وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 21 رمضان عام 1432 الموافق 21 غشت سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر الحمض والحموضة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 – 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 – 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق برقابة الجودة وقمع الغش، المعدل والمتمم،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 02 – 453 المؤرخ في 17 شوال عام 1423 الموافق 21 ديسمبر سنة 2002 الذي يحدد صلاحيات وزير التجارة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 05 – 465 المؤرخ في 4 ذي القعدة عام 1426 الموافق 6 ديسمبر سنة 2005 و المتعلق بتقييم المطابقة،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية للزبدة و كيفيات وضعها للاستهلاك،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90 – 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدّل والمتمّم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد مؤشر الحمض والحموضة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد مؤشر الحمض والحموضة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي، تلزم مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار.

يجب أن يستعمل هذا المنهج من طرف المخبر عند الأمر بإجراء خبرة.

المادة 3 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرسمية للجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية.

حرر بالجزائر في 21 رمضان عام 1432 الموافق 21 غشت سنة 2011.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد مؤشر الحمض والحموضة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي

1. مجال التطبيق

يحدد هذا المنهج طريقتين بواسطة (جهاز قياس فرق الكمون وجهاز قياس المعايرة) لتحديد الأحماض الدسمة الحرة في المواد الدسمة ذات أصل حيواني ونباتي.

من المستحسن التعبير عن الأحماض بمؤشر الحموضة أو اختياريا بالحموضة المحسوبة اصطلاحيا.

هذا المنهج مطبق على المواد الدسمة ذات أصل حيواني ونباتي ولكنها لا تطبق على الشموع.

2. تعريف

في إطار هذا المنهج، تطبق التعريفات التالية.

2 . 1 مؤشر الحموضة : عدد ميليغرامات هيدروكسيد البوتاسيوم اللازم لتعديل الأحماض الدسمة الحرة الموجودة في 1 غ من المادة الدسمة.

2 . 2 الحموضة : هي عبارة اصطلاحية للنسبة المئوية للأحماض الدسمة الحرة.

يمكن التعبير كذلك عن الحموضة حسب طبيعة المادة الدسمة، كما هو مبين في الجدول 1.

إذا كانت النتيجة تبين الحموضة فقط بدون تدقيق آخر فهو معبر عنها اصطلاحا بالنسبة المئوية لحمض الأوليك.

إذا كانت العينة تحتوي على أحماض معدنية، فيعتبر تحديدهم اصطلاحا كأحماض دسمة.

الجدول 1

طبيعة المادة الدسمة	العبارة	الكتلة المولية غ / مول
زيت الكوبرا، زيت البالميست والزيوت المشابهة	حمض اللوريك	200
زيت البالم	حمض البلمتيك	256
زيوت بعض الصليبيات	حمض إيروسيك	338
كل المواد الدسمة الأخرى	حمض الأوليك	282

3. منهج المعايرة بواسطة جهاز قياس المعايرة

1 . 3 عموميات

يتناسب هذا المنهج خاصة مع المواد الدسمة غير شديدة التلوين.

2 . 3 المبدأ

توضع العينة المأخوذة للتجربة في خليط من المذيبات، ثم تعاير الأحماض الدسمة الحرة الموجودة بواسطة محلول الإيثانوليك لهيدروكسيد البوتاسيوم.

3 . 3 الكواشف

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها و أن يكون الماء المستعمل ماءا مقطرا.

3 . 3 . 1 أكسيد ثنائي الإيثيليك / إيثانول في 95 % (ح/ ح) خليط 1 + 1 (ح/ ح).

تنبيه :

أوكسيد ثنائي الإيثيليك شديد الالتهاب و يمكنه تشكيل بيروكسيدات متفجرة. يجب استعماله بأخذ احتياطات خاصة.

يعدل بالضبط أثناء الاستعمال بمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم (3 . 3 . 2) في وجود 0,3 ملل من محلول فينول فتاليين (3 . 3 . 3) لـ 100ملل من الخليط.

ملاحظة 1

في حالة عدم التمكن من استعمال أوكسيد ثنائي الإيثيليك، يمكن استعمال خليط من مذيبات مشكل من الايثانول و التولوان. يمكن تعويض الإيثانول بالبروبانول – 2 إذا اقتضى الأمر.

2 . 3 . 3 هيدروكسيد البوتاسيوم

محلول إيثانولي معاير (KOH) c = 0,1 مول / لتر، أو إن اقتضى الأمر (KOH) c = 0,5 مول / لتر،

يجب أن يكون التركيز الدقيق للمحلول الإيثانولي لهيدروكسيد البوتاسيوم معروفا، و التأكد منه قبل الاستعمال مباشرة. يستعمل المحلول المحضر 5 أيام قبل الاستعمال على الأقل و يرسب في قارورة زجاجية بنية و مغلقة بسدادة من المطاط.

يجب أن يكون المحلول عديم اللون أو ذا لون أصفر قشي.

ملاحظة 2

يمكن تحضير محلول عديم اللون و ثابت من هيدروكسيد البوتاسيوم بالطريقة الآتية :

يغلى و يواصل الغليان بالتناوب (reflux) لمدة ساعة 1000 ملل من الإيثانول مع 8 غ من هيدروكسيد البوتاسيوم و 0,5 غ من قصاصة الأليمنيوم. يقطر مباشرة. يذوب في القطارة الكمية اللازمة من هيدروكسيد البوتاسيوم.

يترك ليرتاح عدة أيام و يرسب السائل الفاتح الطافي لمرسب كربونات البوتاسيوم.

يمكن تحضير المحلول بدون تقطير بالطريقة التالية :

يضاف لـ 1000 ملل من الإيثانول 4 ملل من بيوتيلات الأليمنيوم و يترك الخليط ليرتاح بضعة أيام.

يصفى السائل الطافي و تذوب فيه الكمية اللازمة من هيدروكسيد البوتاسيوم. هذا المحلول جاهز للاستعمال.

3 . 3 . 3 فينول فتاليين، محلول من 10 غ / ل من الإيثانول 95 إلى 96 % (ح/ح) أو أزرق قاعدي، (في حالة المواد الدسمة شديدة التلوين) محلول من 20 غ/ل في الإيثانول 95 إلى 96 % (ح/ح).

4 . 3 التجهيزات :

الأجهزة العادية للمخبر و لا سيما :

1 . 4 . 3 ميزان تحليلي.

2 . 4 . 3 حوجلة مخروطية، سعتها 250 ملل.

3 . 4 . 3 أنبوب زجاجي مزود بصنبور، سعته 10 ملل و مدرج إلى 0,1 ملل.

5 . 3 أخذ العينة

تجرى عملية أخذ العينة للمخبر في شروط ملائمة.

3 . 6 طريقة العمل

1 . 6 . 3 تحضير العينة للتجربة

تحضر العينة للتجربة حسب منهج تحضير العينة.

2 . 6 . 3 العينة المأخوذة للتجربة

تقتطع عينة للتجربة حسب مؤشر الحموضة المفترض وفقا لتعليمات الجدول 2.

الجدول 2

مؤشر الحموضة المفترض	كتلة العينة المأخوذة للتجربة غ	تقريب العينة للتجربة غ
1 >	20	0,05
من 1 إلى 4	10	0,02
من 4 إلى 15	2,5	0,01
من 15 إلى 75	0,5	0,001
75 <	0,1	0,0002

توزن العينة المأخوذة للتجربة في الحوجلة المخروطية (3 . 4 . 2).

3 . 6 . 3 التحديد

تذوب العينة المأخوذة للتجربة (3 . 6 . 2) في 50 إلى 150 ملل من خليط أوكسيد ثنائي الإيثليك / إيثانول (3 . 3 . 1) المعدل مسبقا.

تعاير مع الرج مع محلول هيدروكسيد البوتاسيوم 0,1 مول/ل (3 . 3 . 2) (أنظر ملاحظة 3) حتى تغير لون المؤشر (تلون وردي للفينول فتاليين يستمر لـ 10 ثواني على الأقل).

ملاحظة 3

1 – في حالة مؤشرات ضعيفة جدا (<1) من المستحسن إمرار تيار خفيف من الأزوت في محلول التجربة.

2 – يمكن استبدال المحلول الإيثانولي المعاير بهيدروكسيد البوتاسيوم (3 . 3 . 2) بمحلول مائي من هيدروكسيد البوتاسيوم أو الصوديوم في حالة ما إذا كان حجم الماء المدخل لا يؤدي إلى فصل في الأطوار.

– في حالة ما الكمية اللازمة لمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم 0,1 مول/ ل، تتعدى 10 ملل ، يستعمل محلول 0,5 مول / ل.

– في حالة تعكر المحلول أثناء المعايرة تضاف كمية كافية من خليط المذيبات (3 . 3 . 1) لكي يعطي محلولا شفافا.

4 . 6 . 3 عدد التحديدات

إجراء تحديدين على نفس العينة للتجربة.

4 . منهج الفرق الكموني (Potentiométrique)

هذا المنهج ذو تطبيق عام و لكنه موجه خصوصا للمواد الدسمة الخام ذات لون قاتم لصعوبة تطبيق منهج المعايرة في هذه الحالة.

1 . 4 المبدأ

معايرة فرق الكمون للأحماض الدسمة الحرة الموجودة في العينة المأخوذة للتجربة بواسطة محلول إيزوبروبانويك من هيدروكسيد البوتاسيوم في وسط غير مائي.

2 . 4 الكواشف

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها وأن يكون الماء المستعمل ماءا مقطرا.

1 . 2 . 4 ميثيل إيزوبوتيل سيتون يعدل عند الاستعمال بمحلول إيزوبروبانوليك من هيدروكسيد البوتاسيوم (4 . 2 . 2) في وجود فينول فتاليين، حتى تغير اللون إلى الوردي.

2 . 2 . 4 هيدروكسيد البوتاسيوم محلول معاير c (KOH) = 0,1 مول/ ل أو 0,5 مول / ل.

1 . 2 . 2 . 4 هيدروكسيد البوتاسيوم محلول معاير c (KOH) = 0,1 مول/ ل في البروبانول – 2

يذوب 7غ من هيدروكسيد البوتاسيوم على شكل أقراص في البروبانول – 2 ويتمم الحجم إلى 1000 ملل بالبروبانول 2.

2 . 2 . 2 . 4 هيدروكسيد البوتاسيوم، محلول معاير c (KOH) = 0,5 مول/ ل في البروبانول – 2

تذوب 35غ من هيدروكسيد البوتاسيوم على شكل أقراص في البروبانول – 2 ويتمم الحجم إلى 1000 ملل بالبروبانول 2.

3 . 2 . 2 . 4 المعايرة

يجب تحديد التركيز المضبوط للمحلول مباشرة قبل الاستعمال.

توزن بتقريب 0,0002غ، 0,15غ (للمحلول 4. 2. 2. 1) أو 0,75غ (للمحلول 4 . 2 . 2 . 2) من حمض البنزوييك ذو نقاوة تقدر بـ 99,9 % يوضع في بيشر (4 . 3 . 2) و يذوب في 50 ملل من مثيل إيزو بوتيسيتون (4 . 2 . 1).

تدخل إلكترودات جهاز قياس العامل الهيدروجيني (4 . 3 . 4) يشغل جهاز الرج (4 . 3 . 5) وتعاير بمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم (4 . 2 . 2 . 1 أو 4 . 2 . 2 . 2) إلى غاية نقطة التكافؤ (أنظر الملاحظة 5– 1 في 4 . 5 . 3).

يعبر عن تركيز محلول هيدروكسيد البوتاسيوم (4 . 2 . 2 . 1 أو 4 . 2 . 2 . 2) بالمول / لتر و تعطى الصيغة كالتالي:

$$\frac{1000 \times ك0}{122,1 \times ح0}$$

حيث :

ك0 : هي الكتلة بالغرام، من حمض البنزوييك المستعمل للمعايرة.

ح0 : هو الحجم بالميليلتر، لمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم (4 . 2 . 2 . 1 أو 4 . 2 . 2 . 2) المستعمل.

4 . 3 التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر و لا سيما.

4 . 3 . 1 ميزان تحليلي.

4 . 3 . 2 بيشر، سعته 150 ملل، شكله متطاول.

4 . 3 . 3 أنبوب زجاجي مزود بصنبور، سعته 10 ملل، مدرج إلى 0,1 ملل.

4 . 3 . 4 جهاز قياس العامل الهيدروجيني

مزود بإلكترودات من الزجاج و الزئبق.

يجب أن يكون الاتصال بين المحلول المشبع من كلورور البوتاسيوم و المحلول للتجربة عبر صفيحة من الخزف أو من الزجاج المسحوق ذو سمك 3 مم على الأقل.

ملاحظة 4

هناك فائدة من الاحتفاظ لمدة 12 ساعة من المعايرة بالالكترود الزجاجية في الماء المقطر أو من الأحسن في مثيل إيزو بوتيل سيتون. تجفف برفق بواسطة ورق الترشيح قبل الشروع في القياس. تغسل مباشرة بعد المعايرة بالمثيل إيزو بوتيل سيتون، ثم بواسطة بروبانول – 2 و أخيرا بالماء المقطر.

إذا كان الالكترود لا يعمل بصفة مرضية، يحاول تجديده و ذلك بالاحتفاظ به لمدة 24 ساعة في محلول إيزو بروبانويك من حمض الكلوريدريك 1 مول/ ل. بعد هذه المعالجة ، يغسل الالكترود بالماء المقطر، ثم بالبروبانول – 2 و الميثيل إيزو بوتيل سيتون.

إن استعمال صفائح من الخزف أو من مسحوق الزجاج لضمان الاتصال بين المحلول المشبع من كلورور البوتاسيوم و المحلول المأخوذ للتجربة، يؤدي إلى تجنب تيارات الانتشار والكمونات المتطفلة.

4 . 3 . 5 جهاز الرج من المستحسن استعمال جهاز الرج المغناطيسي.

4 . 4 اقتطاع العينة

يتم اقتطاع العينة للمخبر في ظروف ملائمة.

4 . 5 طريقة العمل

4 . 5 . 1 تحضير العينة للتجربة

تحضر العينة للتجربة حسب منهج تحضير العينة.

4 . 5 . 2 أخذ العينة

توزن في بيشر (4 . 3 . 2) بتقريب 0,01غ، من 5إلى 10غ من العينة المقتطعة للتجربة.

4 . 5 . 3 التحديد

تذوب العينة المأخوذة للتجربة (4 .5. 2) في50 ملل من مثيل إيزوبوتيل سيتون (4 . 2 . 1).

تدخل إلكترودات جهاز قياس العامل الهيدروجيني (4 . 3 . 4) يشغل جهاز الرج (4 . 3 . 5) ويعاير بمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم (4 . 2 . 2 . 1 أو 4 . 2 . 2 . 2) حسب الحموضة المفترضة للعينة حتى نقطة التكافؤ.

ملاحظة 5

1 – تكون نقطة التكافؤ قريبة من القيمة 10 المقروءة على سلم العامل الهيدروجيني و يمكن تحديدها بيانيا بالتعرف عليها على المنحنى البياني للتعديل في نقطة الانحناء (نقطة تغير اتجاه المنحنى).

يمكن كذلك حسابها بأخذ القيمة القصوى التي يكون عندها المشتق الأول لتغير العامل الهيدروجيني بدلالة كمية محلول هيدروكسيد البوتاسيوم المضاف أو بأخذ القيمة التي ينعدم عندها المشتق الثاني.

2 – لا يمكن تحديد نقطة الانحناء في حالة زيوت القطن الخام .

في هذه الحالة يستعمل تحديد متفق عليه لنقطة الانحناء المحددة كيفيا في العامل الهيدروجيني لنقطة التكافؤ لتعديل حمض الأوليك بهيدروكسيد البوتاسيوم في المذيب المستعمل قصد المعايرة كما هو مبين أدناه :

تذاب تقريبا 0,282غ من حمض الأوليك في50 ملل من مثيل إيزو بوتيل سيتون (4 . 2 . 1) يرسم منحنى تعديل حمض الأوليك بمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم (4 . 2 . 2) المستعمل. يقرأ على المنحنى

العامل الهيدروجيني لنقطة الإنحناء (الموافق مبدئيا لإضافة 10 ملل من محلول هيدروكسيد البوتاسيوم تركيزه 0,1 مول/ ل). انطلاقا من هذه القيمة يقرأ على منحنى التعديل لزيت القطن حجم محلول هيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل لتعديل زيت القطن.

4 . 5 . 4 عدد التحديدات

إجراء تحديدين على نفس العينة المأخوذة للتجربة.

5 . التعبير عن النتائج

5 . 1 التعبير بمؤشر الحمض

يساوي مؤشر الحمض :

$$\frac{56,1 \times ح \times ت}{ك}$$

حيث :

56,1 هي الكتلة المولية المعبر عنها بالغرام في المول، من هيدروكسيد البوتاسيوم.

ح : هو الحجم، بالميليلتر، للمحلول المعاير لهيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل.

ت : هو التركيز الدقيق، بالمول في اللتر للمحلول المعاير لهيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل.

ك : هي الكتلة، بالغرام للعينة المأخوذة للتجربة.

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للتحديدين.

5 . 2 التعبير بالحموضة

يمكن حساب الحموضة انطلاقا من النتائج المتحصل عليها لتحديد مؤشر الحموضة، إما بمنهج المعاير (3) أو بمنهج الفرق الكموني (4).

الحموضة المعبر عنها بالنسبة المئوية للكتلة تساوي :

$$\frac{ح \times ت \times ك}{ك \cdot 10} = \frac{ك}{1000} \times \frac{100}{ك} \quad ح \cdot ت$$

حيث :

ح : هو الحجم بالميليلتر، للمحلول المعاير لهيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل،

ت : هو التركيز الدقيق بالمول في اللتر للمحلول المعاير لهيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل،

كم : هي الكتلة المولية بالغرام في المول للحمض المعتمد، للتعبير عن النتائج (أنظر جدول 1)،

ك : هي الكتلة بالغرام، للعينة المأخوذة للتجربة،

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للتحديدين.