N° 74

53ème ANNEE

Jeudi 3 Rabie El Aouel 1436

Correspondant au 25 décembre 2014

الجمهورية الجزائرية
الديمقراطية الشعبية

الجريدة الرسمية

اتفاقات دولية ، قوانين ، ومراسيم
قرارات وآراء ، مقررات ، مناشير ، إعلانات وبلاغات

JOURNAL OFFICIEL

DE LA REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

CONVENTIONS ET ACCORDS INTERNATIONAUX - LOIS ET DECRETS
ARRETES, DECISIONS, AVIS, COMMUNICATIONS ET ANNONCES

(TRADUCTION FRANÇAISE)

ABONNEMENT ANNUEL	Algérie Tunisie Maroc Libye Mauritanie	ETRANGER (Pays autres que le Maghreb)
	1 An	**1 An**
Edition originale…….....…….....……	**1070,00 D.A**	**2675,00 D.A**
Edition originale et sa traduction.....	**2140,00 D.A**	**5350,00 D.A** (Frais d'expédition en sus)

DIRECTION ET REDACTION
SECRETARIAT GENERAL
DU GOUVERNEMENT
WWW. JORADP. DZ
Abonnement et publicité:
IMPRIMERIE OFFICIELLE
Les Vergers, Bir-Mourad Raïs, BP 376
ALGER-GARE
Tél : 021.54.35..06 à 09
021.65.64.63
Fax : 021.54.35.12
C.C.P. 3200-50 ALGER
TELEX : 65 180 IMPOF DZ
BADR: 060.300.0007 68/KG
ETRANGER: (Compte devises)
BADR: 060.320.0600 12

Edition originale, le numéro : 13,50 dinars. Edition originale et sa traduction, le numéro : 27,00 dinars.
Numéros des années antérieures : suivant barème. Les tables sont fournies gratuitement aux abonnés.
Prière de joindre la dernière bande pour renouvellement, réclamation, et changement d'adresse.
Tarif des insertions : 60,00 dinars la ligne

ARRETES, DECISIONS ET AVIS

MINISTERE DES AFFAIRES RELIGIEUSES ET DES WAKFS

Arrêté interministériel du 26 Moharram 1436 correspondant au 19 novemre 2014 portant création d'une annexe du centre culturel islamique dans les wilayas de Tindouf et d' El-Bayadh.

— — — —

Le Premier ministre,

Le ministre des finances,

Le ministre des affaires religieuses et des wakfs,

Vu le décret présidentiel n° 14-145 du 28 Joumada Ethania 1435 correspondant au 28 avril 2014 portant nomination du Premier ministre ;

Vu le décret présidentiel n° 14-154 du 5 Rajab 1435 correspondant au 5 mai 2014 portant nomination des membres du Gouvernement ;

Vu le décret exécutif n° 89-99 du 27 juin 1989 fixant les attributions du ministre des affaires religieuses ;

Vu le décret exécutif n° 95-54 du 15 Ramadhan 1415 correspondant au 15 février 1995 fixant les attributions du ministre des finances ;

Vu le décret exécutif n° 01-316 du 28 Rajab 1422 correspondant au 16 octobre 2001 portant création d'un centre culturel islamique et fixant son statut, notamment son article 4 ;

Vu le décret exécutif n° 08-04 du 11 Moharram 1429 correspondant au 19 janvier 2008 portant statut particulier des fonctionnaires appartenant aux corps communs aux institutions et administrations publiques ;

Vu le décret exécutif n° 08-411 du 26 Dhou El Hidja 1429 correspondant au 24 décembre 2008 portant statut particulier des fonctionnaires appartenant aux corps spécifiques de l'administration chargée des affaires religieuses et des wakfs ;

Vu l'arrêté interministériel du 30 Safar 1423 correspondant au 13 mai 2002 fixant l'organisation administrative des annexes du centre culturel islamique ;

Arrêtent :

Article 1er. — Conformément aux dispositions de l'article 4 du décret exécutif n° 01-316 du 28 Rajab 1422 correspondant au 16 octobre 2001, susvisé, le présent arrêté a pour objet de créer une annexe du centre culturel islamique dans chacune des wilayas de Tindouf et d'EI-Bayadh.

Art. 2. — Le présent arrêté sera publié au *Journal officiel* de la République algérienne démocratique et popualire.

Fait à Alger, le 26 Moharram 1436 correspondant au 19 novembre 2014.

Le ministre des affaires religieuses et des wakfs	Le ministre des finances
Mohamed AISSA	Mohamed DJELLAB

Pour le Premier ministre,
et par délégation

Le directeur général de la fonction publique et de la réforme administrative

Belkacem BOUCHEMAL

MINISTERE DU COMMERCE

Arrêté du 26 Ramadhan 1434 correspondant au 4 août 2013 rendant obligatoire la méthode de détermination de la teneur en matière grasse dans le lait.

— — — —

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 12-326 du 17 Chaoual 1433 correspondant au 4 septembre 2012 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 29 Safar 1414 correspondant au 18 août 1993 relatif aux spécifications et à la présentation de certains laits de consommation ;

Vu l'arrêté interministériel du 7 Rabie Ethani 1418 correspondant au 10 août 1997 relatif aux spécifications techniques des laits concentrés non sucrés et sucrés et aux conditions et modalités de leur présentation ;

Vu l'arrêté interministériel du 13 Chaâbane 1419 correspondant au 2 décembre 1998 relatif aux spécifications techniques des laits en poudre et aux conditions et modalités de leur présentation ;

Vu l'arrêté du 17 Rajab 1420 correspondant au 27 octobre 1999, modifié et complété, relatif aux spécifications du lait en poudre industriel et aux conditions et modalités de sa présentation, son utilisation et sa commercialisation ;

Arrête :

Artticle 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 matière grasse dans le lait.

Art. 2. — Pour la détermination de la teneur en matière grasse dans le lait, 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 aémocratique et populaire.

Fait à Alger, le 26 Ramadhan 1434 correspondant au 4 août 2013.

Mustapha BENBADA.

— — — — — — — —

ANNEXE

Méthode de détermination de la teneur en matière grasse dans le lait méthode gravimétrique (méthode de référence)

La présente méthode spécifie une technique de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait de bonne qualité physicochimique. La méthode est applicable au lait cru de vache, de brebis et de chèvre, au lait allégé en matière grasse, au lait écrémé, au lait conservé chimiquement et au lait liquide ayant subi un traitement. Elle n'est pas applicable lorsqu'une plus grande précision est demandée pour le lait écrémé, par exemple pour connaître l'efficacité de l'opération d'écrémage.

Note - Cette méthode est habituellement dite Rose-Gottlieb.

1. DEFINITION

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

Teneur en matière grasse du lait : fraction massique de substances, déterminée par la présente méthode et exprimée comme fraction massique et en pourcentage.

2. PRINCIPE

Une solution ammoniaco-éthanolique d'une prise d'essai est extraite au moyen d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole. Les solvants sont éliminés par distillation ou évaporation, puis la masse des substances extraites est déterminée.

3.RÉACTIFS

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté, au moins, équivalente.

Les réactifs ne doivent pas laisser de résidu appréciable lorsque la détermination est effectuée selon la méthode spécifiée (7.2.2).

3.1 Hydroxyde d'ammonium, solution contenant une fraction massique NH_3 d'environ de 25 % (ρ 20 = 910 g/l).

Note - Si l'on ne dispose pas d'une solution d'hydroxyde d'ammonium à cette concentration, une solution plus concentrée, de concentration connue, peut être utilisée (7.4.1).

3.2 Éthanol (C_2H_5OH), ou éthanol dénaturé par du méthanol, contenant une fraction volumique d'éthanol d'au moins, 94% (A.5).

3.3 Solution de rouge-Congo

Dans une fiole jaugée de 100 ml (4.14), dissoudre dans de l'eau 1 g de rouge-Congo. Ajuster au trait avec de l'eau.

Note - L'utilisation de cette solution, qui permet de mieux voir l'interface entre le solvant et la couche aqueuse, est facultative (7.4.2). D'autres solutions aqueuses de colorants peuvent être utilisées pourvu qu'elles ne modifient pas le résultat de la détermination.

3.4 Oxyde diéthylique ($C_2H_5OC_2H_5$), exempt de péroxydes (A.3) et ne contenant pas plus de 2 mg/kg d'antioxydants, et conforme aux spécifications de l'essai à blanc (7.2.2, A.l) et (A.4).

Note - L'utilisation d'oxyde diéthylique comporte des risques. Des études sont en cours en vue de remplacer l'oxyde diéthylique par un autre réactif, à condition que celui-ci ne modifie pas le résultat final de la détermination.

3.5 Ether de pétrole, ayant un point d'ébullition compris entre 30° C et 60° C, en alternative, **pentane** (CH_3 $[CH_2]3$ CH_3) ayant un point d'ébullition de 36° C, conforme aux spécifications de l'essai à blanc (7.2.2, A.1 et A.4).

Note - Il est recommandé d'utiliser le pentane car il est d'une pureté plus élevée et de qualité constante.

3.6 Mélange de solvants, peu de temps avant l'emploi, mélanger des volumes égaux d'oxyde diéthylique (3.4) et d'éther de pétrole (3.5).

4. APPAREILLAGE

Note - La détermination impliquant l'utilisation de solvants volatiles inflammables, l'appareillage électrique utilisé doit être conforme à la législation concernant les risques d'utilisation de ces solvants.

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

4.1 Balance analytique, capable de peser à 1 mg près et avec une précision d'indication de 0,1 mg.

4.2 Centrifugeuse, dans laquelle les fioles ou les tubes d'extraction (4.6) peuvent être soumis à une rotation avec une fréquence de 500 tr/min à 600 tr/min, afin de produire une accélération radiale de 80 g à 90 g à l'extrémité extérieure des fioles ou des tubes.

Note - L'utilisation d'une centrifugeuse est facultative mais recommandée (7.4.5).

4.3 Appareil de distillation ou d'évaporation, permettant de distiller les solvants et l'éthanol des fioles, ou de les évaporer des béchers et des capsules (7.4.12) à une température n'excédant pas 100° C.

4.4 Étuve à dessiccation, à chauffage électrique, munie d'ouïes de ventilation complètement ouvertes et réglable à une température de 102° C ± 2° C dans l'espace utilisé.

L'étuve doit être munie d'un thermomètre approprié.

4.5 Bain d'eau, pouvant être maintenu à une température comprise entre 35° C et 40° C.

4.6 Fioles d'extraction de la matière grasse, type Mojonnier.

Note - On peut également utiliser des tubes d'extraction de la matière grasse munis d'un siphon ou d'un dispositif de lavage, mais le mode opératoire est alors différent et est décrit à la note B.

Les fioles doivent être munies de bouchons en liège de bonne qualité, ou en une autre matière inaltérable aux réactifs utilisés [par exemple, caoutchouc siliconé ou polytétrafluoroéthylène (PTFE)]. Les bouchons en liège doivent être lavés à l'oxyde diéthylique (3.4), maintenus dans l'eau à 60° C ou plus durant au moins 15 min et ensuite mis à refroidir dans l'eau de façon à en être imprégnés au moment de l'emploi.

4.7 Support, pour maintenir les fioles (ou les tubes) d'extraction de la matière grasse (4.6).

4.8 Flacon de lavage, approprié à l'utilisation avec le mélange de solvants (3.6).

Ne pas utiliser de flacon de lavage en plastique.

4.9 Récipients pour la récupération de la matière grasse, par exemple fioles à ébullition (fioles à fond plat) de l25 ml à 250 ml de capacité. fioles coniques de 250 ml de capacité ou capsules métalliques.

Si l'on utilise des capsules métalliques, elles doivent être de préférence en acier inoxydable, à fond plat et avoir un diamètre de 80 mm à 100 mm et une hauteur d'environ 50 mm.

4.10 Régularisateurs d'ébullition, exempts de matière grasse, en porcelaine non poreuse ou en carbure de silicium (facultatif si l'on utilise des capsules métalliques).

4.11 Eprouvettes graduées, de 5 ml et 25 ml capacité.

4.12 Pipettes, graduées, de 10 ml de capacité.

4.13 Pinces métalliques, appropriées pour tenir les fioles, les béchers ou les capsules.

4.14 Fioles jaugées, à un trait, de 100 ml de capacité.

5. ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillonnage se fait dans des conditions appropriées.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

Conserver tous les échantillons liquides, visqueux ou pâteux à une température comprise entre 2° C et 6° C à partir du moment de l'échantillonnage jusqu'au commencement du mode opératoire.

6. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON POUR ESSAI

Amener l'échantillon pour essai à une température de 38° C ± 2° C, en utilisant le bain d'eau (4.5). Bien mélanger l'échantillon, mais doucement, au moyen de retournements répétés du récipient, sans causer de mousse ou de barattage, puis refroidir rapidement l'échantillon pour essai à environ 20° C ± 2° C. Ne pas refroidir les échantillons de lait baratté, car ceux-ci doivent être pesés à une température située entre 30° C et 40° C (7.1).

S'il est possible d'obtenir un échantillon pour essai homogène sans préchauffage à une température de 38° C ± 2° C (par exemple pour les échantillons de lait écrémé), il convient de suivre le mode opératoire suivant.

Amener la température de l'échantillon pour essai à 20° C ± 2° C. Mélanger soigneusement afin d'assurer une répartition homogène de la matière grasse dans l'échantillon pour essai. Ne pas agiter trop vigoureusement, afin de ne pas causer de mousse de lait ni de barattage de la matière grasse.

Note - Il ne faut pas s'attendre à avoir une valeur correcte de la teneur en matière grasse :

a) si le lait est baratté ;

b) quand une odeur distincte d'acides gras libres est perceptible ;

c) si pendant ou après la préparation de l'échantillon pour essai, des particules blanches sont visibles sur les parois du récipient de l'échantillon ou si des gouttelettes de matière grasse flottent à la surface de l'échantillon.

7. MODE OPERATOIRE

Note 1 - S'il est demandé de vérifier que l'on satisfait aux exigences données en ce qui concerne la limite de répétabilité (9.2), effectuer deux déterminations séparées conformément à (7.1) à (7.4).

Note 2 - Un autre mode opératoire utilisant des tubes d'extraction de la matière grasse munis de siphon ou de dispositif de lavage (la note en 4.6) est décrit dans la note B.

7.1 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai (point 6) en retournant doucement le récipient trois ou quatre fois. Peser immédiatement, à 1 mg près, directement ou par différence, dans une fiole d'extraction (4.6), 10 g à 11 g de l'échantillon pour essai.

La prise d'essai doit être placée aussi complètement que possible dans le bulbe inférieur (étroit) des fioles d'extraction.

7.2 Essais à blanc

7.2.1 Essai à blans pour la méthode

Effectuer un essai à blanc simultanément avec la détermination, en utilisant le même mode opératoire et les mêmes réactifs, mais en remplaçant la prise d'essai indiquée en 7.4.1 par 10 ml d'eau (A.2).

Lorsqu'un lot d'échantillons pour essai est analysé, le nombre de cycles de séchage peut varier entre des échantillons différents. Si un échantillon à blanc est utilisé pour le lot entier, s'assurer que la valeur à blanc utilisée dans le calcul de la teneur en matière grasse d'un échantillon individuel a été obtenue dans les mêmes conditions que l'échantillon pour essai individuel.

Si la valeur obtenue pour l'essai à blanc dépasse régulièrement 1,0 mg, vérifier les réactifs si cela n'a pas été fait récemment (7.2.2). Les corrections faites pour des valeurs supérieures à 2,5 mg doivent figurer dans le bulletin d'analyse.

7.2.2 Essai à blanc pour les réactifs

Pour vérifier la qualité des réactifs, effectuer un essai à blanc comme mentionné en (7.2.1). En outre, pour les contrôles de masses, utiliser un récipient de récupération de la matière grasse vide, préparé comme spécifié en (7.3). Les réactifs ne doivent pas laisser de résidus supérieur à 1,0 mg (A.1).

Si les résidus des réactifs de l'essai à blanc complet sont supérieurs à 1,0 mg, déterminer les résidus des solvants séparément en distillant respectivement 100 ml d'oxyde diéthylique (3.4) et d'éther de pétrole (3.5). Utiliser un récipient de contrôle vide pour obtenir la masse réelle de résidus qui ne doit pas être supérieure à 1,0 mg.

Il peut arriver que les réactifs contiennent des matières volatiles qui sont fortement retenues dans la matière grasse. S'il y a des indications de la présence de telles substances, effectuer des essais à blanc sur tous les réactifs et pour chaque solvant, en utilisant pour chacun un récipient pour la matière grasse, avec environ 1 g de matière grasse du beurre anhydre. Si nécessaire, distiller à nouveau les solvants en présence de 1 g de matière grasse du beurre anhydre pour 100 ml de solvant. Utiliser les solvants juste après redistillation.

Remplacer les réactifs ou solvants non satisfaisants, ou redisliller les solvants.

7.3 Préparation du récipient pour la récupération de la matière grasse

Sécher, pendant 1 h, un récipient (4.9) avec quelques régularisateurs d'ébullition (4.10) à l'étuve (4.4) réglée à 102° C ± 2° C.

Note 1 - Les régularisateurs d'ébullition sont recommandés pour permettre une ébullition modérée au cours de l'élimination ultérieure des solvants, notamment dans le cas de récipients en verre; leur utilisation est facultative dans le cas de capsules métalliques.

Protéger le récipient des poussières et le laisser refroidir à la température de la salle des balances (récipients en verre pendant au moins 1 h, capsules métalliques pendant au moins 30 min).

Note 2 - Pour éviter un refroidissement insuffisant ou des périodes de refroidissement exagérément prolongées, il convient que le récipient ne soit pas placé dans un dessiccateur.

A l'aide de pinces (4.13), placer le récipient sur la balance. Peser, à 1,0 mg près, le récipient pour la récupération de la matière grasse.

Note 3 - Il convient d'utiliser de préférence des pinces pour éviter, en particulier, des variations de température.

7.4 Détermination

7.4.1 Débuter la détermination dans un délai de 1 h suivant le pesage de l'échantillon.

Ajouter 2 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (3.1) à la prise d'essai (7.1) se trouvant dans la fiole d'extraction, ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée (note 3.1). Mélanger vigoureusement avec la prise d'essai dans le bulbe étroit de la fiole.

7.4.2 Ajouter 10 ml d'éthanol (3.2). Mélanger doucement, mais à fond, en laissant le contenu de la fiole aller et venir entre les deux bulbes. Éviter d'amener le liquide trop près du col de la fiole.

Ajouter, si nécessaire, 2 gouttes de solution de rouge-Congo (3.3). Si nécessaire, refroidir de nouveau la fiole à la température ambiante.

7.4.3 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (3.4), Boucher la fiole avec un bouchon en liège saturé d'eau, ou avec un bouchon d'une autre matière (4.6), mouillé avec de l'eau. Agiter la fiole vigoureusement pendant 1 min, mais sans excès afin d'éviter la formation d'émulsions persistantes.

Lors de l'agitation, maintenir la fiole en position horizontale, le bulbe étroit étant en haut, en laissant de temps en temps le liquide du bulbe large passer dans le bulbe étroit. Si nécessaire, refroidir la fiole à l'eau courante jusqu'à température ambiante. Retirer avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer, ainsi que le col de la fiole, avec une petite quantité de mélange de solvants (3.6). Utiliser un flacon de lavage (4.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole.

7.4.4 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (3.5). Boucher la fiole avec le bouchon en liège réhumidifié, ou l'autre bouchon réhumidifié (en le trempant dans l'eau), et agiter à nouveau doucement la fiole pendant 30 s comme décrit en (7.4.2). Poursuivre en agitant comme décrit en (7.4.3).

7.4.5 Centrifuger (4.2) la fiole bouchée pendant 1 min à 5 min avec une accélération radiale de 80 g à 90 g. Si l'on ne dispose pas de centrifugeuse, laisser la fiole bouchée reposer sur le support (4.7) pendant, au moins, 30 min, jusqu'à ce que la couche surnageante soit claire et nettement séparée de la couche aqueuse. Si nécessaire, refroidir la fiole à l'eau courante jusqu'à température ambiante.

7.4.6 Enlever avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer, ainsi que l'intérieur du col de la fiole, avec un peu de mélange de solvants (3.6). Utiliser un flacon de lavage (4.8) de façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole. Si l'interface se situe au-dessous du fond du col de la fiole, la faire monter à ce niveau en ajoutant doucement de l'eau par le côté de la fiole (Figure 1), afin de permettre la décantation du solvant.

Note - Dans les Figures 1 et 2, il a été choisi l'un parmi les trois types de flacons spécifiés selon les standards internationaux.

7.4.7 Tenir la fiole d'extraction par le bulbe étroit, décanter avec soin le plus possible de la couche surnageante dans le récipient préparé, destiné à la récupération de la matière grasse (7.3), contenant quelques régularisations d'ébullition (4.10) dans le cas des fioles (facultatif avec les capsules métalliques). Eviter de décanter une partie quelconque de la couche acqueuse (figure 2).

7.4.8 Rincer l'extérieur du col de la fiole d'extraction avec un peu de mélange de solvants (3.6). Recueillir les liquides de rinçage dans le récipient pour la récupération de la matière grasse. Prendre soin que le mélange de solvants ne soit pas projeté sur l'extérieur de la fiole d'extraction. Si nécessaire, éliminer le solvant totalement ou partiellement du récipient par distillation ou évaporation comme décrit en (7.4.12).

7.4.9 Ajouter 5 ml d'éthanol (3.2) au contenu de la fiole d'extraction. Utiliser de l'éthanol pour rincer l'intérieur du col de la fiole et mélanger comme décrit en (7.4.2).

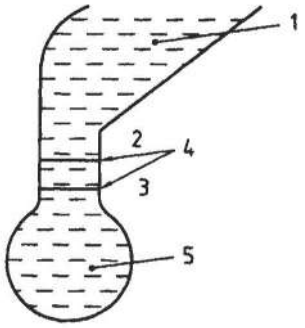
7.4.10 Effectuer une seconde extraction en recommençant les opérations décrites de 7.4.3 à 7.4.7 inclus, mais en utilisant au lieu de 25 ml, seulement 15 ml d'oxyde diéthylique (3.4) et 15 ml d'éther de pétrole (3.5). Utiliser également l'oxyde diéthylique pour rincer l'intérieur du col de la fiole d'extraction.

Si nécessaire, faire monter l'interface au milieu du col de la fiole d'extraction en ajoutant doucement de l'eau par le col de la fiole (Figure 1) pour permettre à la décantation finale des solvants d'être aussi complète que possible (Figure 2).

7.4.11 Effectuer une troisième extraction, sans addition d'éthanol, en répétant de nouveau les opérations décrites de (7.4.3) à (7.4.7) inclus, mais en utilisant de nouveau seulement 15 ml d'oxyde diéthylique (3.4) et 15 ml d'éther de pétrole (3.5). Utiliser l'oxyde diéthylique pour rincer l'intérieur du col de la fiole d'extraction.

Si nécessaire, faire monter l'interface au milieu du col de la fiole d'extraction en ajoutant doucement de l'eau par le col de la fiole (Figure 1) pour permettre à la décantation finale des solvants d'être aussi complète que possible (Figure 2).

Figure 1 - Avant décantation



Légende

1 : Solvants

2 : A la seconde et troisième extraction

3 : A la première extraction

4 : Interface

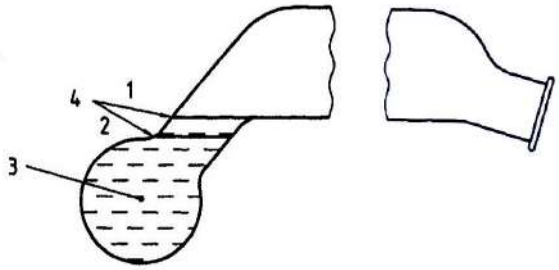
5 : Couche aqueuse

Note - La troisième extraction n'est pas nécessaire pour du lait ayant une teneur en matière grasse inférieure à 0,5 %.

7.4.12 Éliminer les solvants (éthanol compris) aussi complètement que possible par distillation si l'on utilise une fiole, ou par évaporation si l'on utilise un bécher ou une capsule (4.3). Rincer l'intérieur du col de la fiole avec un peu de mélange de solvants (3.6) avant de commencer la distillation.

7.4.13 Chauffer pendant 1 h, dans l'étuve à dessiccation (4.4) réglée à 102° C ± 2° C, le récipient pour la récupération de la matière grasse, la fiole étant placée en position inclinée afin de permettre aux vapeurs de solvants de s'échapper. Enlever le récipient pour la récupération de la matière grasse de l'étuve et vérifier immédiatement si la matière grasse est claire ou non. Si la matière grasse n'est pas claire on peut supposer qu'il y a présence d'une matière grasse étrangère et l'ensemble de la détermination doit être refait.

Figure 2 - Après décantation



Légende

1: A la seconde et troisième extraction

2: À la première extraction

3: Couche aqueuse

4: Interface

Si la matière grasse est claire, protéger le récipient collecteur de la poussière et le laisser refroidir (pas dans un dessiccateur) à la température de la salle des balances (récipient en verre pendant, au moins, 1 h, capsule métallique pendant au moins 30 min).

Ne pas essuyer le récipient juste avant la pesée. Placer le récipient sur la balance au moyen d'une paire de pinces (4.13). Peser le récipient pour la récupération de la matière grasse à 1,0 mg près.

7.4.14 Chauffer pendant 30 min supplémentaires, dans l'étuve à dessiccation (4.4) réglée à 102° C ± 2° C, le récipient pour la récupération de la matière grasse, la fiole étant placée en position inclinée afin de permettre aux vapeurs de solvants de s'échapper. Répéter les opérations de pesée décrites en (7.4.13), jusqu'à ce que la masse du récipient d'extraction de la matière grasse diminue de 1,0 mg ou moins, ou augmente, entre deux pesées successives. Noter la masse minimale comme étant la masse du récipient d'extraction de la matière grasse et de la matière extraite.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

8.1 Calcul

Calculer la teneur en matière grasse de l'échantillon à l'aide de l'équation suivante :

$$W_f = \frac{(m_1 - m_2)-(m_3 - m_4)}{m_0} \times 100\ \%$$

Où

W_f : est la fraction massique, en pourcentage, de la matière grasse dans l'échantillon ;

m_0 : est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1) ;

m_1 : est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse et de la matière extraite déterminée en (7.4.14) ;

m_2 : est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse (7.3) ;

m_3 : est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc (7.2) et de la matière extraite, déterminée en (7.4.14) ;

m_4 : est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse (7.3) utilisé pour l'essai à blanc (7.2).

8.2 Expression des résultats

Arrondir le résultat à deux décimales.

9 Fidélité

9.1 Essai interlaboratoires

Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité sont exprimées au niveau de probabilité de 95 % et peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

9.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excèdera que dans 5 % des cas, au plus, les valeurs suivantes relatives à la fraction massique de matière grasse :

— 0,031 % pour le lait de vache écrémé ;

— 0,036 % pour le lait de vache allégé en matière grasse ;

— 0,043 % pour le lait de vache entier ;

— 0,030 % pour le lait de chèvre ;

— 0,069 % pour le lait de brebis.

9.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, 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 dans 5 % des cas, au plus, les valeurs suivantes relatives à la fraction massique de matière grasse:

— 0,043 % pour le lait de vache écrémé ;

— 0,042 % pour le lait de vache allégé en matière grasse ;

— 0,056 % pour le lait de vache entier ;

— 0,052 % pour le lait de chèvre ;

— 0,096 % pour le lait de brebis.

NOTE A

Indication sur les modes opératoires

A.1 Essai à blanc pour contrôler les réactifs (7.2.2)

Dans cet essai à blanc, un récipient de contrôle de la masse doit être utilisé de façon que les changements des conditions atmosphériques de la salle des balances ou les effets de la température du récipient de récupération de la matière grasse ne révèlent pas faussement la présence ou l'absence des matières non volatiles dans l'extrait des réactifs. Ce récipient peut être utilisé comme un contrepoids dans le cas d'une balance à plateaux. Par ailleurs, il convient que les écarts de la masse apparente (m_3 - m_4 en 8.1) du récipient de contrôle soient retenus lors du contrôle de la masse du récipient de récupération de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc. Par conséquent, le changement de masse apparente du récipient de récupération de la matière grasse, corrigé du changement apparent de masse du récipient de contrôle, ne doit pas être supérieur à 1,0 mg.

Il peut arriver que les solvants contiennent des matières volatiles qui sont fortement retenues dans la matière grasse. S'il y a des indications de la présence de telles substances, effectuer des essais à blanc sur tous les réactifs et pour chaque solvant, en utilisant pour chacun un récipient pour la matière grasse, avec environ 1 g de matière grasse du beurre anhydre. Si nécessaire, distiller à nouveau les solvants en présence de 1 g de matière grasse du beurre anhydre pour 100 ml de solvant. Utiliser les solvants juste après redistillation,

A.2 Essai à blanc effectué en même temps que la détermination (7.2.1)

La valeur obtenue dans l'essai à blanc, effectué parallèlement à la détermination, permet de corriger la masse apparente des substances extraites à partir de la prise d'essai (m_1 - m_2) par rapport aux matières non volatiles venant des réactifs et également des changements de conditions atmosphériques de la salle des balances et des différences de températures entre le récipient de matière grasse et la salle des balances, lors des deux pesées (7.4.14) et (7.3).

Dans les conditions favorables (valeur faible dans l'essai à blanc sur les réactifs, température stable de la salle des balances, temps de refroidissement suffisant pour le récipient de matière grasse), la valeur sera généralement inférieure à 1,0 mg et pourra alors ne pas être prise en compte dans le calcul, dans le cas de déterminations de routine. On rencontre assez souvent des valeurs (positives et négatives) légèrement supérieures jusqu'à 2,5 mg.

Après correction de ces valeurs, les résultats seront encore précis. Quand les corrections d'une valeur supérieure à 2,5 mg sont appliquées, il convient d'en faire mention dans le bulletin d'analyse.

Si la valeur obtenue dans l'essai à blanc dépasse régulièrement 1,0 mg, il convient de contrôler les réactifs si cela n'a pas été fait récemment. Il convient que les réactifs impurs ou ayant des traces soient remplacés ou purifiés (7.2.2) et (A. 1).

A.3 Contrôle pour vérifier la présence de peroxydes

Pour vérifier la présence de peroxydes, ajouter 1 ml d'une solution d'iodure de potassium à 100 g/l récemment préparée, à 10 ml d'oxyde diéthylique, dans une petite éprouvette munie d'un bouchon en verre, et préalablement rincée avec un peu d'oxyde diéthylique. Agiter et laisser reposer pendant 1 min. Il convient qu'aucune coloration jaune ne soit constatée dans l'une ou l'autre des deux couches.

D'autres méthodes peuvent être utilisées pour contrôler la présence de peroxydes.

Pour être sûr que l'oxyde diéthylique est exempt de peroxydes, et en reste exempt, traiter l'oxyde diéthylique comme ci-dessous, au moins, 3 jours avant son utilisation.

Couper du zinc en feuille, en bandes pouvant atteindre, au moins, le milieu du récipient contenant l'oxyde diéthylique, en utilisant, environ, 80 cm^2 de feuille de zinc par litre d'oxyde diéthylique.

Avant utilisation, immerger totalement les bandes pendant 1 min dans une solution contenant 10 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($CuS0_4,5H_20$) et 2 ml/1 d'acide sulfurique concentré (fraction massique de 98 %).

Laver doucement et avec soin les bandes à l'eau, introduire les bandes humides traitées au cuivre dans le récipient contenant l'oxyde diéthylique et laisser les bandes dans le récipient.

D'autres méthodes peuvent être utilisées pourvu qu'elles ne modifient pas le résultat de la détermination.

A.4 Oxyde diéthylique contenant des antioxydants

L'oxyde diéthylique contenant environ 1 mg/kg d'antioxydants est disponible dans certains pays, en particulier pour des déterminations de matière grasse. Cette teneur n'exclut pas son emploi à titre de référence.

Dans d'autres pays, l'oxyde diéthylique pourra avoir des teneurs plus élevées en antioxydants, par exemple jusqu'à 7 mg/kg. Dans ce cas, il ne sera utilisé que pour des déterminations de routine, avec un essai à blanc obligatoire effectué simultanément avec les déterminations, afin de corriger les erreurs systématiques dues aux résidus d'antioxydants.

S'il est employé à titre de référence, il devra toujours être distillé avant l'emploi.

A.5 Ethanol

L'éthanol dénaturé autrement que par ajout de méthanol peut être utilisé, pourvu que l'agent dénaturant n'affecte pas les résultats de la détermination.

NOTE B

Autre mode opératoire utilisant des tubes d'extraction de la matière grasse munis d'un siphon ou d'un dispositif de lavage

B.I Généralités

Si l'on emploie des tubes d'extraction de la matière grasse munis d'un siphon ou d'un dispositif de lavage, utiliser le mode opératoire spécifié dans la présente annexe. Les tubes doivent être munis de bouchons en liège de bonne qualité ou de bouchons tels que spécifiés pour les fioles en (4.6) (Figure B.l).

B.2 Mode opératoire

B.2.1 Préparation de l'échantillon pour essai (6).

B.2.2 Prise d'essai

Procéder comme spécifié en (7.1), mais en utilisant les tubes d'extraction de la matière grasse (note en 4.6) et (Figure B.1).

La prise d'essai doit être transférée aussi complètement que possible au fond du tube d'extraction.

B.2.3 Essai à blanc (7.2) et (A.2).

B.2.4 Préparation du récipient pour la récupération de la matière grasse (7.3).

B.2.5 Détermination

B.2.5.1 Effectuer la détermination sans attendre. Ajouter 2 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (3.1) à la prise d'essai (B.2.2) se trouvant dans le tube d'extraction de matière grasse, ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée (note 3.1). Mélanger vigoureusement avec la prise d'essai dans le fond du tube.

B.2.5.2 Ajouter 10 ml d'éthanol (3.2). Mélanger doucement mais complètement avec le mélange au fond du tube. Ajouter, si on le désire, 2 gouttes de solution rouge-Congo (3.3).

B.2.5.3 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (3.4). Fermer le tube avec un bouchon en liège saturé d'eau, ou avec un bouchon d'une autre matière (4.6), mouillé avec de l'eau. Agiter le tube vigoureusement, mais sans excès, afin d'éviter la formation d'émulsions persistantes par des retournements répétés pendant 1 min. Si nécessaire, refroidir le tube à l'eau courante jusqu'à température ambiante. Retirer avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer, ainsi que le col du tube, avec une petite quantité de mélange de solvants (3.6). Utiliser le flacon de lavage (4.8) de façon que les liquides de rinçage coulent dans le tube.

B.2.5.4 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (3.5). Fermer le tube avec le bouchon en liège réhumidifié ou avec l'autre bouchon réhumidifié (en le trempant dans l'eau). Agiter doucement le tube pendant 30s, comme décrit en (B.2.5.3).

B.2.5.5 Centrifuger (4.2) le tube fermé pendant 1 min à 5 min avec une accélération radiale de 80 g à 90 g. Si l'on ne dispose pas de centrifugeuse, laisser le tube bouché reposer sur le support (4.7) pendant, au moins, 30 min, jusqu'à ce que la couche surnageante soit claire et nettement séparée de la couche aqueuse. Si nécessaire, refroidir le tube à l'eau courante jusqu'à température ambiante.

B.2.5.6 Retirer avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer, ainsi que le col du tube, avec une petite quantité de mélange de solvants (3.6). Utiliser le f1acon de lavage (4.8) de façon que les liquides de rinçage coulent dans le tube.

B.2.5.7 Introduire un siphon ou un dispositif de lavage dans le tube. Enfoncer la longue tubulure à l'intérieur jusqu'à ce que l'orifice soit à environ 4 mm au-dessus de l'interface des couches. La tubulure intérieure doit être parallèle à l'axe central du tube d'extraction.

Transvaser avec précaution la couche surnageante du tube dans le récipient pour la récupération de la matière grasse (7.3) contenant quelques régularisateurs d'ébullition (4.10) dans le cas des fioles (facultatif avec les capsules métalliques). Éviter de décanter une partie quelconque de la couche aqueuse. Rincer l'orifice avec une petite quantité de mélange de solvants, en recueillant les liquides de rinçage dans le récipient pour la récupération de la matière grasse.

Note - La couche surnageante peut être transférée du tube d'extraction de la matière grasse, en utilisant, par exemple, un bulbe en caoutchouc relié à la tige courte afin d'assurer la pression.

B.2.5.8 Desserrer le dispositif du col du tube. Le soulever légèrement et rincer la partie inférieure de la longue tubulure interne avec un peu de mélange de solvants (3.6). Abaisser et réintroduire le dispositif et transvaser les liquides de rinçage dans le récipient de récupération de la matière grasse.

Rincer l'orifice externe du dispositif avec un peu de mélange de solvants et recueillir les liquides de rinçage dans le récipient. Si on le désire, le solvant ou une partie du solvant peut être enlevé du récipient, par distillation ou évaporation, comme décrit en (7.4.13).

B.2.5.9 Desserrer de nouveau le dispositif du col. Le soulever légèrement et ajouter 5 ml d'éthanol dans le tube. Utiliser l'éthanol pour rincer la longue tubulure interne. Mélanger comme décrit en (B.2.5.2).

B.2.5.10 Effectuer une seconde extraction en répétant les opérations décrites de (B.2.5.3) à (B.2.5.8), mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique (3.4) et 15 ml d'éther de pétrole (3.5). Utiliser l'oxyde diéthylique pour rincer la longue tubulure interne pendant que l'on retire le dispositif du tube après l'extraction précédente.

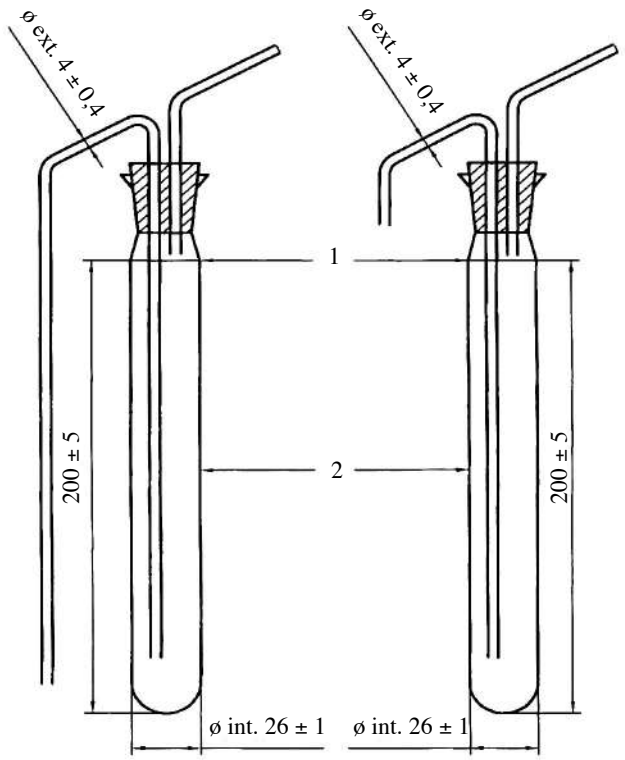
B.2.5.11 Effectuer une troisième extraction, sans addition d'éthanol, en répétant à nouveau les opérations décrites de (B.2.5.3) à (B.2.5.8), mais en utilisant de nouveau seulement 15 ml d'oxyde diéthylique et 15 ml d'éther de pétrole et en rinçant la longue tubulure située à l'intérieur du dispositif, comme décrit en (B.2.5.10).

Note - La troisième extraction n'est pas nécessaire pour du lait ayant une teneur en matière grasse inférieure à 0,5 %.

B.2.5.12 Poursuivre la détermination comme décrit de (7.4.12) à (7.4.14).

Figure B.1 - Exemples de tubes d'extraction pour matière grasse

a) avec siphon **b) avec système d'aspiration par le vide**



Légende

1. Capacité maximale, avec siphon ou système d'aspiration par le vide retiré, 105 ml ± 5 ml.

2. Epaisseur de la paroi 1,5 mm ± 0,5 mm.