$$\frac{7,35 \times (ح_0 - ح_1) \times ع}{ك}$$

2 . 1 . 7 الحموضة بالغرام من حمض الكبريت لـ 100 غ من المادة الجافة يعبر عنها كالآتي :

$$\frac{7,35 \times (ح_0 - ح_1) \times ع}{ك - نم}$$

حيث :

$ح_1$: هو حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم بالمليلتر المستعمل للتحديد،

$ح_0$: هو حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم بالمليلتر المستعمل للتجربة على بياض،

ك : كتلة العينة المأخوذة للتجربة بالغرام،

ع : هو العيار الصحيح لمحلول هيدروكسيد الصوديوم المستعمل،

نم : نسبة الماء، بالنسبة المئوية للكتلة، للعينة المأخوذة للتجربة

2 . 7 النتيجة :

يجرى الحساب بـ 4 أرقام بعد الفاصلة.

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للتحديدين إذا تحققت شروط التكرارية (أنظر 7 . 3). في حالة العكس، تعاد التجربة مرتين.

يعبر عن النتيجة بتقريب 0,001 % (ك/ك).

3 . 7 التكرارية :

يجب أن لا يتجاوز الفرق بين نتيجتي تحديدين (أنظر 6 . 1) منجزين في آن واحد أو بسرعة الواحد تلو الآخر من طرف نفس المحلل 0,002 غ من حمض الكبريت لـ 100 غ من المادة الجافة.

★

قرار مؤرخ في 16 رجب عام 1433 الموافق 6 يونيو سنة 2012، يجعل منهج معايرة نسبة الرماد عن طريق الحرق في الحبوب والبقول والمواد المشتقة 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 والمتعلق بتقييم المطابقة،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج معايرة نسبة الرماد عن طريق الحرق في الحبوب والبقول والمواد المشتقة إجباريا.

المادة 2 : من أجل معايرة نسبة الرماد عن طريق الحرق في الحبوب والبقول والمواد المشتقة، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة 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 16 رجب عام 1433 الموافق 6 يونيو سنة 2012.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج معايرة نسبة الرماد عن طريق الحرق في الحبوب والبقول والمواد المشتقة

يحدد هذا المنهج طريقة معايرة الرماد في الحبوب والبقول ومنتجاتها المطحونة الموجهة للاستهلاك البشري.

المواد والمنتوجات الأساسية هي :

أ) الحبوب،

ب) الطحين والدقيق،

ج) منتجات الطحين (النخالة والمواد التي تحتوي على نسبة عالية من النخالة والمواد المعادة الطحن)،

د) طحين الحبوب المركبة،

هـ) مشتقات الحبوب عدا منتجات الطحين،

و) البقول ومشتقاتها.

لا يستعمل هذا المنهج للنشاويات ومشتقاتها ولا للمنتجات المخصصة لتغذية الحيوانات ولا لبذور الزرع.

1 . التعريف :

لاحتياجات هذا المنهج يتبع في تطبيقه التعريف التالي :

الرماد : بقايا غير قابلة للاحتراق يتحصل عليها بعد الحرق حسب التقنية المبينة في هذا المنهج.

2 . المبدأ :

تحرق العينة المأخوذة للتجربة حتى الاحتراق الكلي للمواد العضوية ثم يوزن الباقي المتحصل عليه. ويكون الباقي المتحصل عليه سبخي بعد الحرق في 550°م ومتزجج بعد الحرق في 900°م. بصفة عامة، ويجب أن تحرق المنتوجات التي تحتوي على الأملاح (مثل كلورور الصوديوم، بيروفوسفات)، في درجة حرارة (550 ± 10)°م.

يلخص الجدول الآتي درجات حرارة الحرق المستعملة حسب نوع المنتوجات.

درجات حرارة الحرق ونوع المنتوجات

نوع المنتوجات	درجة حرارة الحرق	
طحين	(550 ± 10) °م	(900 ± 25) °م
دقيق	(550 ± 10) °م	(900 ± 25) °م
الحبوب	(550 ± 10) °م	(900 ± 25) °م
منتجات الطحن الأخرى (مثل النخالة والمواد التي تحتوي على نسبة عالية من النخالة والمواد المعادة الطحن)	(550 ± 10) °م	–
مستحضرات مركبة ذات مصدر حبوبي	(550 ± 10) °م	–
مشتقات الحبوب غير المنتوجات المطحونة	(550 ± 10) °م	–
البقول ومشتقاتها	(550 ± 10) °م	–

3 . الكواشف :

ما عدا تعليمات مخالفة، تستخدم فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها وماء مقطر أو ماء منزوع المعادن أو ذو نقاوة مكافئة.

3 . 1 حمض الكلوريدريك، محلول مائي، مزيج متساوي الأحجام من HCl (حجم جزئي 35 %) والماء.

3 . 2 خماسي أكسيد ثنائي الفسفور، مطهر ($p_4 O_{10}$).

3 . 3 إيثانول

4 . الأجهزة

4 . 1 جهاز السحق، سهل التنظيف ذو فراغ مصغر قدر الإمكان وقادر على توفير سحق سريع وموحد.

4 . 2 كبسولة الحرق، ذات قدرة تساوي على الأقل 20 مل، مستطيلة الشكل أو دائرية ومسطحة القاع وذات مساحة استعمال تساوي على الأقل 12 سم^2. المواد الملائمة التي لا تتغير في شروط درجة حرارة التجربة هي كالتالي :

أ – في 900°م – البلاتين أو الروديوم،

ب – في 550°م – الكوارتز أو السيليس.

في كلتا الحالتين، يجب أن تسمح المادة المستعملة باحترام قيم الدقة.

يجب تنظيف الكبسولات بغطسها كليا في محلول حمض الكلوريدريك (3 . 1) لمدة ساعة واحدة على الأقل ثم تغسل بالماء وبعدها بالماء المقطر.

بعد الغسل، يجب تجفيف حجيرات الكوارتز أو السيليس داخل جهاز التجفيف (4 . 7) لفترة مناسبة لإزالة الماء.

4 . 3 فرن كهربائي ذو مسخنة، مع دوران الهواء الملائم يحتوي على جهاز التحكم في درجة الحرارة ومحضنة عاكسة لا تسمح بفقدان الجزيئات عند درجة حرارة الحرق التي يمكن ضبطها في (900 ± 25) °م أو في (550 ± 10) °م.

4 . 4 جهاز نازع الرطوبة ذو حنفية، مزود بصفيحة ذات ثقوب من الألومنيوم أو من البورسلين، محصن بخماسي أكسيد ثنائي الفوسفور (3 . 2) كمجفف.

4 . 5 ميزان تحليلي، بدقة تقدر بـ 0,01 ملغ.

4 . 6 قاسم بالطول أو مخروطي.

4 . 7 جهاز التجفيف، لتجفيف كبسولات الحرق.

5 . اقتطاع العينة

من المهم أن يتلقى المخبر عينة مثالية، غير متلفة أو متغيرة أثناء النقل والتخزين.

6 . تحضير عينة التجربة :

بالنسبة للبذور أو المنتجات التي تحتوي على بذور كاملة، تجانس وتقسم العينة للحصول على كمية مماثلة ومنسجمة مع نوع جهاز السحق (4 . 1) المستخدم. وتسحق العينة المتحصل عليها. والمنتجات الأخرى لا تستلزم السحق.

7 . طريقة العمل :

7 . 1 تحديد كمية الماء

يجري أولا تحديد كمية الماء لعينة التجربة بالنسبة للحبوب ما عدا الذرة أو البقول. يوصي بالتعامل مع البقول ومشتقاتها بوقت تجفيف مقدر بـ 90 دقيقة. وتوضب مسبقا إذا كان الجزء الكتلي للماء أقل من 7 % أو أكثر من 13 %.

7 . 2 تحضير كبسولات الحرق

بالنسبة لكبسولات الحرق المناسبة للتجربة في 900 °م (4 . 2)، بعد التنظيف توضع في الفرن ذي مسخنة (4 . 3) لمدة 5 دقائق في درجة حرارة الحرق المستعملة، تترك لتبرد داخل جهاز نازع الرطوبة (4 . 4) ثم توزن (4 . 5) بتقريب 0,1 ملغ.

بالنسبة لكبسولات الحرق المناسبة للتجربة في 550 °م، تنظف وتوضع داخل جهاز التجفيف (4 . 7) خلال الوقت اللازم للتجفيف (مثلا 90 دقيقة في 130 °م). فورا قبل الاستعمال، تخرج الكبسولات من جهاز التجفيف وتترك لتبرد داخل جهاز نازع الرطوبة (4 . 4) ثم توزن (4 . 5) بتقريب 0,1 ملغ.

7 . 3 تحضير العينة المأخوذة للتجربة

انطلاقا من عينة التجربة المحضرة حسب (6) والمجانسة بعناية، توزن بسرعة (4 . 5) عينة مأخوذة للتجربة وبتقريب 0,1 ملغ تتراوح بين 3,9 غ و4,1 غ في حالة الحرق في 900 °م وما بين 4,9 غ و5,1 غ في حالة الحرق في 550 °م. وفي حالة منتوجات ضعيفة الكثافة يمكن أن تكون العينة المأخوذة للتجربة محصورة بين (2 ± 0,1) غ و(3 ± 0,1) غ. وتوزع المادة داخل كبسولة الحرق المحضرة والمعادل وزنها كما وصف في (7 . 2) دون تكديسها في طبقة موحدة.

7 . 4 ما قبل الحرق

توضع الكبسولة ومحتواها عند مدخل الفرن الموضوع في درجة حرارة الحرق. في 900 °م تلتهب المواد تلقائيا. في 550 °م من الضروري إضافة الإيثانول (3 . 3) قصد الالتهاب. ويسمح بوضع الحجيرات داخل فرن بارد قبل الحرق عند درجة حرارة 550 °م، وتترك درجة حرارة الفرن ترتفع.

7 . 5 الحرق

ينتظر إلى غاية انتهاء حرق المادة، ثم توضع الكبسولة داخل الفرن.

يغلق باب الفرن. ويتبع الحرق حتى الاحتراق الكلي للمادة، بما في ذلك الجزيئات الفحمية الموجودة في باقي الحرق، حوالي ساعة واحدة بعد ارتفاع درجة حرارة الفرن إلى 900 °م و4 ساعات على الأقل في 550 °م

عند انتهاء الحرق، تسحب الكبسولة من الفرن وتوضع في جهاز نازع الرطوبة (4 . 4) لتبرد. ولا توضع الكبسولات فوق بعضها لحفظ فعالية جهاز نازع الرطوبة. حينما تصل درجة حرارة الكبسولة إلى درجة حرارة المحيط (حوالي 15 د إلى 20 د بالنسبة للكبسولات من البلاتين و60 د إلى 90 د على الأقل بالنسبة للكبسولات من الكوارتز أو من السيليس)، توزن وبسرعة بتقريب 0,1 ملغ نظرا للميزة الاسترطابية للرماد.

في حالة الحرق في 550 °م، يجب أن تؤخذ احتياطات خاصة عند دخول الهواء وعند فتح جهاز نازع الرطوبة لتجنب انفلات البقايا السبخية.

7 . 6 عدد التحديدات

يجرى على الأقل تحديدان على نفس عينة الاختبار.

8 . التعبير عن النتائج

نسبة الرماد بالجزء الكتلي مقارنة بالمادة الجافة، يعبر عنها بالنسبة المئوية، حسب المعادلة (1) :

$$W_{a,d} = (ك_1 - ك_2) \times \frac{100}{ك_0} \times \frac{100}{100 - W_ك} \quad (1)$$

حيث :

$ك_0$: هي كتلة العينة المأخوذة للتجربة (7 . 3)، بالغرام،

$ك_1$: هي كتلة كبسولة الحرق (7 . 2)، بالغرام،

$ك_2$: هي كتلة كبسولة الحرق (7 . 2)، مع باقي عملية الحرق (7 . 5)، بالغرام،

$W_ك$: نسبة الماء في العينة يعبر عنها بالنسبة المئوية في الكتلة (7 . 1).

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري لتحديدين إذا تحققت شروط التكرارية (9).

يعبر عن النتيجة بتقريب 0,01 % (الكتلة).

عند الضرورة يعبر عن نسبة الرماد بالجزء الكتلي مقارنة بالمادة الرطبة ويعبر عنها بالنسبة المئوية، $W_{a,w}$ حسب المعادلة (2) :

$$W_{a,w} = (ك_1 - ك_2) \times \frac{100}{ك_0} \quad (2)$$

9 . التكرارية

الفرق المطلق بين نتيجتين فرديتين مستقلتين، متحصل عليهما باستعمال نفس المنهج على نفس المنتوج الخاضع للتجربة في نفس المخبر من طرف نفس المحلل المستعمل لنفس الأجهزة وفي أقصر مجال من الزمن، لا يتجاوز أكثر من 5 % من الحالات.