

**MINISTERE DU COMMERCE**

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

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 10-149 du 14 Joumada Ethania 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'iode des corps gras d'origine animale et végétale.

Art. 2. — Pour la détermination de l'indice d'iode 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'IODE DES CORPS GRAS D'ORIGINE ANIMALE ET VEGETALE**

**1- DEFINITION**

**Indice d'iode :** Quantité de monochlorure d'iode, exprimée en grammes d'iode, absorbée par 100g du produit dans les conditions opératoires décrites dans la présente méthode.

**2- PRINCIPE**

Addition à une prise d'essai d'une solution de monochlorure d'iode dans un mélange formé d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Après un temps donné de réaction, réduction de l'excès de monochlorure d'iode par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau et titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

**3- REACTIFS**

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

**3.1 - Iodure de potassium**, solution à 100g/l, exempte d'iode libre ou d'iodate.

**3.2 - Empois d'amidon**, Mélanger 5g d'amidon, soluble, avec 30ml d'eau, ajouter ce mélange à 1000ml d'eau bouillante et laisser bouillir durant 3 minutes.

**3.3- Thiosulfate de sodium, solution titrée 0.1 N.**

**3.4 - Acide acétique** cristallisable, exempt d'éthanol et de matières oxydables.

**3.5 - Tétrachlorure de carbone**, exempt de matières oxydables.

#### NOTE 1

Vérifier l'absence de matières oxydables dans chacun des réactifs (3.4) et (3.5), en agitant 10ml du réactif avec 1 ml de solution saturée de bichromate de potassium, et 2 ml d'acide sulfurique concentré, masse volumique à 20° = 1,84g/ml. Aucune coloration verte ne doit apparaître.

**3.6 - Monochlorure d'iode**, solution dans un mélange acide acétique / tétrachlorure de carbone (réactif de Wijs).

Ce réactif existe dans le commerce, il peut être préparé de la manière suivante :

Dans un flacon en verre brun de 1500 ml, peser 9 g de trichlorure d'iode (ICL3), les dissoudre dans un mélange formé de 700 ml de l'acide acétique cristallisable (3.4) et de 300 ml du tétrachlorure de carbone (3.5).

Prendre 5 ml de la solution et ajouter 5 ml de la solution d'iodure de potassium (3.1) et 30 ml d'eau.

Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium (3.3), en présence de quelques gouttes de l'empois d'amidon (3.2) comme indicateur. Ajouter 10g d'iode pur bisublimé au réactif et les dissoudre complètement par agitation. Titrer l'iode libre comme précédemment.

Cette teneur doit être égale à une fois et demie celle de la première détermination. Dans le cas contraire, ajouter une faible quantité d'iode pur bisublimé jusqu'à ce que la teneur dépasse légèrement la limite d'une fois et demie, car il ne doit subsister aucune trace de trichlorure d'iode, ce dernier provoquant des réactions secondaires.

Laisser décanter la solution, puis verser le liquide limpide dans un flacon jaune ou brun. Si la solution est conservée dans un flacon bien bouché, à l'abri de la lumière, elle peut être utilisée pendant plusieurs mois.

#### NOTE 2

Si l'on ne dispose pas de trichlorure d'iode, le réactif de Wijs peut être préparé à partir de monochlorure d'iode (ICL), de la manière suivante :

Dissoudre 19 g de monochlorure d'iode dans 700 ml d'acide - acétique cristallisable (3.4) et 300 ml de tétrachlorure de carbone.

Après addition de quelques milligrammes d'iode pur bisublimé, titrer l'iode libre comme décrit précédemment.

Diluer, si nécessaire, avec le mélange de solvant spécifié, jusqu'à ce que 5 ml de réactif correspondent à environ 10 ml de la solution de thiosulfate de sodium (3.3).

La composition correcte du réactif devrait être déterminée selon le mode opératoire suivant :

A) Dans une fiole à col large, d'environ 250 ml, munie d'un bouchon en verre rodé, introduire 50 ml d'une solution d'acide chlorhydrique à 50% (V/V) et 50 ml de tétrachlorure de carbone.

Ajouter exactement 25 ml de réactif de Wijs, préparé à partir de monochlorure d'iode et mélanger.

Titrer l'iode présent dans la couche rouge-violet du tétrachlorure de carbone avec une solution d'iodate de potassium 0,04N, en agitant vigoureusement jusqu'à ce que la couche devienne incolore.

Si la couche de tétrachlorure de carbone est déjà incolore, cela signifie que le réactif de Wijs ne contient pas d'iode libre et donc le rapport de l'iode au chlore est inférieur à 1; dans ce cas, il est nécessaire d'ajouter, aux 25 ml de la solution préparée du réactif de Wijs, une quantité d'iode pur bisublimé permettant de développer la coloration rouge-violet.

Calculer ensuite la quantité d'iode nécessaire pour la totalité du réactif de Wijs et la dissoudre dans cette solution.

Recommencer encore une fois comme décrit précédemment et titrer l'iode présent dans la couche rouge-violet du tétrachlorure de carbone avec une solution d'iodate de potassium 0,04N.

B) Dans une deuxième fiole à col large, d'environ 250 ml, munie d'un bouchon en verre rodé, introduire exactement 25 ml de réactif de Wijs renfermant suffisamment d'iode.

Ajouter 15 ml d'une solution d'iodure de potassium à 150 g/l et environ 150 ml d'eau.

Agiter et titrer l'iode libéré au moyen de la solution de thiosulfate de sodium (3.3) comme indicateur, agiter vigoureusement à la fin du titrage.

#### CALCUL :

$$\text{Iode} \quad V_1 T_1 + V_2 T_2$$

$$----- = -----$$

$$\text{Chlore} \quad V_1 T_1 - V_2 T_2$$

Où :

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution thiosulfate de sodium (3.3), utilisé pour déterminer l'iode du monochlorure d'iode.

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution d'iode de potassium 0,04 N, utilisé pour déterminer l'iode libre.

$T_1$  est la normalité exacte de la solution de thiosulfate de sodium (3.3) utilisée.

$T_2$  est la normalité exacte de la solution d'iode de potassium utilisée.

Il est à noter que lorsqu'il s'agit de vérifier seulement si le réactif de wijs contient réellement un léger excès d'iode, on peut s'arrêter au titrage décrit en A du mode opératoire.

Au moment où la couche de tétrachlorure de carbone se colore, soit directement après addition de 25ml du réactif de wijs à la solution d'acide chlorhydrique et de tétrachlorure de carbone, soit après avoir dissous une quantité suffisante d'iode pur bisublimé dans le réactif de wijs, il est évident que le rapport à déterminer est plus grand que 1.

#### 4 - APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

**4.1** – Nacelles en verre, de capacité appropriée à la prise d'essai.

**4.2** – Flacons à col large, munis de bouchons rodés (par exemple, verre à fioles à l'indice d'iode), de capacité environ 250 ml.

**4.3** – Burettes, de 50 ml graduées en 0.1 ml.

**4.4** - Pipettes, de 20 et 25 ml.

**4.5** – Balance analytique.

#### Note 3

L'appareillage doit être parfaitement propre et sec.

#### 5 – ECHANTILLONNAGE

La préparation de l'échantillon pour essai des corps gras d'origine animale et végétale se fait dans les conditions appropriées.

#### 6 - MODE OPERATOIRE

##### 6.1- Prise d'essai

La masse de la prise d'essai varie de la façon suivante, selon l'indice d'iode présumé :

| INDICE D'IODE PRESUME | PRISE D'ESSAI EN GRAMMES |
|-----------------------|--------------------------|
| inférieur à 5         | 3,00                     |
| 5 à 20                | 1,00                     |
| 21 à 50               | 0,40                     |
| 51 à 100              | 0,20                     |
| 101 à 150             | 0,13                     |
| 151 à 200             | 0,10                     |

Faire fondre l'échantillon, si nécessaire, à une température d'environ 10°C au dessus du point de fusion et filtrer, à cette température, sur un papier filtre sec pour filtration rapide sur lequel on aura placé 4g de sulfate de sodium anhydre et 1 g d'adjuvant de filtration.

Le filtrat doit être parfaitement limpide.

#### 6.2 - Détermination

La détermination doit être effectuée à la température ambiante.

Peser la prise d'essai, à 0.001 g près, dans une nacelle en verre (4.1). L'introduire dans un flacon de 250 ml (4.2).

Ajouter 15 ml du tétrachlorure de carbone (3.5) pour dissoudre la matière grasse. Ajouter exactement 25 ml du réactif de wijs (3.6), boucher, agiter doucement et placer le flacon dans un endroit sombre.

Pour les produits ayant un indice d'iode inférieur à 150, laisser le flacon dans un endroit sombre durant 1 h ; pour ceux ayant un indice d'iode supérieur à 150, et pour des produits polymérisés ou des produits considérablement oxydés, le laisser durant 2h.

Après ce temps, ajouter 20 ml de la solution d'iodure de potassium (3.1) et 150 ml d'eau.

Titre avec la solution de thiosulfate de sodium (3.3) jusqu'à ce que la couleur jaune due à l'iode ait presque disparu. Ajouter quelques gouttes de l'empois d'amidon (3.2) et poursuivre le titrage jusqu'au moment où la couleur bleu disparaît après avoir agité très vigoureusement.

#### Note 4

Il est possible d'effectuer un titrage potentiométrique. Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

#### 6.3- Essai à blanc

Effectuer, en même temps, un essai à blanc dans les mêmes conditions.

#### 7- EXPRESSION DES RESULTATS

##### 7.1- Mode de calcul et formule

L'indice d'iode est égal à :

$$\frac{12,69 T_1 (V_3 - V_4)}{m}$$

Où :

$T_1$  est la normalité exacte de la solution de thiosulfate de sodium (3.3) utilisée ;

$V_3$  est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (3.3), utilisé pour essai à blanc ;

$V_4$  est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (3.3) utilisé pour la détermination ;

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

##### 7.2 - Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0.4 unité d'indice d'iode.