

ARRETES, DECISIONS ET AVIS

MINISTERE DU COMMERCE

Arrêté du 12 Chaâbane 1441 correspondant au 6 avril 2020 rendant obligatoire la méthode d'analyse isotopique de l'acide acétique du vinaigre.

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 20-01 du 6 Joumada El Oula 1441 correspondant au 2 janvier 2020 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, notamment son article 19 ;

Vu le décret exécutif n° 02-453 du 17 Chaoual 1423 correspondant au 21 décembre 2002 fixant les attributions du ministre du commerce ;

Vu décret exécutif n° 12-203 du 14 Joumada Ethania 1433 correspondant au 6 mai 2012 relatif aux règles applicables en matière de sécurité des produits ;

Vu le décret exécutif n° 13-328 du 20 Dhou El Kaâda 1434 correspondant au 26 septembre 2013 fixant les conditions et les modalités d'agrément des laboratoires au titre de la protection du consommateur et de la répression des fraudes ;

Vu le décret exécutif n° 17-62 du 10 Joumada El Oula 1438 correspondant au 7 février 2017 relatif aux conditions et caractéristiques d'apposition de marquage de conformité aux règlements techniques ainsi que les procédures de certification de conformité ;

Vu l'arrêté interministériel du 24 Rajab 1418 correspondant au 25 novembre 1997 relatif aux spécifications techniques et aux modalités et conditions de mise à la consommation des vinaigres ;

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 d'analyse isotopique de l'acide acétique du vinaigre.

Art. 2. — Pour l'analyse isotopique de l'acide acétique du vinaigre, les laboratoires 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 12 Chaâbane 1441 correspondant au 6 avril 2020.

Kamel REZIG.

ANNEXE

METHODE D'ANALYSE ISOTOPIQUE DE L'ACIDE ACETIQUE DU VINAIGRE - ANALYSE SMRI ¹³C -

1. DOMAINE D'APPLICATION :

La présente méthode spécifie une technique isotopique de contrôle de l'authenticité du vinaigre avec SMRI ¹³C.

La présente méthode s'applique à l'acide acétique de vinaigre (de cidre, d'alcool, etc.) afin de caractériser l'origine botanique de l'acide acétique et de détecter des adulterations du vinaigre utilisant de l'acide acétique synthétique ou de l'acide acétique d'une origine non autorisée.

2. PRINCIPE :

L'acide acétique du vinaigre est extrait avec de l'éther diéthylique (ou avec un autre solvant présentant des propriétés similaires, comme le méthyl tert-butyl éther), au moyen d'un extracteur liquide-liquide pendant, au moins, 5 h. Le solvant est ensuite éliminé par distillation.

Le rapport ¹³C/¹²C de l'acide acétique du vinaigre est ensuite déterminé par spectrométrie de masse de rapport isotopique (SMRI) sur le gaz CO₂ après combustion totale à haute température dans un analyseur élémentaire.

3. REACTIFS :

Tous les réactifs et consommables utilisés doivent satisfaire aux exigences de la méthode et l'appareillage en question (comme spécifié par le fabricant). Tous les réactifs et consommables peuvent, toutefois, être remplacés par des éléments ayant des performances similaires.

3.1 Ether diéthylique

Pour analyse.

3.2 Dioxyde de carbone

Pour analyse, utilisé comme gaz de référence secondaire pour la détermination du rapport ¹³C/¹²C. Pureté de 2,5 au minimum.

3.3 Hélium

Pour analyse. Pureté de 5,6, au minimum.

3.4 Oxygène

Pour analyse. Pureté de 5, au minimum.

3.5 Réactif d'oxydation

Pour le four du système de combustion, par exemple oxyde de cuivre, oxyde de cobalt...

3.6 Agent desséchant

Pour éliminer l'eau produite par la combustion, si nécessaire, par exemple perchlorate de magnésium.

4. APPAREILLAGE :

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

4.1 Pour l'extraction de l'acide acétique du vinaigre

4.1.1 Extracteur liquide-liquide de 400 ml ou 800 ml.

4.1.2 Colonne de distillation à bande tournante ou colonne de vigreux.

4.1.3 Ballon à fond rond de 500 ml.

4.1.4 Erlenmeyer de 250 ml.

4.1.5 Réfrigérant.

4.1.6 Dispositif de chauffage.

4.2 Pour la détermination du rapport isotopique $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ de l'acide acétique du vinaigre

4.2.1 Spectromètre de masse de rapport isotopique ayant une répétabilité interne de 0,05 ‰.

4.2.2 Collecteur triple pour enregistrement simultané des ions m/z 44, 45 et 46.

4.2.3 Système à double entrée ou à flux continu permettant d'introduire en alternance le gaz CO_2 de référence et le CO_2 produit par la combustion de l'échantillon.

4.2.4 Analyseur élémentaire permettant d'effectuer une combustion totale des produits organiques en gaz CO_2 et équipé d'un séparateur d'eau.

4.2.5 Capsules en étain ou en argent pour les échantillons liquides ou systèmes d'injection liquide.

4.2.6 Pince pour encapsulage.

4.2.7 Pipette Eppendorf munie d'un embout jetable en plastique.

5. MODE OPERATOIRE :

5.1 Préparation des échantillons (Extraction de l'acide acétique du vinaigre)

5.1.1 Extraction liquide-liquide

Mettre 125 ml d'éther diéthylique dans un ballon à fond rond de 250 ml.

Utiliser un extracteur liquide-liquide de 400 ml ou 800 ml, selon la teneur du vinaigre en acide acétique (au minimum 6 ml d'acide acétique pur doivent être récupérés à la fin de l'extraction).

Verser le vinaigre dans l'extracteur et compléter avec de l'éther diéthylique. Adapter le ballon à fond rond, ouvrir l'eau pour le réfrigérant et mettre le dispositif de chauffage en marche. L'extraction doit durer, au minimum, 5 h.

Séparer la solution aqueuse de la solution organique. Récupérer la solution organique présente dans l'extracteur et l'ajouter à l'extraire collecté dans le ballon à fond rond.

5.1.2 Purification de l'extraire

Le ballon à fond rond contenant l'acide acétique en solution dans de l'éther diéthylique est distillé sur une colonne de distillation à bande tournante ou sur une colonne de vigreux.

Un Erlenmeyer approprié de 250 ml est utilisé pour recueillir le distillat.

Ouvrir l'eau pour le réfrigérant et mettre le dispositif de chauffage en marche. Le chauffage doit être faible pendant la durée de la distillation du solvant (point d'ébullition de l'éther diéthylique : 34° C). Lorsque la quasi totalité du solvant a été distillée (plus de vapeurs en tête de colonne), augmenter le chauffage. La distillation est achevée lorsque la température est stable à environ 98 °C (l'acide acétique pur se distille entre 116° C et 117° C).

5.2 Détermination du rapport isotopique $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ de l'acide acétique du vinaigre

5.2.1 Déterminations expérimentales

Mettre en capsule les échantillons (la quantité appropriée d'acide acétique doit être calculée selon la quantité de carbone nécessaire en fonction de la sensibilité et de la linéarité de l'appareillage de spectrométrie de masse utilisé).

Chaque capsule doit être fermée de façon à être parfaitement étanche. Au moins deux capsules doivent être préparées pour chaque échantillon.

Placer les capsules à l'endroit approprié sur le plateau du passeur automatique d'échantillons de l'analyseur élémentaire. Placer systématiquement des capsules contenant les références de travail au début et à la fin de la série d'échantillons, et insérer régulièrement des échantillons de contrôle.

Contrôler le matériel SMRI et le régler pour une combustion optimale de l'échantillon : température du four et flux d'hélium et d'oxygène. Vérifier l'absence de fuite dans le système. Régler le SMRI pour mesurer les courants ioniques m/z = 44, 45 et 46. Contrôler la précision du système au moyen d'échantillons de contrôle connus avant de commencer les mesures sur les échantillons.

Les échantillons placés sur le passeur automatique d'échantillons de l'analyseur élémentaire, sont introduits successivement. Le CO_2 de chaque combustion d'échantillon est élué vers le spectromètre de masse qui mesure les courants ioniques. Le logiciel enregistre les 3 courants ioniques et calcule le rapport isotopique $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ pour chaque échantillon.

5.2.2 Calcul et expression des résultats

L'objectif de la méthode est de mesurer le rapport $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ de l'acide acétique extrait du vinaigre. Le rapport isotopique $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ peut être exprimé par sa déviation par rapport à une référence de travail. La déviation isotopique du carbone 13 ($\delta^{13}\text{C}$) est alors calculée sur une échelle delta pour mille (‰) par comparaison des résultats obtenus pour l'échantillon à mesurer avec ceux de la référence de travail précédemment étalonnée par rapport à la référence primaire internationale (V.PDB). Les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ (en ‰) sont exprimées par rapport à la référence de travail, comme suit :

$$\delta^{13}\text{C} = \frac{R(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{échantillon}} - R(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{référence (V.PDB)}}}{R(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{référence (V.PDB)}}}$$

R (échantillon) et R (référence) sont respectivement les rapports isotopiques $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ de l'échantillon et de la référence.

Entre deux mesures de l'échantillon de référence, la variation, et donc la correction à appliquer aux résultats des échantillons à mesurer, peut être supposée linéaire. L'échantillon de référence doit être mesuré au début et à la fin de toute série d'échantillons. Une correction peut ensuite être calculée pour chaque échantillon en fonction de sa position dans la séquence au moyen d'une interpolation linéaire.