

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 ;

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° 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 ;

Vu le décret exécutif n° 17-62 du 10 Joumada El Oula 1438 correspondant au 7 février 2017 relatif aux conditions et aux caractéristiques d'apposition de marquage de conformité aux règlements techniques ainsi que les procédures de certification de conformité ;

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 acide ascorbique dans les fruits et légumes et leurs produits dérivés.

Art. 2. — Pour la détermination de la teneur en acide ascorbique dans les fruits et légumes et leurs produits dérivés, 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 9 Dhou El Kaâda 1439 correspondant au 22 juillet 2018.

Saïd DJELLAB.

ANNEXE

METHODE DE DETERMINATION DE LA TENEUR EN ACIDE ASCORBIQUE DANS LES FRUITS ET LEGUMES ET LEURS PRODUITS DERIVES

1. DOMAINE D'APPLICATION :

La présente méthode spécifie une technique pour la détermination de la teneur globale en acide ascorbique et en acide déhydroascorbique par spectrométrie de fluorescence moléculaire dans les fruits et légumes et leurs produits dérivés.

-----★-----

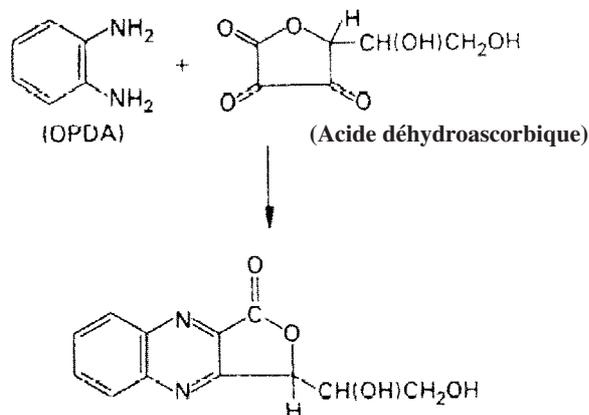
Arrêté du 9 Dhou El Kaâda 1439 correspondant au 22 juillet 2018 rendant obligatoire la méthode de détermination de la teneur en acide ascorbique dans les fruits et légumes et leurs produits dérivés.

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 17-243 du 25 Dhou El Kaâda 1438 correspondant au 17 août 2017, modifié, portant nomination des membres du Gouvernement ;

2. PRINCIPE :

Transformation de l'acide ascorbique présent en acide déhydroascorbique par action du charbon actif. Réaction de l'acide déhydroascorbique ainsi obtenu avec l'o-phénylénédiamine (OPDA) pour donner un composé fluorescent :



(Oxo-1,2,4 H-(dihydroxyéthyl-1,2)-3 furo [3,4-b] quinoxaline)

Sur un essai témoin, en présence d'acide borique (H₃B₃O₃), formation d'un complexe (H₃B₃O₃ - acide déhydroascorbique) ne pouvant plus réagir avec l'OPDA. La fluorescence parasite seule subsiste, ce qui permet ainsi de l'éliminer de la réaction principale.

NOTE - La teneur en acide déhydroascorbique seul peut être déterminée, en omettant l'étape du charbon actif. Il est alors possible, par soustraction, de déterminer la teneur en acide ascorbique seul.

3. REACTIFS :

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

L'eau utilisée doit être distillée ou de pureté équivalente.

3.1 Di chlorhydrate d'o-phényldiarnine (C₆H₈N₂, 2HCl), solution à 0,2 g/l. Préparer cette solution extemporanément.

3.2 Acétate de sodium tri hydrate (CH₃COONa, 3H₂O), solution à 500 g/l.

3.3 Acide borique/acétate de sodium (H₃BO₃CH₃COONa), solution.

Dissoudre 3 g d'acide borique (H₃B₃O₃) dans 100 ml de solution d'acétate de sodium (CH₃COONa)(3.2). Préparer cette solution extemporanément.

3.4 Acide ascorbique (C₆H₈O₆), solution étalon à 1 g/l.

Peser, à 0,01 mg près, 50 mg d'acide ascorbique, préalablement déshydraté dans un dessiccateur, à l'abri de la lumière. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml et amener au trait jauge, juste avant l'utilisation avec la solution d'extraction (3.5).

3.5 Solution d'extraction :**3.5.1 Acide métaphosphorique/acide acétique (HP0₃/CH₃COOH) :**

Dans un bêcher ou une fiole conique de 1000 ml, introduire 30 g d'acide métaphosphorique (HP0₃) et dans 80 ml d'acide acétique cristallisable (CH₃COOH) et environ 500 ml d'eau distillée ou de pureté équivalente. Tiédir et agiter doucement jusqu'à dissolution complète. Laisser refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1000 ml. Ajuster au trait jauge avec de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

3.5.2 Acide métaphosphorique/méthanol :

Mélanger 3 volumes d'une solution d'acide métaphosphorique (HP0₃) à 4 % (m/m) avec 1 volume de méthanol (CH₃OH).

NOTE - L'acide métaphosphorique (HP0₃) commercialisé contient de 40 à 44% d'acide phosphorique (H₃PO₄)

3.6 Charbon actif :

Peser 200g de charbon actif et ajouter 1 litre d'acide chlorhydrique (HCl) à 10 % (v/v). Porter à ébullition, puis filtrer sur filtre en verre fritté de porosité P 40 (16 à 40 μm). Recueillir le charbon dans un bêcher. Ajouter 1 litre d'eau distillée ou de pureté équivalente, agiter et filtrer à nouveau sur filtre en verre fritté. Répéter cette opération trois (3) fois. Placer le résidu dans une étuve réglée à 115 ± 5 °C, l'y maintenir 12 h.

4. APPAREILLAGE ET MATERIEL :

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

4.1 Broyeur mécanique.**4.2 Centrifugeuse.****4.3 Dessiccateur.****4.4 Agitateur pour fioles coniques et tubes à essais.**

4.5 Spectromètre de fluorescence moléculaire, dont les longueurs d'onde d'excitation et d'émission optimales pour l'essai seront déterminées, préalablement, en fonction de l'appareil utilisé et muni d'une lampe à spectre continu.

4.6 Fioles coniques de capacités appropriées.**4.7 Fioles jaugées** de 100 ml.**4.8 Tubes à essais** de 10 mm de diamètre.**4.9 Pipettes** de capacités appropriées.**4.10 Papier filtre.**

5. MODE OPERATOIRE :

5.1 Préparation de l'échantillon pour essai :

Bien homogénéiser l'échantillon pour laboratoire. Si nécessaire, retirer, au préalable, les noyaux et loges carpellaires et passer l'échantillon pour laboratoire dans un broyeur mécanique (4.1). Décongeler, préalablement, les produits congelés ou surgelés dans un vase fermé et ajouter, avant homogénéisation, le liquide formé durant la décongélation.

5.2 Prise d'essai :

Introduire dans une fiole conique (4.6), une quantité d'échantillon pour essai (5.1), pesée à 0,1 mg près, telle, qu'après dilution avec la solution d'extraction, la teneur en acide ascorbique et en acide déhydroascorbique soit comprise entre 0 et 50 mg/l.

5.3 Préparation de la solution d'essai :

5.3.1 Ajouter une quantité connue de solution d'extraction (3.5) telle, que la teneur en acide ascorbique et en acide déhydroascorbique soit comprise entre 0 et 50 mg/l. Agiter pendant 30 min, puis centrifuger. Ajuster le pH à 1,2 avec une quantité mesurée de la solution d'extraction (3.5).

Prélever 100 ml de cette solution et ajouter 1 g de charbon actif (3.6). Bien mélanger et filtrer sur papier filtre (4.10) en éliminant les premiers millilitres du filtrat.

5.3.2 Introduire, à la pipette (4.9), dans une fiole jaugée à 100 ml (4.7), 5 ml de la solution d'acétate de sodium (3.2) et 5 ml de filtrat (5.3.1). Mélanger et compléter au trait jauge avec de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

5.4 Essai témoin :

Introduire, à la pipette, dans une fiole jaugée de 100 ml, 5 ml de la solution d'acide borique et d'acétate de sodium (3.3) et 5 ml du filtrat (5.3.1). Laisser reposer pendant 15 min, en agitant de temps en temps, puis compléter au trait jauge avec de l'eau.

5.5 Détermination :

Verser dans un tube à essais (4.8), 2 ml de la solution d'essai (5.3.2) et dans un second tube 2 ml de la solution d'essai témoin (5.4).

Ajouter, à l'abri de la lumière, dans ces deux tubes, 5 ml de la solution de di chlorhydrate d'o-phénylénédiamine (3.1). Bien mélanger à l'aide de l'agitateur (4.4), puis laisser la réaction se développer pendant 30 min à l'obscurité.

Effectuer les mesures sur les deux tubes, à l'aide du spectromètre de fluorescence moléculaire (4.5), préalablement, réglé et en travaillant avec la puissance minimale de la lampe. Soustraire le résultat de la solution de l'essai témoin à la solution d'essai.

5.6 Courbe d'étalonnage :

5.6.1 Prélever, à l'aide d'une pipette, 2 et 5 ml de la solution étalon (3.4) et introduire chaque volume dans une fiole jaugée de 100 ml. Amener au trait jauge avec la solution d'extraction (3.5). Ces solutions contiennent 20 et 50 mg/l d'acide ascorbique.

Ajouter 1g de charbon actif (3.6) à chacune de ces solutions.

Bien mélanger et filtrer sur papier filtre (4.10), en éliminant les premiers millilitres du filtrat.

5.6.2 Répéter avec les deux solutions d'étalonnage (5.6.1) les opérations (5.3.2), (5.4) et (5.5), en remplaçant les 5 ml de filtrat par 5 ml de solution d'étalonnage. Etablir la courbe d'étalonnage donnant la réponse du spectromètre en fonction de la concentration, en milligrammes par litre, des deux solutions d'étalonnage. Tracer la courbe passant par l'origine et par les deux (2) points obtenus pour essai.

5.7 Nombre de déterminations :

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai (5.1).

6. EXPRESSION DES RESULTATS :

La teneur en acide ascorbique et en acide déhydroascorbique, exprimée en milligrammes pour 100 g de produit, est donnée par la formule :

$$CV/10 M_0$$

Où :

M₀ : masse, en grammes, de la prise d'essai ;

V : volume, en millilitres, de la solution d'extraction ajoutée ;

C : concentration, en milligrammes par litre, d'acide ascorbique et d'acide déhydroascorbique de la solution d'essai corrigée de la solution de l'essai témoin, lue sur la courbe d'étalonnage.