable.

NOTE- La plupart des céréales, ainsi que les aliments pour animaux d'origine animale, les levures, les protéines de pomme de terre, les aliments composés pour animaux contenant des produits laitiers, les glutens et les produits transformés par certaines techniques telles que l'extrusion, le floconnage et le chauffage donnent des teneurs en matières grasses totales significativement plus élevées lorsqu'elles sont soumises à essai avec le mode opératoire B, qu'avec le mode opératoire A.

2. DEFINITIONS :

2.1 Teneur en matières grasses brutes : Fraction massique de substance extraite de l'échantillon selon le mode opératoire A spécifié dans la présente méthode.

2.2 Teneur en matières grasses totales : Fraction massique extraite de l'échantillon selon le mode opératoire B spécifié dans la présente méthode.

NOTE- La teneur en matières grasses brutes et totales est exprimée en fraction massique en pourcentage.

3. PRINCIPE :

La matière grasse brute ou totale est extraite à l'aide d'éther de pétrole utilisé comme solvant, au moyen de la technique de Soxhlet modifiée par Randall.

La prise d'essai est immergée dans le solvant en ébullition, puis rincée dans le solvant froid, ce qui permet de réduire la durée de l'extraction.

Le solvant dissout les graisses, huiles, pigments et autres substances solubles. Après extraction, le solvant est évaporé et récupéré par condensation.

Le résidu de matières grasses brutes ou totales est déterminé par gravimétrie après séchage.

Pour la détermination de la teneur en matières grasses totales, l'échantillon doit faire l'objet au préalable d'une hydrolyse (7.4) par chauffage en présence d'acide chlorhydrique (HCL). Cette hydrolyse rend les matières grasses chimiquement ou mécaniquement liées accessibles au solvant d'extraction. Le mélange obtenu est refroidi et filtré. Le résidu est lavé et séché et ensuite il est soumis à l'opération d'extraction (7.5).

Dans le cas des échantillons ayant une teneur en matières grasses élevée (c'est-à-dire, au moins, 100 g/kg), ces derniers doivent faire l'objet d'une extraction préliminaire (7.3) avant d'appliquer le mode opératoire B pour déterminer la teneur en matières grasses totales.

4 REACTIFS :

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau conforme aux exigences de qualité.

4.2 Éther de pétrole constitué principalement d'hydrocarbures avec six (6) atomes de carbone, ayant une plage d'ébullition comprise entre 30 °C et 60 °C.

L'indice de brome doit être inférieur à 1 et le résidu d'évaporation inférieur à 20 mg/l.

4.3 Billes de verre de 5 mm à 6 mm de diamètre ou pastilles en carbure de silicium.

4.4 Acide chlorhydrique, c(HCL) = 3 mol/l.

4.5 Adjuvant de filtration, par exemple terre de diatomée portée à ébullition pendant 30 min dans l'acide chlorhydrique, c(HCL) = 6 mol/l, lavée à l'eau (4.1) jusqu'à disparition de l'acide, puis séchée à 130 °C.

4.6 Acétone.

4.7 Coton dégraissé.

5. APPAREILLAGE :

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.1 Système d'extraction du solvant, dispositif d'extraction en deux étapes selon la technique de Randall, avec cycle de récupération du solvant, équipé de joints en fluoroélastomère ou en polytétrafluoroéthylène compatibles avec l'éther de pétrole ;

5.2 Appareil à hydrolyse I, appareil à hydrolyse à positions multiples, permettant de réaliser l'ébullition avec l'acide, compatible avec le système d'extraction du solvant (5.1), utilisé pour l'hydrolyse selon (7.4.1) ;

5.3 Appareil à hydrolyse II constitué soit d'un bécher d'une capacité de 400 ml et d'un verre de montre de diamètre approprié pour recouvrir le bécher, soit d'une fiole conique d'une capacité de 300 ml avec un réfrigérant à reflux, utilisé pour l'hydrolyse selon (7.4.2) ;

5.4 Étuve pouvant être maintenue à $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$;

5.5 Four à micro-ondes avec une position de décongélation ;

5.6 Dessiccateur contenant un siccatif efficace ;

5.7 Cartouches à extraction en cellulose exemptes de produits extractibles par l'éther de pétrole muni d'un support pour maintenir les cartouches ;

5.8 Nacelles pour extracteur en aluminium ou en verre compatibles avec le système d'extraction du solvant (5.1) ;

5.9 Cartouches en verre pour hydrolyse ;

5.10 Balance analytique ayant une capacité de lecture à 0,1 mg près ;

5.11 Moulin ou broyeur équipé d'une grille de 1 mm ou, pour des échantillons dont la fraction massique de matières grasses est comprise entre 15 % et 20 %, un broyeur à couteaux refroidi à l'eau.

6. ECHANTILLONNAGE :

L'échantillon doit être représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage. L'échantillonnage doit se faire conformément aux exigences fixées par la réglementation en vigueur, le cas échéant, aux normes reconnues à l'échelle internationale.

7. MODE OPERATOIRE :

7.1 Préparation de l'échantillon pour essai :

Broyer (5.11) les échantillons à une granulométrie inférieure à 1 mm.

7.2 Prise d'essai :

La prise d'essai " m_1 " est constituée de 1 g à 5 g de l'échantillon pour essai broyé et pesée à 1 mg près.

Si la teneur en matières grasses de l'échantillon pour essai est supérieure à 100 g/kg, débiter le mode opératoire par l'extraction préliminaire (7.3) pour la détermination de la teneur en matières grasses totales et poursuivre avec l'hydrolyse (7.4) et puis l'extraction (7.5).

Dans tous les autres cas, débiter le mode opératoire par :

— l'extraction (7.5) pour la détermination de la teneur en matières grasses brutes (mode opératoire A).

— l'hydrolyse (7.4) pour la détermination de la teneur en matières grasses totales (mode opératoire B).

7.3 EXTRACTION PRELIMINAIRE :

7.3.1 Respecter les instructions du fabricant concernant le fonctionnement du système d'extraction du solvant (5.1).

7.3.2 Ajouter 5 à 10 billes de verre (4.3) et placer les nacelles de l'extracteur (5.8) dans l'étuve (5.4) pendant, au moins, 30 min à $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

Transférer les nacelles de l'extracteur dans un dessiccateur (5.6) et laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Peser les nacelles de l'extracteur et enregistrer leur masse " m_2 " à 0,1 mg près.

7.3.3 Peser la prise d'essai dans une cartouche en verre (5.9) si l'appareil à hydrolyse I (5.2) est utilisé, ou dans la cartouche à extraction (5.7) si l'appareil à hydrolyse II (5.3) est utilisé. Ajouter l'adjuvant de filtration (4.5) si le fabricant le recommande.

7.3.4 Régler la température de manière à obtenir un reflux de l'éther de pétrole (4.2) de 3 à 5 gouttes/s (environ 10 ml/min). Préchauffer l'instrument et s'assurer que l'eau de refroidissement des réfrigérants à reflux circule normalement. Avec une eau de refroidissement à environ $15 ^\circ\text{C}$, il convient de régler le débit à 2 L /min pour éviter toute évaporation du solvant au niveau des réfrigérants.

7.3.5 Placer les cartouches à extraction contenant les prises d'essai dans les colonnes d'extraction. Placer les nacelles sous les colonnes d'extraction et les maintenir en place.

Ajouter, selon les instructions du fabricant, 40 ml à 60 ml d'éther de pétrole dans chaque nacelle de l'extracteur. S'assurer que les nacelles sont associées aux cartouches correspondantes.

7.3.6 Rincer avec de l'éther de pétrole (4.2) pendant 20 min et récupérer le solvant pendant 10 min.

7.3.7 Retirer les nacelles de l'extracteur et les placer sous une hotte aspirante jusqu'à disparition de toute trace de solvant.

7.3.8 Sécher les nacelles à $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ dans l'étuve (5.4) pendant 30 min. Un séchage excessif peut oxyder la matière grasse et donner des résultats élevés. Refroidir dans un dessiccateur (5.6) jusqu'à température ambiante et peser à 0,1 mg près " m_3 ". Procéder conformément à (7.4).

7.4 Hydrolyse :

Procéder selon (7.4.1) ou (7.4.2).

7.4.1 Hydrolyse avec l'appareil I (5.2) :

Pour l'hydrolyse, suivre les instructions du fabricant.

Transférer les cartouches à extraction (5.9) contenant la prise d'essai préalablement extraite ou, s'il n'y a pas eu d'extraction préalable, peser la prise d'essai " m_1 " dans une cartouche en verre (5.9) de l'appareil à hydrolyse I (5.2).

Ajouter un adjuvant de filtration (4.5), si nécessaire, et 130 ml de l'acide chlorhydrique (HCL) (4.4) à chaque prise d'essai et porter à ébullition pendant 1 h.

Filtrer et rincer le résidu à l'eau (4.1) chaude ($60 ^\circ\text{C}$) jusqu'à ce qu'il ne contienne plus d'acide.

Nettoyer toutes les surfaces sur lesquelles la matière grasse pourrait adhérer à l'aide d'un coton dégraissé (4.7) trempé dans l'acétone (4.6).

Ajouter le coton utilisé pour le nettoyage du résidu de la cartouche (5.9) et sécher jusqu'à masse constante, par exemple au four à micro-ondes (5.5) en position de décongélation pendant 1 h. S'assurer que toute l'acétone s'est évaporée avant le séchage.

7.4.2 Hydrolyse avec l'appareil II (5.3) :

Transférer la prise d'essai préalablement extraite ou peser la prise d'essai " m_1 " dans un bécher ou dans une fiole conique (5.3). Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (HCL) (4.4) et des pastilles de carbure de silicium (4.3).

Couvrir le bécher avec un verre de montre ou équiper la fiole conique d'un réfrigérant à reflux. Faire bouillir doucement le mélange sur une flamme ou sur une plaque chauffante pendant 1 h.

Remuer toutes les 10 min pour éviter que le mélange adhère aux parois du récipient.

Refroidir à température ambiante et ajouter une quantité d'adjuvant de filtration (4.5) suffisante pour empêcher toute perte de matière grasse pendant la filtration.

Filtrer à travers un papier filtre double humide, dépourvu de matière grasse, dans un entonnoir de Buchner à aspiration.

Laver le résidu à l'eau froide (4.1) jusqu'à l'obtention d'un filtrat neutre. Nettoyer toutes les surfaces sur lesquelles la matière grasse pourrait adhérer à l'aide d'un coton dégraissé (4.7) trempé dans l'acétone (4.6). Ajouter le coton utilisé pour le nettoyage au résidu sur le filtre et sécher jusqu'à masse constante, par exemple au four à micro-ondes (5.5) en position de décongélation pendant 1 h. S'assurer que toute l'acétone s'est évaporée avant le séchage.

NOTE- Si de l'huile ou de la graisse apparaît à la surface du filtrat, les résultats peuvent être faussés. Dans ce cas, répéter le mode opératoire avec une prise d'essai de plus petite taille ou, de préférence, en recourant à une extraction préliminaire (7.3).

Retirer soigneusement le filtre et placer le papier filtre double contenant le résidu dans une cartouche à extraction (5.7) et sécher le résidu jusqu'à masse constante, par exemple au four à micro-ondes (5.5) en position de décongélation pendant 1 h. Retirer la cartouche du four et la recouvrir d'un tampon de coton dégraissé (4.7).

7.5 Extraction :

7.5.1 Pour l'extraction, suivre les instructions du fabricant relatives au fonctionnement de l'extracteur.

7.5.2 Ajouter 5 à 10 billes de verre (4.3) et sécher les nacelles de l'extracteur (5.8) dans l'étuve (5.4) à (103 ± 2) °C, pendant 30 min ou jusqu'à masse constante.

Transférer les dans un dessiccateur (5.6) et refroidir à température ambiante. Peser les nacelles d'extraction et enregistrer leur masse " m_4 " à 0,1 mg près.

7.5.3 Régler la température de manière à obtenir un reflux de solvant de 3 à 5 gouttes/s (environ 10 ml/min). Préchauffer le système d'extraction du solvant (5.1) et s'assurer que l'eau de refroidissement des réfrigérants à reflux circule normalement.

Avec une eau de refroidissement à environ 15 °C, il convient de régler le débit à 2 L/min pour éviter toute évaporation du solvant au niveau des réfrigérants.

7.5.4 Fixer les cartouches contenant les prises d'essai (7.2) ou les prises d'essai issues de l'hydrolyse (7.4) aux colonnes d'extraction. Placer les nacelles sous les colonnes d'extraction et les maintenir en place.

S'assurer que les nacelles sont associées aux cartouches correspondantes.

7.5.5 Ajouter un volume suffisant d'éther de pétrole (4.2) dans chaque nacelle pour recouvrir la prise d'essai lorsque les cartouches sont en ébullition.

7.5.6 Maintenir à ébullition l'éther de pétrole (4.2) pendant 20 min, rincer pendant 40 min et récupérer le solvant pendant 10 min.

7.5.7 Retirer les nacelles de l'extracteur et les placer sous une hotte aspirante jusqu'à disparition de toute trace de solvant.

7.5.8 Sécher les nacelles à (103 ± 2) °C dans l'étuve (5.4) pendant deux (2) h, temps suffisant pour éliminer l'eau. Un séchage excessif peut oxyder la matière grasse et donner des résultats élevés.

Refroidir dans un dessiccateur jusqu'à température ambiante et peser la masse " m_5 " à 0,1 mg près.

8 CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS :

8.1 Détermination avec extraction préliminaire :

Calculer la teneur en matières grasses totales de l'échantillon pour essai, w_1 , sous forme de fraction massique en pourcentage, à l'aide de l'équation suivante :

$$w_1 = \left[\left(\frac{m_3 - m_2}{m_1} \right) + \left(\frac{m_5 - m_4}{m_1} \right) \right] \times 100$$

Où :

m_1 est la masse en grammes de la prise d'essai (7.2) ;

m_2 est la masse en grammes de la nacelle de l'extracteur avec les billes de verre utilisées en (7.3) ;

m_3 est la masse en grammes de la nacelle de l'extracteur avec les billes de verre et le résidu d'extrait d'éther de pétrole séché obtenu en (7.3) ;

m_4 est la masse en grammes de la nacelle de l'extracteur avec les billes de verre utilisées en (7.5) ;

m_5 est la masse en grammes de la nacelle de l'extracteur avec les billes de verre et le résidu séché extrait par l'éther de pétrole, obtenu en (7.5).

Exprimer le résultat à 0,1 % près.

8.2 Détermination sans extraction préliminaire :

Calculer la teneur en matières grasses brutes ou matières grasses totales de l'échantillon pour essai, w_2 , sous forme de fraction massique en pourcentage, à l'aide de l'équation suivante :

$$w_2 = \left(\frac{m_5 - m_4}{m_1} \right) \times 100$$

Exprimer le résultat à 0,1 % près.

9. FIDELITE :**9.1 Répétabilité (r) :**

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur le même matériau soumis à essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne dépasse pas 5% des cas les limites de répétabilité suivantes :

— pour le mode opératoire A et pour des produits dont la teneur en matières grasses brutes est comprise entre 0,48 g/100g et 25,77 g/100g, $r = 0,25$.

— pour le mode opératoire B et pour des produits dont la teneur en matières grasses totales est comprise entre 1,07 g/100g et 27,08 g/100g, $r = 0,35$.

9.2 Reproductibilité (R) :

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur le même matériau soumis à essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, ne dépasse pas 5% des cas les limites de reproductibilité suivantes :

— pour le mode opératoire A et pour des produits dont la teneur en matières grasses brutes est comprise entre 0,48 g/100g et 25,77 g/100g, $R = 0,63$.

— pour le mode opératoire B et pour des produits dont la teneur en matières grasses totales est comprise entre 1,07 g/100g et 27,08 g/100g, $R = 1,10$.

9.3 Différence critique (CD) :**9.3.1 Généralité :**

La différence critique est utilisée, lorsque l'écart entre deux valeurs moyennes obtenues à partir de deux résultats d'essai dans des conditions de répétabilité est évalué.

9.3.2 Comparaison de deux groupes de mesurages dans un laboratoire :

La différence critique entre deux valeurs moyennes obtenues à partir de deux résultats d'essai dans les conditions de répétabilité, CD_{intra} , est donnée par l'équation ci-après :

$$CD_{intra} = 2,8 s_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2,8 s_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98 s_r$$

Où :

s_r : écart-type de répétabilité ;

n_1, n_2 : sont les nombres de résultats d'essai correspondant à chacune des valeurs moyennes ($n_1, n_2 = 2$).

La différence absolue entre deux valeurs moyennes, obtenues à partir de deux résultats d'essai dans les conditions de répétabilité, ne dépasse pas 5% des cas les différences critiques suivantes :

— pour le mode opératoire A et pour des produits dont la teneur en matières grasses est comprise entre 0,48 g/100g et 25,77 g/100g, $CD_{intra} = 0,42$.

— pour le mode opératoire B et pour des produits dont la teneur en matières grasses est comprise entre 1,07 g/100g et 27,08 g/100g, $CD_{intra} = 0,78$.

9.3.3 Comparaison de deux groupes de mesurages dans deux laboratoires :

La différence critique entre deux valeurs moyennes obtenues à partir de deux laboratoires différents à partir de deux résultats d'essai dans les conditions de répétabilité, CD_{inter} , est donnée par l'équation ci-après :

$$CD_{inter} = 2,8 \sqrt{s_R^2 - s_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} = 2,8 \sqrt{s_R^2 - 0,5s_r^2}$$

Où :

s_R , l'écart-type de reproductibilité.

La différence absolue entre deux valeurs moyennes, obtenues à partir de deux résultats d'essai dans les conditions de répétabilité dans deux laboratoires différents, ne dépasse pas 5% des cas les différences critiques suivantes :

— pour le mode opératoire A et pour des produits dont la teneur en matières grasses brutes est comprise entre 0,48 g/100g et 25,77 g/100g, $CD_{inter} = 0,57$.

— pour le mode opératoire B et pour des produits dont la teneur en matières grasses totales est comprise entre 1,07 g/100g et 27,08 g/100g, $CD_{inter} = 1,07$.

9.4 Incertitude de mesure (u) :

L'incertitude de mesure est un paramètre caractérisant la dispersion de valeurs pouvant raisonnablement être attribuée au résultat.

Cette incertitude est établie à partir d'une distribution statistique des résultats issus de l'essai interlaboratoire et caractérisée par l'écart-type expérimental.

Dans la présente méthode, l'incertitude est égale à plus ou moins deux fois l'écart-type de reproductibilité à savoir :

— pour le mode opératoire A et pour des produits dont la teneur en matières grasses brutes est comprise entre 0,48 g/100g et 25,77 g/100g, $u = \pm 0,40$.

— pour le mode opératoire B et pour des produits dont la teneur en matières grasses totales est comprise entre 1,07 g/100g et 27,08 g/100g, $u = \pm 0,80$.