

7.2 Détermination

7.2.1 Ajouter, à la prise d'essai, à l'aide de la pipette (4.5), 25 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (3.1) et quelques régularisateurs d'ébullition (3.5). Relier le réfrigérant à reflux (4.2) à la fiole, placer la fiole sur le dispositif de chauffage (4.3) et faire bouillir doucement, en agitant de temps en temps, pendant 60 minutes, sauf pour les corps gras à point de fusion élevé, difficiles à saponifier, pour lesquels le temps d'ébullition doit être de deux heures (2 h).

7.2.2 Ajouter, à la solution chaude, de 0,5 à 1 ml de la solution de phénolphthaléine (3.3) et titrer avec l'acide chlorhydrique (3.2) jusqu'à disparition de la couleur rose de l'indicateur. Si la solution est fortement colorée, utiliser 0,5 ml à 1 ml de solution de bleu alcalin (6b) (3.4).

7.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant le même mode opératoire qu'en (7.2), en utilisant également 25,0 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (3.1), mais en omettant la prise d'essai.

8. EXPRESSION DES RESULTATS

L'indice de saponification est égal à :

$$I_s = \frac{(V_O - V_1) \times c \times 56,1}{m}$$

où :

V_O : est le volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique (3.2), utilisé pour essai à blanc ;

V_1 : est le volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique (3.2), utilisé pour la détermination ;

c : est la concentration exacte, d'acide chlorhydrique (3.2) ;

m : est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité (9.2) sont remplies.

Donner le résultat sous forme de nombre entier.

9. REPETABILITE

La différence absolue entre deux résultats individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excédera que dans 5% des cas au plus la limite de répétabilité.

10. REPRODUCTIBILITE

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera que 5% des cas au plus la limite de reproductibilité,

Arrêté du 26 Joumada Ethania 1432 correspondant au 29 mai 2011 rendant obligatoire la méthode de détermination de l'indice de peroxyde des corps gras d'origine animale et végétale.

— — — —

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 10-149 du 14 Joumada Etania 1431 correspondant au 28 mai 2010 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 ;

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 Kaada 1426 correspondant au 6 décembre 2005 relatif à l'évaluation de la conformité ;

Vu l'arrêté interministériel du 21 Chaâbane 1419 correspondant au 10 décembre 1998 relatif aux spécifications techniques des beurres et aux modalités de leur mise à la consommation ;

Vu l'arrêté interministériel du 2 Dhou El Hidja 1422 correspondant au 14 février 2002 fixant la liste des additifs autorisés dans les denrées alimentaires ;

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 l'indice de peroxyde des corps gras d'origine animale et végétale.

Art. 2. — Pour la détermination de l'indice de peroxyde des corps gras d'origine animale et végétale, 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 26 Joumada Ethania 1432 correspondant au 29 mai 2011.

Mustapha BENBADA.

ANNEXE

METHODE DE DETERMINATION DE L'INDICE DE PEROXYDE DES CORPS GRAS D'ORIGINE ANIMALE ET VEGETALE

(Détermination avec point d'arrêt iodométrique)

1 - TERME ET DEFINITION :

Pour les besoins de la présente méthode, le terme et la définition suivants s'appliquent.

Indice de peroxyde (IP) :

Quantité de substances de l'échantillon, exprimée en termes d'oxygène actif, qui oxydent l'iodure de potassium dans les conditions spécifiées dans la présente méthode.

Note : L'indice de peroxyde est généralement exprimé en milliéquivalents (méq) d'oxygène actif par kilogramme d'huile, mais il peut également être exprimé (en unités SI) en millimoles (mmol) d'oxygène actif par kilogramme d'huile. La valeur en mmol d'oxygène actif par kilogramme représente la moitié de la valeur exprimée en méq d'oxygène actif par kilogramme. L'indice de peroxyde (méq d'oxygène actif par kilogramme) multiplié par la masse équivalente d'oxygène actif (égale à 8) est égale à la quantité d'oxygène en milligrammes par kilogramme d'huile.

2 - PRINCIPE

Découper l'échantillon d'essai dans de l'iso-octane et de l'acide acétique glacial, puis ajouter l'iodure de potassium. Déterminer visuellement l'iode libéré par les peroxydes, à l'aide d'un indicateur à l'amidon et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium. Déterminer visuellement la fin du titrage.

3 - REACTIFS

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Tous les réactifs doivent être exempts d'oxygène dissous.

3.1 Eau, déminéralisée, bouillie et refroidie à 20°C.

3.2 Acide acétique glacial, fraction massique de 100%, dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

3.3 Iso - octane, dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

3.4 Mélange d'acide acétique glacial/iso-octane, préparé en mélangeant 60 ml d'acide acétique glacial et 40 ml d'iso-octane (fraction volumique d'acide acétique glacial : densité, $p = 60\text{ml}/100\text{ml}$, fraction volumique d'iso-octane: densité, $p = 40\text{ml}/100\text{ml}$).

Le mélange est dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

3.5 Iodure de potassium, exempt d'iode et d'iodates.

3.6 Solution d'iodure de potassium saturée, concentration massique = $175\text{g}/100\text{ml}$, dissoudre environ 14g d'iodure de potassium dans environ 8g d'eau récemment portée à ébullition et revenue à température ambiante.

Veiller à maintenir la solution à l'état saturé (cristaux non dissous). La conserver à l'abri de la lumière et en préparer une nouvelle chaque jour. Contrôler la solution par l'essai suivant : ajouter deux gouttes de solution d'amidon à 0,5 ml d'iodure de potassium dans 30 ml de solution d'acide acétique glacial/iso-octane. Si la formation d'une couleur bleue nécessite plus d'une goutte de solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 mol/l, éliminer la solution d'iodure de potassium.

3.7 Solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N, $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1\text{ mol/l}$.

Pour la préparation de cette solution, utiliser uniquement de l'eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l'azote. Cette solution peut être utilisée pendant un mois et conservée dans un flacon en verre ambré.

3.8 Solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N, $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01\text{ mol/l}$ (7.2).

Il est nécessaire de préparer fraîchement cette solution à partir de la solution étalon à 0,1 mol/l de thiosulfate de sodium préparée précédemment, ou bien d'en déterminer le titre tous les jours. L'expérience montre que la stabilité est limitée et dépend de la valeur du pH et de la teneur en dioxyde de carbone libre. Utiliser uniquement de l'eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l'azote.

3.9 Solution d'amidon, concentration massique = $1\text{g}/100\text{ml}$. Mélanger 0,5 g d'amidon dans une petite quantité d'eau froide. Ajouter ensuite ce mélange à 50 ml d'eau bouillante tout en remuant, laisser bouillir quelques secondes, puis laisser immédiatement refroidir.

Une nouvelle solution doit être préparée chaque jour.

Il est recommandé d'utiliser de l'amidon de pomme de terre pour la iodométrie, étant donné que cet amidon permet d'obtenir un bleu plus foncé. Des réactifs équivalents peuvent être utilisés.

3.10 Etalon d'iode de potassium (KIO_3), matériel de référence.

3.11 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCL}) = 4\text{ mol/l}$.

4 - APPAREILLAGE

4. Appareillage courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit :

4.1 Erlenmeyer, de 250 ml, à col rodé et muni d'un bouchon en verre rodé.

4.2 Burette, d'une capacité de 10 ml ou 25 ml, graduée au moins tous les 0,05 ml, dotée de préférence d'un système de mise à zéro automatique.

4.3 Unité de dosage manuel ou automatique, de 20 ml de capacité, avec une résolution d'au moins 10 µl et une précision de ± 0,15 % (par exemple une burette à piston).

4.4 Pipettes, de 0,5 ml, 1ml, 10ml, (ou pipettes automatiques).

4.5 Epruvettes graduées, de 50 ml et 100 ml .

4.6 Balance analytique ; lecture à 0,001 g près.

4.7 Agitateur magnétique, doté d'un barreau aimanté (de 2,5 cm) et d'une plaque chauffante.

4.8 Fiole jaugée, de 1000 ml.

4.9 Fiole jaugée, de 250 ml.

4.10 Fiole jaugée, de 500 ml.

4.11 Four à micro-ondes.

Il est possible d'utiliser un four à micro-ondes pour fondre rapidement et facilement les échantillons solides. L'utilisation d'un four à micro-ondes n'entraînera pas d'augmentation de l'indice de peroxyde, s'il est utilisé avec précaution et de manière appropriée. Les conditions adaptées doivent être vérifiées par des essais préalables.

5 - ECHANTILLONAGE

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire. Il convient qu'il n'ait été ni endommagé ni modifié lors du transport ou de l'entreposage.

6 - PREPARATION DE L'ECHANTILLON POUR ESSAI

La prise d'essai destinée à la détermination de l'indice de peroxyde doit être prélevée en priorité et l'indice de peroxyde doit être déterminé immédiatement.

Homogénéiser l'échantillon, de préférence sans chauffage et à l'abri de l'air. Eviter tout rayonnement solaire direct. Chauffer avec précaution les échantillons solides à 10° C au dessus de leur point de fusion. Les échantillons ayant des impuretés visibles doivent être filtrés.

Pour certains produits, la quantité extraite de corps gras ou d'huile peut être inférieure à 5 g ou l'indice de peroxyde du corps gras supérieur à 30 méq d'oxygène actif par kilogramme. Dans ces cas- là, il convient que l'utilisateur choisisse une prise d'essai plus faible.

7 - MODE OPERATOIRE

7.1 Généralités

Suivre toutes les étapes à la lumière du jour diffuse ou à la lumière artificielle. Eviter toute exposition directe aux rayons du soleil. Veiller à ce que tous les récipients soient exempts de composés oxydants ou réducteurs.

Conserver les solutions étalons de thiosulfate de sodium dans des flacons en verre ambré.

7.2 Préparation et détermination du titre de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01N

7.2.1 Préparation de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N

A l'aide d'une pipette (4.4) transvaser 100 ml de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N(3.7) dans une fiole jaugée de 1000 ml (4.8) . Compléter au trait de jauge avec de l'eau récemment portée à ébullition (3.1) Après homogénéisation, transvaser la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01N obtenue dans un flacon en verre ambré.

Chaque jour, préparer fraîchement la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N à partir de la solution de l'étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N préparée précédemment, ou bien déterminer le titre. L'expérience montre que la stabilité est limitée et dépend de la valeur du PH et de la teneur en dioxyde de carbone libre. Utiliser uniquement de l'eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l'azote.

7.2.2 Détermination du titre de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N (détermination du facteur)

Peser, à 0,001 mg près, 0,27 g à 0,33 g d'iodate de potassium (KIO₃) dans une fiole jaugée (250 ml ou 500 ml) (4.9 ou 4.10) , puis remplir au trait de jauge de l'eau (3.1) récemment portée à ébullition, puis refroidie à température ambiante.

A l'aide d'une pipette (4.4) transférer 5 ml ou 10 ml de cette solution d'iodate de potassium dans un erlenmeyer de 250 ml (4.1). Ajouter 60 ml d'eau récemment portée à ébullition, 5ml d'HCL 4mol/l (3.11) et 25 mg à 50 mg d'iodure de potassium (3.5) ou 0,5 ml de la solution saturée de potassium (3.6).

Titre cette solution en utilisant la méthode iodométrique (visuelle) afin de déterminer le facteur de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N (7.2.1) .

Calculer la concentration exacte, C stand, de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N à l'aide de l'équation suivante :

$$C \text{ stand} = \frac{mKIO_3 \times V_1 \times 6 \times 1000 \times P_{KIO_3}}{mKIO_3 \times V_2 \times V_3 \times C_{thio} \times 100}$$

Où :

m_{KIO_3} : est la masse d'iodate de potassium, en grammes ;

6 : est la masse équivalente du titre (1 mol KIO_3 = 3 mol₂) ;

V_1 : est le volume de la solution d'iodate de potassium utilisé pour la détermination du titre (5 ml ou 10 ml) ;

V_2 : est le volume total de la solution d'iodate de potassium, en millilitres (250 ml ou 500 ml) ;

V_3 : est le volume de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N utilisé pour la détermination en millilitres ;

P K03 : est la concentration massique de l'iodate de potassium, en grammes pour 100 g ;

MK103 est la masse moléculaire de l'iodate de potassium (214 g/mol) ;

C_{thio} : Est la concentration de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01N, en moles par litre (= 0,01).

7.3 Détermination de l'indice de peroxyde

7.3.1 Purger l'erenmeyer (4.1) préalablement nettoyée avec soin sous courant d'azote ou de dioxyde de carbone. y Peser à 1 mg près :

a) Une prise d'essai de $5,0 \pm 0,1$ g pour des indices de peroxyde attendus entre 1 et 30 ; ou

b) Une prise d'essai de $10,0 \pm 0,1$ g pour des indices de peroxyde attendus entre 0 et 1.

Avant utilisation, rincer l'erenmeyer avec la solution d'acide acétique glacial/iso- octane (3.4) pour qu'il ne contienne plus aucune substance oxydante ou réductrice.

7.3.2 Dissoudre la prise d'essai dans 50 ml de la solution d'acide acétique glacial iso - octane en remuant doucement.

Pour les matières grasses de points de fusion élevés (graisses solides et animales), ajouter avec soin 20 ml d'iso - octane (3.3) à la graisse fondue en remuant doucement, puis ajouter immédiatement 30 ml d'acide acétique glacial (3.2) .Chauffer également l'échantillon après dilution si nécessaire.

7.3.3 Ajouter 0,5 ml de la solution saturée d'iodure de potassium (3.6), boucher l'erenmeyer puis mélanger à l'aide d'un agitateur magnétique (4.7) en évitant qu'un tourbillon trop important ne se forme, ou bien manuellement sans entrée d'air, pendant exactement 60 s (utiliser un chronomètre précis à ± 1 s) .

7.3.4 Ouvrir la fiole conique, ajouter immédiatement 100 ml d'eau déminéralisée, rincer le bouchon en verre rodé et agiter.

7.3.5 Titrer immédiatement l'iode libéré avec la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N (3.8) pour passer de couleur jaune orangée à jaune pâle, ajouter alors 0,5 ml de la solution d'amidon (3.9) ; poursuivre le titrage pour passer du violet à l'incolore. Arrêter le titrage dès que la solution est incolore pendant 30 s.

Note 1: La phase titrée est la phase inférieure. Avec la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N (3.8), il est nécessaire d'attendre 15 s à 30 s de voir la couleur changer.

Note 2 : Pour les indices de peroxyde inférieurs à 1, la solution d'amidon peut être ajoutée au début du titrage.

7.3.6 Dans un essai à blanc parallèle, un volume de solution de thiosulfate 0,01 N inférieur ou égal à 0,1 ml doit être utilisé. Si l'essai à blanc nécessite un volume supérieur, remplacer la solution saturée d'iodure de potassium car elle pourrait ne pas convenir.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

L'indice de peroxyde (IP) en méq d'oxygène actif par kilogramme est calculé à l'aide de l'équation suivante :

$$IP = \frac{(V - V_O) \times C_{thio} \times C_{stand} \times 1000}{m}$$

Où:

V : est le volume de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01N utilisé pour la détermination, en millilitres ;

V_O : est le volume de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01N utilisé pour l'essai à blanc, en millilitres;

C_{stand} : est la concentration exacte de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N, déterminée selon 7.2, en moles par litre.

C_{thio} : est la concentration approximative de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N , en moles par litre (= 0,01) ;

m : est la masse de la prise d'essai, en grammes.

Le résultat de la détermination doit être indiqué à une décimale près.

-----★-----