

MINISTERE DU COMMERCE

Arrêté du 20 Chaoual 1434 correspondant au 27 août 2013 rendant obligatoire la méthode de détermination de la teneur en azote protéique 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 ;

Arrête :

Article 1er. — En application des dispositions de l'article 19 du décret exécutif n° 90-39 du 3 Rajab 1410 correspondant au 30 janvier 1990, modifié et complété, susvisé, le présent arrêté a pour objet de rendre obligatoire la méthode de détermination de la teneur en azote protéique dans le lait.

Art. 2. — Pour la détermination de la teneur en azote protéique 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 démocratique et populaire.

Fait à Alger, le 20 Chaoual 1434 correspondant au 27 août 2013.

Mustapha BENBADA.

ANNEXE

METHODE DE DETERMINATION DE LA TENEUR EN AZOTE PROTEIQUE DANS LE LAIT

La présente méthode spécifie une technique pour la détermination directe de la teneur en azote protéique du lait liquide, entier ou écrémé.

1. DEFINITION

Pour les besoins de la présente méthode, la définition suivante s'applique :

Teneur en azote protéique :

Rapport de masse des substances, déterminé directement ou indirectement par le mode opératoire décrit dans la présente méthode.

Note - La teneur en azote protéique est exprimée sous forme de pourcentage en masse.

2. PRINCIPE

Précipitation des protéines d'une prise d'essai par addition de solution d'acide trichloroacétique, de sorte que la concentration finale de l'acide trichloroacétique dans le mélange soit d'environ 12%. Séparation du précipité de protéines par filtration (le filtrat contient l'azote non protéique), détermination de la teneur en azote du filtrat par le mode opératoire décrit dans la méthode de détermination de la teneur en azote dans le lait.

3. REACTIFS

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 à utiliser sont ceux spécifiés pour le dosage de l'azote total selon la méthode de détermination de la teneur en azote dans le lait, et les réactifs énumérés ci-après :

3.1 Solution d'acide trichloroacétique (CCl₃COOH).

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 15,0 g d'acide trichloroacétique dans de l'eau et diluer jusqu'au repère. Ne pas utiliser de concentrations d'acide trichloroacétique et de volumes de solutions différents de ceux spécifiés.

Les performances de la méthode en ce qui concerne la valeur moyenne et les caractéristiques de performances interlaboratoires seront différentes en cas d'utilisation d'autres concentrations d'acide trichloroacétique ou d'autres volumes de solutions.

3.2 Solution volumétrique standard d'acide chlorhydrique c(HCl) = (0,1 ± 0,0005) mol/l.

4. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, ainsi que, le matériel utilisé dans la méthode de détermination de la teneur en azote dans le lait et en particulier, le matériel suivant :

4.1 Bain d'eau, pouvant être maintenu à une température de $38^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$;

4.2 Pipette, d'une capacité de 5 ml ;

4.3 Entonnoir de filtration, en verre, de 75 mm de diamètre ;

4.4 Papier-filtre, exempt d'azote, de 15 cm de diamètre ;

4.5 Pipette automatique ou pipette à piston, permettant d'obtenir des doses de 10 ml.

5. ECHANTILLONNAGE

L'échantillonnage se fait dans des conditions appropriées.

6. PRÉPARATION DE L'ECHANTILLON POUR ESSAI

Chauffer l'échantillon pour essai dans le bain d'eau (4.1) réglé à $38^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Bien mélanger, mais délicatement, au moyen de retournements répétés du récipient, sans causer ni mousse ni barattage. Laisser refroidir l'échantillon à température ambiante immédiatement avant de peser la prise d'essai (7.1).

7. MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Pipeter environ $5,0\text{ ml} \pm 0,1\text{ ml}$ de l'échantillon pour essai préparé (6) dans un ballon de Kjeldahl ou dans un tube de minéralisation propre et sec, préalablement pesé à 0,1 mg près. Peser l'échantillon à 0,1 mg près. Ajouter immédiatement $5\text{ ml} \pm 0,1\text{ ml}$ d'eau au ballon ou au tube et rincer tout résidu d'échantillon restant sur le col en faisant couler l'eau de rinçage au fond du ballon ou du tube.

Note - L'utilisation d'un ballon de Kjeldahl ou d'un tube de minéralisation est fonction de la méthode choisie par le laboratoire.

7.2 Détermination directe

7.2.1 Précipitation et filtration

Ajouter $40\text{ ml} \pm 0,5\text{ ml}$ de solution d'acide trichloroacétique (3.1) au ballon de Kjeldahl ou au tube de minéralisation contenant la prise d'essai (7.1) et agiter pour mélanger le contenu.

Laisser reposer le ballon ou le tube pendant 5 min environ pour permettre au précipité de se déposer. Filtrer le contenu du ballon ou du tube au travers d'un papier-filtre (4.4) placé dans un entonnoir de filtration (4.3).

Recueillir le filtrat dans une fiole conique propre. Une partie du précipité restera dans le ballon de Kjeldahl ou dans le tube de minéralisation et une autre partie sera recueillie sur le papier-filtre. Il n'est pas nécessaire de retirer tout le précipité du ballon ou du tube.

Immédiatement après avoir versé le mélange et pour ne pas laisser à une partie du précipité le temps de sécher sur le col du ballon ou du tube, ajouter, à l'aide d'une pipette automatique (4.5), 10 ml de la solution d'acide trichloroacétique (3.1).

Utiliser également cette solution pour rincer tout résidu de précipité restant sur le col, en laissant couler le liquide de rinçage au fond du ballon ou du tube.

Agiter par un mouvement de rotation pour mélanger le contenu. Verser le contenu ainsi obtenu du ballon ou du tube au travers du même papier-filtre. Ajouter ce filtrat à celui qui a été recueilli auparavant dans la fiole conique. Une nouvelle fois, rincer immédiatement le col du ballon ou du tube avec une nouvelle dose de 10 ml de solution d'acide trichloroacétique et agiter pour mélanger le contenu. Verser pour la troisième fois le contenu du ballon ou du tube au travers du même papier-filtre, en ajoutant le filtrat à celui qui a été recueilli auparavant dans la fiole conique.

Le filtrat obtenu doit être transparent et exempt de particules de matière. À ce stade, le filtrat n'est plus nécessaire et peut être mis au rebut de manière appropriée.

Si l'on doit effectuer des essais répétés du même échantillon pour essai, deux opérations distinctes de précipitation et de filtration doivent être effectuées avec chaque échantillon pour essai.

7.2.2 Préparation du filtrat

En portant des gants, retirer doucement le papier-filtre de l'entonnoir de filtration et plier le papier pour enfermer le précipité. S'il subsiste une trace de précipité sur la lèvre intérieure ou extérieure du ballon de Kjeldahl ou du tube de minéralisation, essuyer ces résidus avec le papier filtre replié, de façon que tout résidu de précipité adhère au papier, puis déposer le papier-filtre à son tour dans le ballon de Kjeldahl ou dans le tube de minéralisation.

7.2.3 Minéralisation et distillation

Ajouter la quantité appropriée de corps facilitant l'ébullition, de sulfate de potassium, de solution de sulfate de cuivre et d'acide sulfurique au ballon de Kjeldahl ou au tube de minéralisation et poursuivre le processus de minéralisation et de distillation selon le mode opératoire décrit, respectivement dans la méthode de détermination de la teneur en azote dans le lait.

7.2.4 Essai à blanc

Réaliser un essai à blanc en remplaçant la prise d'essai par un papier-filtre (4.4) lavé avec une solution d'acide trichloroacétique (3.1) et en procédant comme décrit en (7.2.1) à (7.2.3). Toujours titrer les prises d'essai à blanc avec le même réactif et le même appareillage que pour les prises d'essai.

Consigner les valeurs à blanc. Si ces valeurs varient, identifier la cause de ce changement.

7.3 Détermination indirecte

En alternative à la détermination directe (7.2), la teneur en azote protéique d'un échantillon pour essai peut être calculée en ayant recours à une détermination indirecte classique.

Cela se fait en soustrayant la teneur en azote non protéique de la teneur en azote total du même échantillon pour essai, déterminé selon la méthode de détermination de la teneur en azote dans le lait.

Pour exprimer la teneur en protéines vraies, le résultat obtenu pour la teneur en azote protéique est multiplié par 6,38.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

8.1 Calcul de la teneur en azote protéique

8.1.1 Calculer la teneur en azote protéique de l'échantillon pour essai, w_{pn} , à l'aide de l'équation suivante :

$$w_{pn} = \frac{1,4007 (V_s - V_b) M_r}{m}$$

Où

w_{pn} : est la teneur en azote protéique de l'échantillon pour essai, exprimée sous forme de pourcentage en masse ;

V_s : est la valeur numérique du volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique (3.2) utilisé dans la détermination, exprimée à 0,05 ml près ;

V_b : est la valeur numérique du volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique (3.2) utilisé dans l'essai à blanc, exprimée à 0,05 ml près ;

M_r : est la valeur numérique de la molarité exacte de l'acide chlorhydrique (3.2), exprimée à quatre décimales près ;

m : est la valeur numérique, en grammes, de la masse de la prise d'essai (7.1), exprimée à 0,1 mg près.

8.1.2 Exprimer les résultats obtenus à quatre décimales près, si c'est nécessaire pour des calculs ultérieurs. S'il s'agit de résultats finaux, exprimer la teneur en azote à trois décimales près et la teneur en protéines à deux décimales.

Il convient de ne pas arrondir les résultats avant l'utilisation finale de la valeur d'essai.

Note - Cela est particulièrement vrai lorsque les valeurs sont appelées à être utilisées pour des calculs ultérieurs. C'est le cas, par exemple, lorsque les valeurs d'essai individuelles obtenues à partir de l'analyse de plusieurs échantillons sont utilisées pour calculer les statistiques de performance de la méthode concernant les variations intralaboratoires et interlaboratoires.

C'est également le cas lorsque les valeurs servent de référence pour l'étalonnage d'un instrument (par exemple un analyseur de lait à infrarouge), où les valeurs concernant plusieurs échantillons seront utilisées pour un calcul de régression simple ou multiple.

Dans ces cas-là, il convient de ne pas arrondir les résultats obtenus avant de les utiliser pour les calculs ultérieurs.

8.2 Calcul de la teneur en protéines vraies

8.2.1 Calculer la teneur en protéines vraies de l'échantillon pour essai, W_p , à l'aide de l'équation suivante:

$$W_p = W_{pn} \times 6,38$$

Où

W_p : est la teneur en protéines vraies de l'échantillon pour essai, exprimée sous forme de pourcentage en masse ;

W_{pn} : est la teneur en azote protéique de l'échantillon pour essai, exprimée sous forme de pourcentage en masse, à quatre décimales près (8.1) ;

6,38 : est le coefficient multiplicateur généralement admis pour exprimer la teneur en azote en tant que teneur en protéines vraies.

8.2.2 Exprimer les résultats obtenus pour la teneur en protéines vraies à trois décimales près, si c'est nécessaire pour des calculs ultérieurs. S'il s'agit de résultats finaux (8.1), deux décimales suffisent.

9. FIDELITE

9.1 Essai interlaboratoires

Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité sont issues des résultats d'un essai interlaboratoires. Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas être applicables aux plages de concentration et matrices autres que celles indiquées.

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'excédera que dans 5 % des cas au plus les valeurs suivantes :

- 0,0038 % pour la teneur en azote protéique ;
- 0,024 % pour la teneur en protéines vraies.

9.3 Reproductibilité

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 dans 5 % des cas au plus les valeurs suivantes :

- 0,0092 % pour la teneur en azote protéique ;
- 0,059 % pour la teneur en protéines vraies.