

### 10 . قابلية إعادة التجربة :

يجب أن لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتين لتجربتين منفردتين، المتحصل عليهما بواسطة نفس المنهج على مادة مماثلة خاضعة للتجربة في مخابر مختلفة من طرف محللين مختلفين باستعمال تجهيزات مختلفة، حد قابلية التجربة بين المخابر إلا في 5% من الحالات وما فوق.



### قرار مؤرخ في 26 جمادى الثانية عام 1432 الموافق 29 مايو سنة 2011، يجعل منهج تصيد مؤشر البيروكسيد للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي 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،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالموصفات التقنية للزبدة و كيفيات وضعها للاستهلاك،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

### 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 تصيد مؤشر البيروكسيد للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

ما عدا بالنسبة للأجسام الدسمة ذات نقطة انصهار عالية، صعوبة التصبين والتي يجب أن تكون مدة انصهارها ساعتين (2).

2 . 2 . 7 يضاف إلى المحلول الساخن، من 0,5 إلى 1 ملل من محلول فينول فتاليين (3 . 3) ويعاير بحمض الكلوريدريك (3 . 2) إلى غاية اختفاء اللون الوردي للمؤشر. إذا كان المحلول ملونا جدا، يستعمل 0,5 ملل إلى 1 ملل من محلول أزرق الألكلين (6b) (3 . 4).

### 3 . 7 التجربة على بياض

تجري تجربة على بياض باتخاذ نفس طريقة العمل كما هو الحال في (7 . 2)، باستعمال كذلك 25,0 ملل من المحلول الإيتانولي لهيدروكسيد البوتاسيوم (3 . 1) لكن بإهمال العينة المأخوذة للتجربة.

### 8 . التعبير من النتائج :

يساوي مؤشر التصبين إلى :

$$ع ت = \frac{(ح - 0ح) \times 56,1}{ك}$$

### حيث :

0ح : هو الحجم المقدر بالليلترات لحمض الكلوريدريك (3 . 2) المستعمل للتجربة على بياض،

1ح : هو الحجم المقدر بالليلترات لحمض الكلوريدريك (3 . 2) المستعمل للتحديد،

ت : هو التركيز الدقيق لحمض الكلوريدريك (2,3)،

ك : هي الكتلة بالغرامات للعينة المأخوذة للتجربة (1 . 7)،

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للتحديد، إذا توفرت شروط التكرارية (2 . 9)،

تعطى النتيجة على شكل عدد طبيعي.

### 9 . التكرارية :

يجب أن لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتين منفردتين، منفصلتين، المتحصل عليهما بواسطة نفس المنهج على مادة مماثلة في نفس المخبر من طرف نفس المحلل باستعمال نفس التجهيزات في مجال زمني قصير، حد التكرارية إلا في 5% من الحالات وما فوق.

بالعين المجردة اليود المحرر من البيروكسيد، بواسطة كاشف النشاء والمحلول المرجعي من ثيو سولفات الصوديوم. وتحدد نهاية المعايرة بالعين المجردة.

### 3. الكواشف :

ما عدا تعليمات مخالفة، تستعمل فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها. يجب أن تكون جميع الكواشف خالية من الأكسجين المذاب.

3. 1. ماء، منزوع الأملاح المعدنية، مغلى ومبرد في 20° م.

3. 2. حمض الأستيك البارد، جزء كتلي، 100%، منزوع الغاز في وعاء ذي موجات فوق صوتية تحت الفراغ أو ينقى تحت تيار من الغاز العاطل نقي وجاف (ثاني أكسيد الكربون أو الأزوت).

3. 3. إيزو - أوكتان، منزوع الغاز في وعاء ذي موجات فوق صوتية تحت فراغ أو ينقى تحت تيار غازي عاطل، نقي وجاف (ثاني أكسيد الكربون والأزوت).

3. 4. خليط حمض الأستيك البارد / إيزو أكتان، يحضر بخلط 60 ملل من حمض الأستيك البارد و 40 ملل من إيزو أو أكتان ( جزء حجمي لحمض الأستيك البارد كثافته  $p = 60$  / ملل / 100 مل، جزء حجمي لإيزو - أوكتان كثافته  $p = 40$  / ملل / 100 مل).

ينزع الغاز من الخليط في وعاء ذو موجات فوق صوتية في الفراغ أو ينقى تحت تيار من الغاز العاطل النقي والجاف (ثاني أكسيد الكربون أو الأزوت).

3. 5. إيودور البوتاسيوم، خال من اليود واليودات.

3. 6. محلول إيودور البوتاسيوم المشبع، التركيز الكتلي = 175 غ / 100 ملل. يذوب حوالي 14 غ من إيودور البوتاسيوم في حوالي 8 غ من الماء الموضوع للغليان حديثا والمعاد إلى درجة حرارة المحيط.

الحرص على تثبيت المحلول في الحالة المشبعة (بلورات غير مذابة). يحفظ المحلول بعيدا عن الضوء ويحضر محلولاً جديداً كل يوم. يراقب المحلول بالتجربة التالية : يضاف قطرتين من محلول النشاء إلى 0,5 ملل من إيودور البوتاسيوم في 30 ملل من محلول حمض الأستيك البارد / إيزو - أوكتان. إذا كان تشكل اللون الأزرق يستلزم أكثر من قطرة واحدة من المحلول المرجعي لثيو سولفات الصوديوم 0,1 مول / ل، يستبعد محلول إيودور البوتاسيوم.

**المادة 2 :** من أجل تحديد مؤشر البيروكسيد للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي، 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 26 جمادى الثانية عام 1432 الموافق 29 مايو سنة 2011.

### مصطفى بن بادة

#### الملحق

**منهج تحديد مؤشر البيروكسيد للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي**  
( تحديد بنقطة وقف إيودومترية )

#### 1. التعريف والمصطلحات :

لتطلبات هذا المنهج، يطبق المصطلح والتعريف التاليان :

#### مؤشر البيروكسيد (IP)

هو كمية المواد في العينة، يعبر عنه بكمية الأكسجين النشط الذي يؤكسد إيودور البوتاسيوم في الشروط المحددة في هذا المنهج.

#### ملاحظة

يعبر عن مؤشر البيروكسيد عموماً بالجزء من الألف المعادل للأكسجين النشط في الكيلوغرام من الزيت، لكن يمكن كذلك أن نعبر عنه في نظام الوحدة الدولية بالميليمول من الأكسجين النشط في الكيلوغرام من الزيت. تمثل القيمة بالميليمول من الأكسجين النشط في الكيلوغرام نصف القيمة المعبر عنها بالجزء من الألف المعادل للأكسجين النشط في الكيلوغرام. مؤشر البيروكسيد ( بجزء من الألف المعادل للأكسجين النشط في الكيلوغرام ) المضروب في الكتلة المكافئة للأكسجين النشط (تساوي 8) يساوي كمية الأكسجين بالميليجرامات في كيلوغرام من الزيت.

#### 2. المبدأ :

تذوب عينة التجربة في إيزو أوكتان وحمض الأستيك البارد، ثم يضاف إيودور البوتاسيوم. يحدد

4 . 4 ماصات، ذات 0,5 ملل، 1 ملل، 10 ملل ( أو ماصات أوتوماتيكية).

4 . 5 مخبار مدرج، سعته 50 ملل و 100 ملل،

4 . 6 ميزان تحليلي، القراءة بتقريب 0,001 غ،

4 . 7 رجاج مغناطيسي، مجهز بقضيب ممغنط طوله (2,5 سم) و صفحة التسخين.

4 . 8 حوجلة مدرجة، ذات 1000 ملل.

4 . 9 حوجلة مدرجة، ذات 250 ملل.

4 . 10 حوجلة مدرجة، ذات 500 ملل.

4 . 11 فرن ذو موجات صغيرة جدا (micro-onde)،

يمكن استعمال فرن ذو موجات صغيرة جدا لإذابة العينات الصلبة سريعا وبسهولة. لا يحدث استعمال فرن ذو موجات صغيرة جدا ارتفاع مؤشر البيروكسيد في حالة استعماله بحذر وبطريقة صحيحة. يجب أن تراقب الظروف المكيفة بتجارب مسبقة.

#### 5 . اقتطاع العينات

يجب أن تكون العينة قد أرسلت إلى المخبر، يشترط أن تكون العينة غير فاسدة وغير متغيرة أثناء النقل أو التخزين.

#### 6 . تحضير العينة للتجربة

يجب أن تعطى الأولوية لاقتطاع عينة التجربة من أجل تحديد مؤشر البيروكسيد الذي يجب تحديده في الحين.

من الأفضل مجانسة العينة بدون تسخين وبعيدا عن الهواء. ويجب تجنب أشعة الشمس المباشرة. تسخن بحذر العينات الصلبة في 10° م فوق نقطة انصهارها. يجب ترشيح العينات التي تحتوي على ملوثات مرئية.

بالنسبة لبعض المنتوجات، يمكن أن تكون الكمية المستخلصة من الجسم الدسم أو الزيت أصغر من 5 غ حيث أن مؤشر البيروكسيد يكون أكثر من 30 جزء من الألف المعادل من الأكسجين النشط في الكيلوغرام. في هاته الحالات، يستحب أن يختار المستعمل عينة صغيرة جدا للتجربة.

#### 7 . طريقة العمل

##### 1 . 7 عموميات

تتبع جميع المراحل في ضوء النهار المنتشر أو الضوء الاصطناعي. تجنب كل تعرض مباشر إلى أشعة الشمس. الحرص على أن تكون جميع الأوعية خالية من المركبات المؤكسدة والمرجعة.

#### 7.3 المحلول المرجعي لثيوسولفات الصوديوم

##### نظاميته 0,1

(  $NA_2S_2O_3$  ) c = 0,1 مول/ل.

من أجل تحضير هذا المحلول، يستعمل فقط الماء الموضوع حديثا للغليان، ينقى بالأزوت إذا كان ممكنا. يمكن استعمال هذا المحلول لمدة شهرا واحدا ويحفظ في قارورة زجاجية داكنة.

#### 8 . 3 محلول مرجعي من ثيوسولفات الصوديوم

##### 0,01 ن

(  $NA_2S_2O_3$  ) c = 0,01 مول/ل ( 2 . 7 ).

يجب تحضير هذا المحلول حديثا انطلاقا من المحلول المرجعي لـ 0,1 مول/ل من ثيوسولفات الصوديوم المحضر مسبقا، أو يحدد عياره كل يوم. تبين التجربة بأن الاستقرار محدود وله علاقة مع قيمة العامل الهيدروجيني ( PH ) وكمية ثاني أكسيد الكربون الحر. يستعمل فقط الماء الموضوع حديثا للغليان وينقى بالأزوت إذا كان ممكنا.

#### 9 . 3 محلول النشاء، التركيز الكلي = 1 غ /

100 ملل.

يخلط 0,5 غ من النشاء في كمية قليلة من الماء البارد. يضاف هذا الخليط إلى 50 ملل من الماء المغلي مع التحريك، يترك ليغلي بضع ثوان ثم يترك مباشرة ليبرد.

يجب تحضير محلول جديد كل يوم.

وينصح استعمال نشاء البطاطا بالنسبة لقياس اليود بما أنه يسمح بالحصول على أزرق داكن جدا. يمكن استعمال كواشف مكافئة.

#### 3 . 10 معيار ايودور البوتاسيوم (KIO3)، مادة

مرجعية.

3 . 11 حمض الكلوريدريك (HCL) c = 4 مول/ل.

#### 4 . التجهيزات

التجهيزات العادية للمخبر خاصة ما يلي :

4 . 1 أرلن ماير، سعته 250 ملل، ذو عنق مصقول

مزود بسدادة زجاجية مصقولة.

4 . 2 قنينة، سعته 10 ملل أو 25 ملل، مدرجة كل

0,05 ملل على الأقل وتكون من الأفضل مجهزة بنظام وضع الصفر أوتوماتيكية.

4 . 3 وحدة المعايرة يدويا أو أوتوماتيكية، سعته،

20 ملل ذات تحديد تلقائي يقدر على الأقل بـ 10 ميكرو لتر وبتدقيق  $\pm 0,15\%$  (على سبيل المثال قنينة بمكبس).

ك  $P_{KIO_3} \times 1000 \times 6 \times 1 \text{ ح} \times KIO_3$   
ت STAND =

ك  $100 \times \text{thio} \times 3 \text{ ح} \times 2 \text{ ح} \times KIO_3$   
حيث :

ك  $KIO_3$  : هي كتلة إيودات البوتاسيوم  
بالغرامات.

6 : الكتلة المعادلة للمعيار ( 1 مول من ك  $KIO_3 = 3$   
مول من  $I_2$  ).

ح : حجم محلول إيودات البوتاسيوم المستعمل  
لتحديد العيار ( 5 ملل أو 10 ملل ).

2ح : الحجم الكلي من محلول إيودات البوتاسيوم،  
بالملييلترات ( 250 ملل أو 500 ملل ).

3ح : حجم المحلول المعياري لثيوسولفات الصوديوم  
0,01 ن المستعمل لتحديد بالملييلترات.

$P_{KIO_3}$  = التركيز الكتلي لأيودات البوتاسيوم  
بالغرامات لـ 100 غ.

ك  $KIO_3$  : الكتلة المولية لأيودات البوتاسيوم (214  
غ / مول ).

ت  $THIO$  = تركيز المحلول المرجعي لثيوسولفات  
الصوديوم 0,01 ن بالمولات في اللتر (= 0,01).

### 3.7 تحديد مؤشر البيروكسيد

1.3.7 ينقى بعناية الأرن ماير (4.1) المنظف  
مسبقا بعناية بتيار من الأوزون أو ثاني أكسيد  
الكربون : يوزن بتقريب 1 ملغ.

(أ) العينة المأخوذة للتجربة لـ  $0,1 \pm 5,0$  غ بالنسبة  
لمؤشرات البيروكسيد المتوقعة بين 1 و 30، أو

(ب) العينة المأخوذة للتجربة لـ  $0,1 \pm 10,0$  غ  
بالنسبة لمؤشرات البيروكسيد المتوقعة بين 0 و 1.

يغسل الأرن ماير قبل الاستعمال بمحلول حمض  
الأستيك البارد / إيزو - أوكتان (3.4) لكي لا يحتوي  
على أي مادة مؤكسدة أو مرجعة.

2.3.7 تذوب العينة المأخوذة للتجربة في  
50 ملل من محلول حمض الأستيك البارد / إيزو -  
أوكتان مع التحريك بلطف.

بالنسبة للمواد الدسمة ذات نقطة انصهار عالية  
(الدسم الصلبة والحيوانية)، يضاف بعناية 20 ملل من  
إيزو - أوكتان (3.3) إلى الدسم المذابة مع التحريك

تحفظ المحاليل المرجعية من ثيوسولفات الصوديوم  
في قارورات زجاجية داكنة.

### 2.7 تحضير وتحديد المحلول المرجعي لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن

#### 1.2.7 تحضير المحلول المرجعي لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن

يسكب 100 ملل من المحلول المعياري لثيوسولفات  
الصوديوم 0,1 ن (3.7) في حوجلة مدرجة سعتها 1000  
ملل (4.8) بواسطة ماصة (4.4). يكمل الحجم بالماء  
الموضوع حديثا للغليان (3.1) حتى خط التدرج بعد  
عملية المجانسة، يسكب المحلول المعياري من ثيوسولفات  
الصوديوم 0,01 ن المتحصل عليه في قنينة زجاجية  
داكنة.

يحضر كل يوم محلول معياري حديث من  
ثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن انطلاقا من المحلول  
المعياري لثيوسولفات الصوديوم 0,1 ن المحضر مسبقا  
أو يحدد المعيار. تبين التجربة أن الاستقرار محدود  
وله علاقة مع قيمة العامل الهيدروجيني (PH) وكمية  
ثاني أكسيد الكربون الحر. يستعمل فقط الماء  
الموضوع حديثا للغليان، ينقى بالأوزون إذا كان ممكنا.

#### 2.2.7 تحديد عيار المحلول المعياري لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن (تحديد العامل)

يوزن بتقريب 0,001 ملغ، 0,27 غ إلى 0,33 غ من  
إيودات البوتاسيوم ( $KIO_3$ ) في حوجلة مدرجة (250 ملل  
أو 500 ملل) (9.4 أو 10.4)، ثم تملأ بالماء الموضوع  
حديثا للغليان حتى خط التدرج (3.1)، ثم تبرد في  
درجة حرارة المحيط.

تنقل بواسطة الماصة (4.4)، 5 ملل أو 10 ملل من  
هذا المحلول من إيودات البوتاسيوم إلى الأرن ماير  
سعته 250 ملل (4.1). يضاف 60 ملل من الماء الموضوع  
حديثا للغليان، 5 ملل من HCL (4 مول/ل) (3.11)  
و 25 ملغ إلى 50 ملغ من أيودور البوتاسيوم (3.5) أو  
0,5 ملل من المحلول المشبع من البوتاسيوم (3.6).

يعاير هذا المحلول باستعمال طريقة قياس اليود  
(مرئي) لتحديد عامل المحلول المرجعي لثيوسولفات  
الصوديوم 0,01 ن (7.2.1).

يحسب التركيز الصحيح ت STAND للمحلول  
المعياري لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن حسب المعادلة  
التالية :

ح : حجم المحلول المعياري لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن المستعمل للتجربة على بياض بالملييلترات.  
ت STAND : التركيز الصحيح لمحلول ثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن المحدد حسب 2.7 بالمول في اللتر.  
ثio : التركيز المقرب لمحلول ثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن بالمولات في اللتر (= 0,01).  
ك : كتلة العينة المأخوذة للتجربة بالغرامات.  
يجب أن نُؤشر إلى نتائج التحديد بالتقريب العشري.



بلطف ثم يضاف مباشرة 30 ملل من حمض الأستيك البارد (3 . 2). إذا أقتضى الأمر تسخن العينة أيضا بعد التخفيف.

7 . 3 . 3 يضاف 0,5 ملل من المحلول المشبع من ايودور البوتاسيوم (3 . 6)، يسد الأرن ماير ثم يخطط برجاج مغنطيسي (4 . 7) مع تجنب تشكل دوامة كبيرة أو الرج باليد بدون دخول الهواء لمدة 60 ثانية بالضبط (استعمال جهاز قياس الزمن بتدقيق  $\pm 1$  ثانية).

7 . 3 . 4 تفتح الحوجلة المخروطية ويضاف مباشرة 100 ملل من الماء غير المعدن، تغسل السداة الزجاجية المصقولة وترج.

7 . 3 . 5 يعاير مباشرة اليود المحرر بمحلول معياري لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن (3 . 8) للانتقال من اللون الأصفر البرتقالي إلى الأصفر الباهت، يضاف إذن 0,5 ملل من محلول النشاء (3 . 9). مواصلة المعايرة للانتقال من اللون البنفسجي حتى غيابه. توقف المعايرة عند بدأ غياب لون المحلول لمدة 30 ثانية.

**ملاحظة 1 :** مرحلة المعايرة هي المرحلة الدنيا. يجب انتظار 15 إلى 30 ثانية لرؤية تغير اللون مع المحلول المرجعي لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن (3 . 8).

**ملاحظة 2 :** يمكن إضافة محلول النشاء في بداية المعايرة بالنسبة لمؤشرات البيروكسيد الأقل من 1.

7 . 3 . 6 في المقابل، يجب استعمال حجم من محلول ثيوسولفات 0,01 ن أصغر أو يساوي 0,1 ملل في التجربة على بياض. إذا كانت التجربة على بياض تحتاج إلى حجم كبير، يعوض المحلول المشبع من إيودور البوتاسيوم لأنه يمكن أن يكون غير موافق.

### 8 . الحساب والتعبير من النتائج :

يحسب مؤشر البيروكسيد (IP) بجزء من الألف المعادل من الأكسجين النشط في كيلوغرام بواسطة الصيغة التالية :

$$IP = \frac{(C - C_0) \times \text{thio} \times \text{ت STAND} \times 1000}{K}$$

حيث :

ح : هو حجم المحلول المعياري من ثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن المستعمل لتحديد بالملييلترات.