

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 détermination de la teneur en matière grasse dans le fromage.

Art. 2. — Pour la détermination de la teneur en matière grasse dans le fromage, 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 14 Safar 1435 correspondant au 17 décembre 2013.

Mustapha BENBADA.

-----

ANNEXE

**METHODE DE DETERMINATION  
DE LA TENEUR EN MATIERE GRASSE  
DANS LE FROMAGE**

La présente méthode dite (Van Gulik) spécifie une technique pour la détermination de la teneur en matière grasse dans les fromages (fraction massique).

Cette méthode est applicable à tous les types de fromages. Cependant, elle peut ne pas donner entièrement satisfaction lorsqu'elle est appliquée à des fromages à moisissures internes (fromages bleus).

**1. DEFINITIONS**

Pour les besoins de la présente méthode, les définitions suivantes s'appliquent :

**1.1 Méthode Van Gulik**

Technique conventionnelle qui, appliquée à un fromage, donne une teneur en matière grasse, exprimée en grammes pour 100 g de fromage.

**1.2 Teneur en matière grasse du fromage**

Fraction massique de substances déterminée selon le mode d'emploi spécifié dans la présente méthode.

**Note** - La teneur en matière grasse est exprimée en grammes pour 100 g, numériquement équivalent à une fraction massique en pourcentage.

**MINISTERE DU COMMERCE**

**Arrêté du 14 Safar 1435 correspondant au 17 décembre 2013 rendant obligatoire la méthode de détermination de la teneur en matière grasse dans le fromage.**

-----

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 13-312 du 5 Dhou EL Kaada 1434 correspondant au 11 septembre 2013 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 ;

## 2. PRINCIPE

Après dissolution des protéines du fromage au moyen d'acide sulfurique, il est procédé à la séparation de la matière grasse par centrifugation dans un butyromètre de Van Gulik (4.1), la séparation étant favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool iso-amylique.

Obtention de la teneur en matière grasse par lecture directe sur l'échelle du butyromètre.

## 3. REACTIFS

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 3.1 Acide sulfurique

L'acide sulfurique doit avoir une masse volumique, à 20° C, de  $(1,522 \pm 0,005)$  g/ml, ce qui correspond à une fraction volumique de 61,72 % à 62,63 % de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. L'acide doit être incolore ou à peine ambré, et ne contenir aucune impureté pouvant agir sur les résultats.

### 3.2 Alcool iso-amylique

#### 3.2.1 Composition

Une fraction volumique d'au moins 99% d'alcool iso-amylique doit être composée des alcools primaires 3-méthylbutane-1-ol et 2-méthylbutane-1-ol, les seules impuretés notables tolérées étant le 2-méthylpropane-1-ol et le butane-1-ol. Il doit être exempt de pentanols secondaires, de 2-méthylbutane-2-ol, furane-2-al (furfural, furane-2-carboxaldéhyde, 2-furaldéhyde), d'essence et de dérivés du benzène. Seules des traces d'eau peuvent être tolérées.

#### 3.2.2 Aspect

L'alcool iso-amylique doit être clair et incolore.

#### 3.2.3 Masse volumique

L'alcool iso-amylique doit avoir une masse volumique à 20° C de 0,808 g/ml à 0,818 g/ml.

#### 3.2.4 2- Furaldéhyde et autres impuretés organiques

Un mélange de 5 ml d'alcool iso-amylique et de 5 ml d'acide sulfurique (3.1) doit avoir au plus une couleur jaune ou légèrement brune.

#### 3.2.5 Intervalle de distillation

Quand l'alcool iso-amylique est distillé sous une pression de 101,3 kPa, une fraction volumique d'au moins 98% doit être distillé au-dessous de 132° C et une fraction volumique de pas plus de 5 % en dessous de 128° C. L'alcool ne doit laisser aucun résidu après distillation.

Si, au cours de la distillation, la pression atmosphérique est inférieure ou supérieure à 101,3 KPa, il est recommandé respectivement d'abaisser ou d'élever les températures indiquées de 3,3° C/ KPa.

### 3.2.6 Essai de conformité

Un alcool iso-amylique peut satisfaire aux exigences de (3.2.1 à 3.2.5) et n'être pas utilisable pour la méthode Van Gulik. En conséquence, vérifier, avant utilisation, l'aptitude à l'emploi de l'alcool iso-amylique, au moyen des essais comparatifs suivants effectués avec un alcool iso-amylique étalon.

#### 3.2.6.1 Alcool iso-amylique étalon

Distiller un alcool iso-amylique satisfaisant aux exigences de (3.2.1 à 3.2.5), avec une colonne de fractionnement convenable, en prenant une fraction dans un intervalle de 2° C entre 128° C et 131,5° C (3.2.5).

Effectuer les essais suivants sur cette fraction :

a) Lorsqu'on la contrôle par chromatographie gaz-liquide, elle doit être composée d'au moins 99 % (fraction volumique) de méthyl-3 butanol-1 et de méthyl-2 butanol-1. Les impuretés autres que le méthyl-2 propanol-1 et le butanol-1 ne doivent être présentes qu'à l'état de traces.

b) Lorsqu'elle est distillée par fractionnement, les premiers 10 % par volume et les derniers 10 % par volume recueillis lorsqu'ils sont comparés au moyen du mode opératoire décrit en (3.2.6.2), doivent donner des teneurs en matière grasse du lait ne différant pas de plus de 0,015 % par masse.

Si la fraction satisfait à ces deux essais, elle peut être considérée comme alcool iso-amylique étalon. L'alcool iso-amylique étalon peut être utilisé pendant plusieurs années, pour autant qu'il soit conservé dans un endroit sombre et frais.

#### 3.2.6.2 Mode opératoire pour les essais comparatifs

Déterminer en double, par la méthode Gerber, la teneur en matière grasse de quatre échantillons de lait entier ayant une teneur moyenne en matière grasse, en se servant du butyromètre dont l'erreur de graduation a été déterminée, et l'acide sulfurique de qualité convenable.

Dans un échantillon de chaque paire, utiliser 1 ml d'alcool iso-amylique soumis à vérification et, dans l'autre, 1 ml d'alcool iso-amylique étalon (3.2.6.1).

Conservé les butyromètres placés au hasard à partir de l'agitation jusqu'à la fin de l'opération. Effectuer les lectures (par deux personnes au moins) à 0,02% par masse de matière grasse près, et les corriger ensuite pour tenir compte des erreurs d'échelles des butyromètres.

La teneur moyenne en matière grasse des quatre échantillons de lait, obtenue avec l'alcool iso-amylique à vérifier, ne doit pas différer de plus de 0,015 % par masse de matière grasse de la valeur moyenne obtenue avec l'alcool iso-amylique étalon.

Au lieu de l'alcool iso-amylique spécifié, on peut utiliser un alcool iso-amylique artificiel ou de remplacement, éventuellement coloré, pourvu qu'il soit reconnu satisfaisant aux essais selon le mode opératoire décrit dans le présent paragraphe.

#### 4. APPAREILLAGE

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

##### 4.1 Butyromètre Van Gulik ;

**4.2 Système de pesage**, adaptable au gros bouchon du butyromètre. Une capsule ou une feuille de matière plastique peut également être utilisée ;

**4.3 Pipette ou appareillage de mesurage automatique**, permettant de délivrer l'acide sulfurique (3.1) ;

**4.4 Pipette ou appareillage de mesurage automatique**, permettant de délivrer  $(1 \pm 0,05)$  ml d'alcool iso-amylque (3.2) ;

**4.5 Balance analytique**, pouvant peser à 0,001 g près ;

**4.6 Centrifugeuse**, dans laquelle les butyromètres peuvent être placés, munie d'un indicateur de fréquence de rotation gradué en nombre de tours à la minute, avec une tolérance maximale de  $\pm 50$  r/min et de préférence à chargement vertical plutôt qu'à chargement horizontal.

La centrifugeuse, lorsqu'elle est chargée, doit être capable d'exercer en 2 min une accélération centrifuge relative de  $(350 \pm 50)$  g à l'extrémité du bouchon du butyromètre.

Une telle accélération centrifuge peut être obtenue avec des centrifugeuses ayant le rayon effectif suivant (distance horizontale entre l'axe de la centrifugeuse et l'extrémité extérieure des bouchons des butyromètres) et fonctionnant à la fréquence de rotation indiquée dans le tableau suivant :

**Rayon effectif de centrifugeuse et fréquence de rotation pour produire une accélération centrifuge de  $(350 \pm 50)$  g**

Rayon effectif mm	Fréquence de rotation $\pm 70$ r/min
240	1140
245	1130
250	1120
255	1110
260	1100
265	1090
270	1080
275	1070
300	1020
325	980

**Note** - L'accélération centrifuge relative obtenue dans une centrifugeuse est donnée par la formule suivante :

$$1,12 r n^2 \times 10^{-6}$$

Où

**r** : est le rayon horizontal effectif, en millimètres ;

**n** : est la fréquence de rotation, en tours par minute.

**4.7 Bain d'eau**, pour les butyromètres, pouvant être maintenus à la température de  $(65 \pm 2^\circ)$  C et permettant de maintenir les butyromètres (4.1) en position verticale, les échelles étant entièrement immergées ;

**4.8 Thermomètre**, approprié, destiné à vérifier la température du bain d'eau (4.7) ;

**4.9 Râpe**, ou autre appareil pour broyer le fromage.

#### 5. ECHANTILLONNAGE

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

#### 6. MODE OPERATOIRE

##### 6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Retirer la croûte ou la partie superficielle tachée ou moisie du fromage, de façon à obtenir un échantillon représentatif du fromage, tel qu'il est consommé. Broyer l'échantillon avec un broyeur approprié (4.9). Mélanger rapidement la partie broyée et, si possible, broyer et mélanger soigneusement une seconde fois.

Si l'échantillon (par exemple du fromage à pâte molle) ne peut pas être broyé, le mélanger avec soin en le pétrissant énergiquement.

Transférer immédiatement l'échantillon prétraité, ou une portion représentative de celui-ci, dans un récipient muni d'un couvercle étanche à l'air.

Effectuer l'analyse, le plus tôt possible après broyage et mélange. Si un délai est inévitable, prendre toutes les précautions pour conserver l'échantillon de façon convenable et pour éviter la condensation de la vapeur d'eau à l'intérieur du récipient.

Il est recommandé de ne pas analyser des fromages broyés ou mélangés montrant la poussée de moisissures non désirées ou les signes d'un début d'altération.

Nettoyer le dispositif après avoir broyé chaque échantillon.

## 6.2 Prise d'essai

Peser, à 0,005 g près, 3 g de l'échantillon pour essai (6.1) dans un système de pesage adapté à un bouchon approprié (4.2) ou dans une capsule, ou sur une feuille de matière plastique.

## 6.3 Détermination

**6.3.1** Si l'on utilise un système de pesage adapté à un bouchon, fermer le col du butyromètre (4.1) avec ce bouchon muni du système de pesage contenant la prise d'essai et ajouter de l'acide sulfurique (3.1) par l'ouverture étroite jusqu'à ce que le niveau de l'acide atteigne une hauteur d'environ les deux tiers de la chambre du butyromètre et que le système de pesage soit complètement recouvert d'acide sulfurique.

Si l'on n'utilise pas le système de pesage, fermer l'ouverture étroite du butyromètre (4.1) avec le petit bouchon et introduire l'acide sulfurique par le col jusqu'à ce que le niveau de l'acide atteigne une hauteur d'environ la moitié de la chambre.

Transvaser le fromage dans le butyromètre. Dans le cas d'utilisation d'une feuille de matière plastique, introduire le fromage avec la feuille. Fermer le col avec le gros bouchon, retourner le butyromètre et enlever le petit bouchon.

**6.3.2** Placer le butyromètre, col en bas (c'est-à-dire large ouverture) durant 5 min, dans le bain d'eau (4.7), à  $(65 \pm 2^\circ)$  C.

**6.3.3** Retirer le butyromètre du bain d'eau et l'agiter énergiquement durant 10 s.

**6.3.4** Répéter les opérations décrites en (6.3.2) et (6.3.3) jusqu'à ce que les protéines soient complètement dissoutes. En général 1 h est nécessaire pour atteindre ce résultat. Poursuivre ces opérations durant 15 min après que les protéines ont été dissoutes.

**Note** - Il est possible d'utiliser un appareil d'agitation mécanique pour autant qu'il donne les mêmes résultats qu'avec l'agitation manuelle spécifiée ci-dessus.

**6.3.5** Retirer le butyromètre du bain d'eau et, après avoir soigneusement agité, ajouter 1 ml d'alcool iso-amylque (3.2) par l'ouverture étroite. Agiter immédiatement durant au moins 3 s.

**6.3.6** Ajouter de l'acide sulfurique par l'ouverture étroite jusqu'à ce que le niveau atteigne le trait repère 35 % de l'échelle. Fermer immédiatement avec le petit bouchon et retourner le butyromètre.

**6.3.7** Agiter le butyromètre énergiquement durant 10 s dès que la matière grasse est montée dans la chambre du butyromètre. Retourner à nouveau de façon que l'acide s'écoule de la tige. Répéter deux fois les opérations de retournement et d'agitation.

**6.3.8** Placer le butyromètre, col en bas, dans le bain d'eau durant 5 min, le niveau de l'eau étant maintenu au-dessus du sommet de la colonne de matière grasse dans le butyromètre.

**6.3.9** Retirer le butyromètre du bain d'eau, ajuster le gros bouchon de façon à amener la colonne de matière grasse dans la partie graduée, et centrifuger le butyromètre à une accélération centrifuge relative de  $(350 \pm 50)$  g durant 10 min.

**6.3.10** Placer le butyromètre, col en bas, dans le bain d'eau durant 5 min, le niveau de l'eau étant maintenu au-dessus du sommet de la colonne de matière grasse dans le butyromètre.

**6.3.11** Retirer le butyromètre du bain d'eau et ajuster soigneusement le gros bouchon afin d'amener l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse, en la déplaçant au minimum, à un trait repère et, de préférence, à un trait repère chiffré. Opérer de préférence en tirant légèrement sur le bouchon et non en l'enfonçant de force dans le col.

Noter le trait repère coïncidant avec l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse, puis, en ayant soin de ne pas bouger celle-ci, noter aussi rapidement que possible le trait repère coïncidant avec le point le plus bas du ménisque situé au sommet de la colonne de matière grasse ; cette lecture doit être faite à la moitié du plus petit échelon près (0,25 %).

Pendant les lectures, le butyromètre doit être tenu verticalement et l'œil doit être au niveau du point de lecture.

**Note** - Si la matière grasse est trouble ou de couleur foncée, ou s'il y a un dépôt noir ou blanc au bas de la colonne de matière grasse, la valeur obtenue pour la teneur en matière grasse ne sera pas exacte.

## 7. EXPRESSION DES RESULTATS

### 7.1 Mode de calcul

La teneur en matière grasse, exprimée en grammes pour 100 g de fromage, est égale à

$$B - A$$

Où

**A** : est la lecture faite à l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse ;

**B** : est la lecture faite à l'extrémité supérieure de la colonne de matière grasse.

### 7.2 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 et dans un court intervalle de temps, ne dépassera pas une valeur correspondant à un échelon (0,5%).