

7.2 Résultat

Faire le calcul avec 4 décimales.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (voir 7.3) sont remplies. Dans le cas contraire, refaire l'essai en double.

Exprimer le résultat à 0,001 % (m/m) près.

7.3 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations (voir 6.1) effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas dépasser 0,002 g d'acide sulfurique pour 100 g de matière sèche.

— — — — ★ — — — —

Arrêté du 16 Rajab 1433 correspondant au 6 juin 2012 rendant obligatoire la méthode de dosage du taux de cendres par incinération dans les céréales, légumineuses et produits dérivés.

— — — —

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 10-149 du 14 Joumada Etania 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 ;

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 dosage du taux de cendres par incinération dans les céréales, légumineuses et produits dérivés.

Art. 2. — Pour le dosage du taux de cendres par incinération dans les céréales, légumineuses et produits dérivés, 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 16 Rajab 1433 correspondant au 6 juin 2012.

Mustapha BEN BADA

— — — — —

ANNEXE

METHODE DE DOSAGE DU TAUX DE CENDRES PAR INCINERATION DANS LES CEREALES, LEGUMINEUSES ET PRODUITS DERIVES.

La présente méthode spécifie une technique de dosage des cendres dans les céréales, les légumineuses et leurs produits de mouture destinés à l'alimentation humaine.

Les matériaux et produits sources sont :

- a) les graines de céréales ;
- b) les farines et les semoules ;
- c) les produits de mouture (sons et produits à forte teneur en son, remoulages) ;
- d) les farines de céréales composées ;
- e) les produits dérivés des céréales autres que les produits de mouture ;
- f) les légumineuses et leurs produits dérivés.

La présente méthode n'est applicable ni aux amidons et produits dérivés des amidons, ni aux produits destinés à l'alimentation animale, ni aux semences.

1. Définition

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

Cendres : résidu incombustible obtenu après incinération selon la technique décrite dans la présente méthode.

2. Principe

Incinération d'une prise d'essai jusqu'à combustion complète des matières organiques puis pesée du résidu obtenu. Le résidu obtenu est floconneux après incinération à 550 °C et vitrifié après incinération à 900 °C. De façon générale, les produits contenant des sels (chlorure de sodium, pyrophosphate par exemple) doivent être incinérés à (550 ± 10) °C.

Le Tableau ci-après résume les températures d'incinération à utiliser en fonction des produits.

Températures d'incinération et type de produits.

Type de produits	Températures d'incinération	
Farines	(550 ± 10) °C	(900 ± 25) °C
Semoules	(550 ± 10) °C	(900 ± 25) °C
Graines de céréales	(550 ± 10) °C	(900 ± 25) °C
Autres produits de mouture (par exemple sons, produits à forte teneur en sons, remoulages)	(550 ± 10) °C	—
Préparations composées à base de céréales	(550 ± 10) °C	—
Produits dérivés des céréales autres que les produits de mouture	(550 ± 10) °C	—
Légumineuses et leurs produits dérivés	(550 ± 10) °C	—

3. Réactifs

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

3.1 Acide chlorhydrique, solution aqueuse, mélange à part égale d'HCl (fraction volumique 35 %) et d'eau.

3.2 Pentoxyde de diphosphore, purifié (P₄O₁₀).

3.3 Éthanol.

4. Appareillage

4.1 Broyeur, facile à nettoyer et ayant un espace mort aussi réduit que possible et apte à assurer un broyage rapide et uniforme.

4.2 Capsule à incinération, de capacité au moins égale à 20 ml, de forme rectangulaire ou circulaire, à fond plat et ayant une surface utile au moins égale à 12 cm². Des matériaux appropriés inaltérables dans les conditions de température de l'essai sont les suivants :

- a - à 900 °C - platine ou rhodium ;
- b - à 550 °C - quartz ou silice ;

Dans les deux cas, le matériau utilisé doit permettre de respecter les valeurs de fidélité.

Les capsules doivent être nettoyées par immersion complète pendant au moins 1 h dans une solution aqueuse d'acide chlorhydrique (3.1) puis rincée à l'eau courante et ensuite à l'eau distillée.

Après rinçage, les nacelles en quartz ou en silice doivent être séchées dans une étuve (4.7) pendant le temps nécessaire à l'élimination de l'eau.

4.3 Four à moufle électrique, avec circulation d'air adéquate, comportant un système de réglage de la température et une enceinte réfractaire non susceptible de perdre des particules à la température d'incinération, et pouvant être réglé à (900 ± 25) °C ou à (550 ± 10) °C.

4.4 Dessiccateur à robinet, muni d'une plaque perforée en aluminium ou en porcelaine, et garni de pentoxyde de diphosphore (3.2) comme déshydratant.

4.5 Balance analytique, avec une précision de 0,01 mg.

4.6 Diviseur à rifles ou conique.

4.7 Etuve, pour le séchage des capsules à incinération.

5. Échantillonnage

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

6. Préparation de l'échantillon pour essai

Pour les graines ou les produits contenant des graines entières, homogénéiser et diviser l'échantillon pour obtenir une quantité représentative et compatible avec le type de broyeur (4.1) utilisé. Broyer l'échantillon ainsi obtenu. Les autres produits ne nécessitent pas de broyage.

7. Mode opératoire**7.1 Détermination de la teneur en eau**

Procéder préalablement à la détermination de la teneur en eau de l'échantillon pour essai pour les céréales autres que le maïs ou les légumineuses. Il est recommandé de traiter les légumineuses et leurs dérivées avec un temps de séchage de 90 min et un préconditionnement si la fraction massique de l'eau est inférieure à 7 % ou supérieure à 13 %.

7.2 Préparation des capsules à incinération

Pour les capsules à incinération convenant pour l'essai à 900 °C, (4.2), les porter préalablement nettoyées à la température d'incinération utilisée en les plaçant dans le four à moufle (4.3) pendant 5 min, les laisser refroidir dans le dessiccateur (4.4) puis les peser (4.5) à 0,1 mg près.

Pour les capsules à incinération convenant pour l'essai à 550 °C, les nettoyer et les placer dans une étuve (4.7) durant le temps nécessaire au séchage (par exemple 90 min à 130 °C). Immédiatement avant emploi, sortir les capsules de l'étuve et les laisser refroidir dans un dessiccateur (4.4) puis les peser (4.5) à 0,1 mg près.

7.3 Préparation de la prise d'essai

À partir de l'échantillon pour essai préparé selon (6) et soigneusement homogénéisé, peser (4.5) rapidement à 0,1 mg près une prise d'essai comprise entre 3,9 g et 4,1 g dans le cas d'une incinération à 900 °C et entre 4,9 g et 5,1 g dans le cas d'une incinération à 550 °C. Dans le cas des produits à faible densité, la prise d'essai peut être comprise entre $(2 \pm 0,1)$ g et $(3 \pm 0,1)$ g. Dans la capsule à incinération préparée et tarée comme décrit en (7.2), répartir le produit, sans le tasser, en une couche uniforme.

7.4 Préincinération

Placer la capsule et son contenu à l'entrée du four porté à la température d'incinération. A 900 °C, les produits s'enflamment spontanément. A 550 °C, Il est nécessaire d'ajouter de l'éthanol (3.3) pour les enflammer. Pour une préincinération à 550 °C, il est permis d'introduire les nacelles dans le four froid et de laisser le four monter en température.

7.5 Incinération

Attendre que le produit ait fini de brûler puis introduire la capsule à l'intérieur du four. Fermer la porte du four. Poursuivre l'incinération jusqu'à combustion complète du produit, y compris des particules charbonneuses contenues dans le résidu, soit 1 h après la remontée du four à 900 °C, et 4 h minimum à 550 °C.

Une fois l'incinération terminée, retirer la capsule du four, et la mettre à refroidir dans le dessiccateur (4.4). Pour maintenir l'efficacité du dessiccateur, ne pas superposer les capsules. Dès que la capsule a atteint la température ambiante (soit 15 min à 20 min pour les capsules en platine et 60 min à 90 min minimum pour les capsules en quartz ou en silice), peser à 0,1 mg près et rapidement en raison du caractère hygroscopique des cendres.

Dans le cas de l'incinération à 550°C, des précautions particulières doivent être prises à l'entrée d'air et lors de l'ouverture du dessiccateur pour ne pas entraîner les résidus floconneux.

7.6 Nombre de déterminations

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

8. Expression des résultats

Le taux de cendre, en fraction massique par rapport à la matière sèche exprimé en pourcentage, est donné par l'équation (1) :

$$w_{a,d} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100 - w_m} \quad (1)$$

Où :

m_0 : est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.3) ;

m_1 : est la masse, en grammes, de la capsule d'incinération (7.2) ;

m_2 : est la masse, en grammes, de la capsule d'incinération (7.2) et du résidu d'incinération (7.5) ;

w_m : est la teneur en eau, en pourcentage par masse, de l'échantillon (7.1) ;

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (9) sont remplies.

Exprimer le résultat à 0,01 % (par masse) près.

Si besoin est, le taux de cendre, en fraction massique par rapport à la matière humide exprimé en pourcentage, $w_{a,w}$ est donné par l'équation (2) :

$$w_{a,w} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \quad (2)$$

9. 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 et dans un court intervalle de temps, ne dépassera pas plus de 5 % des cas.