

MINISTERE DU COMMERCE

Arrêté du 21 Ramadhan 1432 correspondant au 21 août 2011 rendant obligatoire la méthode de détermination de l'indice d'acide et d'acidité 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 d'acide et d'acidité des corps gras d'origine animale et végétale.

Art. 2. — Pour la détermination de l'indice d'acide et d'acidité 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 21 Ramadhan 1432 correspondant au 21 août 2011.

Mustapha BENBADA.

— — — —

ANNEXE

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

1. Domaine d'application

La présente méthode spécifie deux méthodes (titrimétrique et potentiométrique) de détermination des acides gras libres dans les corps gras d'origine animale et végétale.

Les acides sont exprimés, de préférence, par l'indice d'acide ou en alternative, par l'acidité calculée conventionnellement.

La méthode est applicable aux corps gras d'origine animale et végétale. Elle n'est pas applicable aux cires.

2. Définition

Dans le cadre de la présente méthode, les définitions suivantes sont applicables :

2.1 Indice d'acide : Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 g de corps gras.

2.2 Acidité : Expression conventionnelle du pourcentage d'acides gras libres.

Selon la nature du corps gras, l'acidité peut aussi être exprimée comme indiqué dans le tableau 1.

Si le résultat indique simplement " acidité " sans autre précision, elle est, par convention, exprimée en pourcentage d'acide oléique.

Si l'échantillon contient des acides minéraux, ceux-ci sont, par convention, déterminés comme acides gras.

Tableau 1

NATURE DU CORPS GRAS	EXPRESSION	MASSE MOLAIRE G/MOL.
Huile de coprah, huile de palmiste et huiles similaires	Acide laurique	200
Huile de palme	Acide palmitique	256
Huiles de certaines crucifères	Acide érucique	338
Tous autres corps gras	Acide oléique	282

3. Méthode titrimétrique

3.1 Généralités

Cette méthode convient particulièrement aux corps gras qui ne sont pas fortement colorés.

3.2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.

3.3 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée.

3.3.1 Oxyde diéthylique/éthanol à 95% (V/V) mélange 1 + 1 (V/V).

Avertissement

L'oxyde diéthylique est très inflammable et peut former des peroxydes explosifs. Il doit être utilisé en prenant des précautions particulières.

Neutraliser exactement, au moment de l'emploi, avec la solution d'hydroxyde de potassium (3.3.2) en présence de 0,3 ml de la solution de phénolphthaléine (3.3.3) pour 100 ml de mélange.

Note 1

Si l'on n'est pas possible d'utiliser l'oxyde diéthylique, un mélange de solvants formé d'éthanol et de toluène peut être utilisé. Si nécessaire, l'éthanol peut être remplacé par le propanol-2.

3.3.2 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique titrée, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, ou, si nécessaire, $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

La concentration exacte de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium doit être connue et vérifiée immédiatement avant l'emploi. Utiliser la solution préparée au moins cinq (5) jours avant l'emploi et décantée dans un flacon en verre brun fermé avec un bouchon en caoutchouc.

La solution doit être incolore ou jaune paille.

Note 2

Une solution incolore stable d'hydroxyde de potassium peut être préparée de la façon suivante :

Porter et maintenir durant 1 h à l'ébullition à reflux 1000 ml d'éthanol avec 8 g d'hydroxyde de potassium et 0,5 g de rognures d'aluminium. Distiller immédiatement. Dissoudre dans le distillat la quantité requise d'hydroxyde de potassium.

Laisser reposer durant plusieurs jours et decanter le liquide clair surnageant du précipité de carbonate de potassium.

La solution peut aussi être préparée sans distillation de la façon suivante :

A 1000 ml d'éthanol, ajouter 4 ml de butylate d'aluminium et laisser reposer le mélange durant quelques jours.

Décantier le liquide surnageant et y dissoudre la quantité requise d'hydroxyde de potassium. Cette solution est prête pour l'emploi.

3.3.3 Phénolphthaléine, solution à 10 g/l dans l'éthanol 95 à 96% (V/V) ou bleu alcalin (dans le cas de corps gras fortement colorés) solution à 20 g /l dans l'éthanol 95 à 96% (V/V).

3.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

3.4.1 Balance analytique.

3.4.2 Fiole conique, de 250 ml de capacité.

3.4.3 Burette, de 10 ml de capacité, graduée en 0,1 ml.

3.5 Echantillonnage

L'échantillonnage se fait dans des conditions appropriées.

3.6 Mode opératoire

3.6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à la méthode de préparation de l'échantillon.

3.6.2 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai, selon l'indice d'acide présumé, d'après les indications du tableau 2.

Tableau 2

INDICE D'ACIDE PRESUME	MASSE DE LA PRISE D'ESSAI g	PRECISION DE LA PRISE D'ESSAI g
<1	20	0.05
1 à 4	10	0.02
4 à 15	2.5	0.01
15 à 75	0.5	0.001
>75	0.1	0.0002

Peser la prise d'essai dans la fiole conique (3.4.2)

3.6.3 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (3.6.2) dans 50 à 150 ml du mélange oxyde diéthylique / éthanol (3.3.1) préalablement neutralisé.

Titre, en agitant avec la solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l (3.3.2) (voir note 3) jusqu'à virage de l'indicateur (coloration rose de la phénolphthaléine persistant durant au moins 10 secondes).

Note 3

1/ Dans le cas d'indices très faibles (< 1), il est préférable de faire passer un léger courant d'azote dans la solution d'essai.

2/ La solution éthanolique titrée d'hydroxyde de potassium (3.3.2) peut être remplacée par une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium ou de sodium lorsque le volume d'eau introduit n'entraîne pas une séparation de phases.

— Si la quantité nécessaire de solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l dépasse 10 ml, utiliser une solution à 0,5 mol/l.

— Si la solution devient trouble pendant le titrage, ajouter une quantité suffisante du mélange de solvants (3.3.1) pour donner une solution claire.

3.6.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour un essai.

4. Méthode potentiométrique

La présente méthode est d'application générale, mais elle est plus particulièrement destinée aux corps gras bruts de couleur foncée en raison de la difficulté d'application, dans ce cas, de la méthode titrimétrique.

4.1 Principe

Titration potentiométrique des acides gras libres présents dans une prise d'essai à l'aide d'une solution isopropanolique d'hydroxyde de potassium en milieu non aqueux.

4.2 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue, et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée.

4.2.1 Méthylisobutylcétone, neutralisé au moment de l'emploi avec la solution isopropanolique d'hydroxyde de potassium (4.2.2) en présence de phénolphthaléine, jusqu'au virage au rose.

4.2.2 Hydroxyde de potassium, solution titrée, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ ou $0,5 \text{ mol/l}$.

4.2.2.1 Hydroxyde de potassium, solution titrée, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ dans du propanol 2 :

Dissoudre 7 g d'hydroxyde de potassium en pastilles dans du propanol 2 et compléter à 1000 ml avec du propanol 2.

4.2.2.2 Hydroxyde de potassium, solution titrée $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ dans du propanol - 2 :

Dissoudre 35 g d'hydroxyde de potassium en pastilles dans du propanol - 2 et compléter à 1000 ml avec du propanol 2.

4.2.2.3. Etalonnage

La concentration exacte de la solution doit être déterminée immédiatement avant emploi.

Peser à 0,0002 g près 0,15 g (pour la solution 4.2.2.1) ou 0,75g (pour la solution 4.2.2.2) d'acide benzoïque de pureté 99,9%, l'introduire dans un bécher (4.3.2) et le dissoudre dans 50 ml de méthylisobutylcétone (4.2.1).

Introduire les électrodes du pH-mètre (4.3.4), déclencher l'agitateur (4.3.5) et titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (4.2.2.1 ou 4.2.2.2) jusqu'au point d'équivalence (voir note 5 - 1 en 4.5.3)

La concentration de la solution d'hydroxyde de potassium (4.2.2.1 ou 4.2.2.2) exprimée en moles par litre, est donnée par la formule :

$$\frac{1000 \times m_0}{122,1 \times v_0}$$

Où

m_0 est la masse, en grammes, d'acide benzoïque utilisé pour l'étalonnage ;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de potassium (4.2.2.1 ou 4.2.2.2) utilisé.

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

4.3.1 Balance analytique

4.3.2 Bécher de 150 ml de capacité, forme haute.

4.3.3 Burette de 10 ml de capacité, graduée en 0,1 ml

4.3.4 pH-mètre, équipé d'électrodes en verre et au calomel.

Le contact entre la solution saturée de chlorure de potassium et la solution d'essai doit être effectué à travers une plaque de porcelaine ou de verre fritté d'au moins 3 mm d'épaisseur.

Note 4

Il y a intérêt à conserver durant 12 h avant les titrages l'électrode en verre dans l'eau distillée, ou mieux, dans la méthylisobutylcétone. La sécher très doucement avec un papier filtre avant d'effectuer le mesurage. La rincer immédiatement après le dosage avec de la méthylisobutylcétone, puis avec un propanol 2, enfin avec de l'eau distillée.

Si l'électrode ne fonctionne pas de façon satisfaisante, essayer de la régénérer en la conservant durant 24 h dans une solution isopropanolique d'acide chlorhydrique à 1 mol/l. Après ce traitement, laver l'électrode à l'eau distillée, puis avec du propanol - 2 et de la méthylisobutylcétone.

L'emploi de plaques de porcelaine ou de verre fritté épaisses pour assurer le contact entre la solution saturée de chlorure de potassium et la solution d'essai évite les courants de diffusion et les potentiels parasites.

4.3.5 Agitateur, de préférence agitateur magnétique

4.4 Echantillonnage

L'échantillonnage se fait dans des conditions appropriées.

4.5 Mode opératoire

4.5.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à la méthode de préparation des échantillons.

4.5.2 Prise d'essai

Dans le bêcher (4.3.2) peser à 0,01 g près, 5 à 10 g de l'échantillon pour essai.

4.5.3 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (4.5.2) dans 50 ml de méthylisobutylcétone (4.2.1).

Introduire les électrodes du pH-mètre (4.3.4), déclencher l'agitateur (4.3.5) et titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (4.2.2.1 ou 4.2.2.2) selon l'acidité présumée de l'échantillon, jusqu'au point d'équivalence.

Note 5

1 — Le point d'équivalence est généralement voisin de la valeur 10 lue sur l'échelle des pH et peut être déterminé graphiquement en l'identifiant sur la courbe de neutralisation au point d'inflexion.

Il est également possible de le calculer en prenant la valeur pour laquelle la dérivée première de la variation du pH en fonction de la quantité de la solution d'hydroxyde de potassium ajoutée est maximale, ou la valeur pour laquelle la dérivée seconde s'annule.

2 — Le point d'inflexion n'est pas possible à déterminer dans le cas des huiles de coton brutes.

Dans ce cas, utiliser une détermination conventionnelle du point d'inflexion arbitrairement fixé au pH du point d'équivalence de la neutralisation de l'acide oléique par l'hydroxyde de potassium dans le solvant utilisé pour le titrage, comme décrit ci-après.

Dissoudre environ 0,282 g d'acide oléique dans 50 ml de méthylisobutylcétone (4.2.1). Tracer la courbe de neutralisation de l'acide oléique par la solution d'hydroxyde de potassium (4.2.2) utilisé. Lire sur la courbe le pH du point d'inflexion (correspondant en principe à l'addition de 10 ml de solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l). A partir de cette valeur, lire sur la courbe de neutralisation de l'huile de coton le volume de solution d'hydroxyde de potassium utilisé pour neutraliser l'huile de coton.

4.5.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux détermination sur le même échantillon pour essai

5. Expression des résultats

5.1 Expression en indice d'acide

L'indice d'acide est égal à :

$$\frac{56,1 \times V \times C}{m}$$

Où :

56,1 : est la masse molaire, exprimée en grammes par mole, de l'hydroxyde de potassium ;

V : est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisé ;

C : est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée ;

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

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

5.2 Expression en acidité

L'acidité peut être calculée à partir des résultats obtenus pour la détermination de l'indice d'acide, soit par la méthode titrimétrique (3), soit par la méthode potentiométrique (4).

L'acidité exprimée en pourcentage en masse est égale à :

$$V.C \times \frac{M}{1000} \times \frac{100}{m} = \frac{V \times C \times M}{10 \cdot m}$$

Où :

V : est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée ;

C : est la concentration exacte en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisé ;

M : est la masse molaire, en grammes par mole, de l'acide adopté pour l'expression du résultat (voir tableau 1).

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

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

— — — —