



**Arrêté du 30 Moharram 1436 correspondant au 23 novembre 2014 rendant obligatoire la méthode de recherche des polyphosphates dans les viandes et les produits à base de viande.**

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 14-154 du 5 Rajab 1435 correspondant au 5 mai 2014 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 le décret exécutif n° 12-214 du 23 Joumada Ethania 1433 correspondant au 15 mai 2012 fixant les conditions et les modalités d'utilisation des additifs alimentaires dans les denrées alimentaires destinées à l'alimentation humaine ;

Vu l'arrêté interministériel du 19 Chaoual 1417 correspondant au 26 février 1997 relatif aux conditions de préparation et de commercialisation des merguez ;

Vu l'arrêté du 24 Rabie Ethani 1421 correspondant au 26 juillet 2000 relatif aux règles applicables à la composition et à la mise à la consommation des produits carnés cuits ;

**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 une méthode de recherche des polyphosphates dans les viandes et les produits à base de viande.

Art. 2. — Pour la recherche des polyphosphates dans les viandes et les produits à base de viande, 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 30 Moharram 1436 correspondant au 23 novembre 2014.

Amara BENYOUNES.

ANNEXE

**Méthode de recherche des polyphosphates**

Viandes et produits à base de viande

La présente méthode spécifie un mode opératoire pour la recherche des polyphosphates linéaires condensés dans les viandes et les produits à base de viande, après séparation par chromatographie en couche mince.

Etant donné que les phosphates sont progressivement hydrolysés par les enzymes présents dans les viandes ou les produits à base de viande et au cours du traitement par la chaleur des viandes ou des produits à base de viande, la présente méthode s'applique uniquement à la recherche des polyphosphates ajoutés qui sont encore présents dans l'échantillon au moment de la recherche.

**1. PRINCIPE**

Extraction des viandes ou des produits à base de viande par l'acide trichloracétique. Dégélatation du sérum obtenu au moyen d'un mélange éthanol/oxyde diéthylique. Séparation des phosphates par chromatographie en couche mince. Recherche des polyphosphates par pulvérisation avec des réactifs pour le développement de la couleur.

**2. REACTIFS**

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau doit être distillée ou une eau de pureté, au moins, équivalente.

Pour les besoins de cette méthode les réactifs suivants sont utilisés :

**2.1 Acide trichloracétique.**

**2.2 Oxyde diéthylique.**

**2.3 Ethanol, à 95 % (V/V).**

**2.4 Cellulose en poudre, de qualité pour chromatographie en couche mince.**

**2.5 Amidon soluble.**

**2.6 Mélange de référence**

Dissoudre, dans 100 ml d'eau :

— 200 mg de dihydrogénophosphate de sodium monohydraté ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ),

— 300 mg de diphosphate tétrasodique décahydraté ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ),

— 200 mg de triphosphate pentasodique ( $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ ), et

— 200 mg d'hexamétaphosphate de sodium ( $\text{NaPO}_3$ )<sub>x</sub> [ $x > 10$ ].

Le mélange de référence reste stable à 4 °C durant, au moins, 4 semaines.

### 2.7 Solvant de développement

Mélanger 140 ml d'alcool isopropylique, 40 ml d'une solution d'acide trichloracétique à 135 g/l et 0,6 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium,  $P_{20} = 0,90$  g/ml, à environ 25 % (m/m).

Conserver le solvant dans un flacon hermétiquement clos.

### 2.8 Réactif de pulvérisation I

Mélanger des volumes égaux d'une solution de molybdate d'ammonium tétrahydraté  $[(NH_4)_6MO_7O_{24}.4H_2O]$  à 75 g/l et d'acide nitrique concentré,  $P_{20} = 1,40$  g/ml dissoudre 10g d'acide tartrique dans 100 ml de ce mélange.

Préparer le réactif le jour de son utilisation.

### 2.9 Réactif de pulvérisation II

Dissoudre 0,5 g d'acide amino-1 naphthol-2 sulfonique-4 dans un mélange formé de 195 ml d'une solution de sulfite de sodium (métabisulfite de sodium ;  $Na_2 S_2O_5$ ) à 150 g/l et 5 ml d'une solution de sulfite de sodium ( $Na_2SO_3$ ) à 200 g/l dissoudre 40 g d'acétate de sodium trihydraté ( $NaOOCCH_3.3H_2O$ ) dans ce mélange.

Conserver le réactif au réfrigérateur dans un flacon brun hermétiquement clos. Jeter cette solution après une semaine.

**Note-** Observer toutes les précautions appropriées à la mise en œuvre du mode opératoire spécifié dans la présente méthode.

## 3. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

**3.1 Plaques de verre**, soigneusement dégraissées, 10 cm x 20 cm.

**3.2 Dispositif de pulvérisation**, pour la préparation de couches de 0,25 mm d'épaisseur. Si un tel dispositif n'est pas disponible, des plaques prêtes à l'utilisation en couche mince de 0,25 mm d'épaisseur peuvent être utilisées à condition que l'amidon soit utilisé comme liant. Des plaques contenant du gypse (sulfate de calcium) ne conviennent pas.

**3.3 Mélangeur de laboratoire.**

**3.4 Dessiccateur.**

**3.5 Hachoir mécanique à viande**, type de laboratoire, muni d'une plaque perforée dont les trous ont un diamètre ne dépassant pas 4 mm.

**3.6 Papier filtre plissé**, de 15 cm de diamètre.

**3.7 Micropipette**, de 1  $\mu$ l, ou **microseringue** avec vis micrométrique et bout courbé en verre.

**3.8 Cuve de développement**, de dimensions appropriées, avec couvercle fermant bien, en vue du développement du chromatogramme en couche mince.

**3.9 Sèche-cheveux**, pouvant produire soit un courant d'air à la température ambiante, soit un courant d'air tiède.

**3.10 Pulvérisateur.**

**3.11 Etuve**, réglable à 60 °C.

## 4. ECHANTILLON

**4.1** Opérer sur un échantillon représentatif d'au moins 200 g.

**4.2** Préparer l'échantillon pour essai le jour de son arrivée au laboratoire.

## 5. MODE OPERATOIRE

### 5.1 Préparation des plaques à couche mince

Dissoudre 0,3 g d'amidon (2.5) dans 90 ml d'eau bouillante. Refroidir, ajouter 15 g de poudre de cellulose (2.4) et homogénéiser dans le mélangeur de laboratoire (3.3) durant 1 min.

Appliquer ce mélange sur des plaques de verre (3.1) au moyen du dispositif de pulvérisation (3.2) et ajuster afin d'obtenir une couche de 0,25 mm.

Sécher les plaques au moyen d'un courant d'air durant 60 min à la température ambiante sans les déplacer et ensuite les chauffer durant 10 min à 100 °C.

Conserver les plaques dans le dessiccateur (3.4).

Il est également possible d'utiliser des plaques prêtes à l'utilisation en couche mince (3.2).

### 5.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre l'échantillon homogène par au moins deux passages dans le hachoir à viande (3.5) et par mélange. Garder l'échantillon dans un flacon fermé, étanche et rempli complètement, et le conserver, si nécessaire, au réfrigérateur. Analyser l'échantillon dès que possible après homogénéisation, mais toujours dans les 5 h.

### 5.3 Préparation du sérum

**5.3.1** Pétrir 50 g de l'échantillon pour essai (5.2) avec 15 ml d'eau entre 40 et 60 °C dans un bécher, au moyen d'une spatule ou d'un agitateur aplati, jusqu'à l'obtention d'une masse homogène, mais en tout cas en moins de 5 min.

**5.3.2** Ajouter 10 g d'acide trichloracétique (2.1) et ensuite mélanger soigneusement.

**5.3.3** Placer immédiatement au réfrigérateur et l'y laisser durant 1 h, puis rassembler, sur papier filtre plissé (3.6), le sérum qui s'est séparé par décantation.

**5.3.4** Si le filtrat est trouble, agiter une fois avec un égal volume d'oxyde diéthylique (2.2). Eliminer la couche étherée au moyen d'une pipette étroite et ajouter, à la phase aqueuse, un égal volume d'éthanol (2.3). Agiter durant 1 min. Laisser reposer le mélange durant quelques minutes et filtrer sur papier filtre plissé (3.6).

#### **5.4 Séparation par chromatographie**

**5.4.1** Verser le solvant de développement (2.7) dans la cuve de développement (3.8) jusqu'à une hauteur de 5 à 10 mm au-dessus du fond et fermer la cuve avec son couvercle. Laisser reposer durant, au moins, 30 min à température ambiante, à l'abri de la lumière solaire et des courants d'air.

**5.4.2** Appliquer 3  $\mu$ l du sérum, ou 6  $\mu$ l si le mode opératoire de (5.3.4) a été utilisé pour obtenir un mélange limpide, à la couche de cellulose (5.1) sur une ligne tracée au crayon à environ 2 cm de l'extrémité. Obtenir des taches étroites en appliquant 1  $\mu$ l à la fois.

Utiliser, pour le séchage, un courant d'air tiède produit par le sèche-cheveux (3.9).

**Note-** Eviter l'air chaud en raison du risque d'hydrolyse des phosphates.

**5.4.3** Dans les mêmes conditions, appliquer 3  $\mu$ l du mélange de référence (2.6) sur la plaque, à une distance de 1 à 1,5 cm à partir de la tache de l'échantillon, mais à exactement la même distance de l'extrémité.

**5.4.4** Retirer le couvercle de la cuve et, rapidement mais avec précaution, placer la plaque de cellulose dans la cuve. Remettre immédiatement le couvercle. Développer la plaque à la température ambiante, à l'abri de la lumière solaire et des courants d'air.

**5.4.5** Poursuivre le développement jusqu'à ce que le solvant ait effectué une ascension d'environ 10 cm à partir du trait de crayon. Retirer la plaque de la cuve et laisser sécher soit durant 10 min à l'étuve (3.11) réglée à 60 °C, soit durant 30 min à la température ambiante, soit au moyen d'un courant d'air.

#### **5.5 Recherche des phosphates**

**5.5.1** Placer la plaque verticalement sous une hotte et pulvériser la plaque légèrement, mais de façon uniforme, au moyen du réactif de pulvérisation I (2.8).

**5.5.2** Sécher la plaque au moyen d'un courant d'air tiède produit par le sèche-cheveux. Chauffer ensuite durant, au moins, 1h dans une étuve réglée à 100 °C en vue d'éliminer les dernières traces d'acide nitrique. Retirer la plaque de l'étuve et vérifier l'absence de l'odeur piquante de l'acide nitrique.

**5.5.3** Laisser refroidir la plaque à la température ambiante et la replacer ensuite sous la hotte. Pulvériser la plaque légèrement, mais de façon uniforme, au moyen du réactif de pulvérisation II (2.9).

Des taches bleues apparaissent immédiatement.

**Note-** La pulvérisation avec le réactif II n'est pas absolument nécessaire. Cependant, les taches d'un bleu intense produites par ce réactif améliorent considérablement la détection.

#### **6. INTERPRETATION**

Comparer les distances de migration des taches de phosphate obtenues à partir de l'échantillon avec celles des phosphates du mélange de référence.

Une tache d'orthophosphate est toujours présente. Si l'échantillon contient des phosphates condensés, une tache de diphosphate et/ou des taches de phosphates à plus haut degré de polymérisation sont visibles.

Les valeurs du  $R_F$  des phosphates dans le mélange de référence sont :

- orthophosphate de 0,80 à 0,90 ;
- diphosphate (pyrophosphate) de 0,50 à 0,60 ;
- triphosphate de 0,25 à 0,35 ;
- hexamétapolyphosphate (sel de Graham) 0.

En général, les valeurs du  $R_F$  des polyphosphates dans les extraits de viandes et de produits à base de viande sont quelque peu inférieures.

**Note-** Les corrections pour les différences dans les valeurs du  $R_F$  des phosphates dans l'échantillon extrait et dans le mélange de référence peuvent être obtenues en plaçant, sur la même plaque, un extrait de l'échantillon de viande fraîche. Etant donné que la viande fraîche contient uniquement des monophosphates, le pourcentage de correction peut être obtenu en comparant les distances de migration de cette tache étalant avec la tache correspondante du mélange de référence.

