

- 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 المرسوم التنفيذي رقم 12-214 المؤرخ في 23 جمادى الثانية عام 1433 الموافق 15 مايو سنة 2012 الذي يحدد شروط وكيفيات استعمال الإضافات الغذائية في المواد الغذائية الموجهة للاستهلاك البشري،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقاز وتسويقه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتوجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمم،

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 الكشف عن العوامل الملونة في اللحوم ومنتجات اللحوم عن طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة إجباريا.

المادة 2 : من أجل الكشف عن العوامل الملونة في اللحوم ومنتجات اللحوم بواسطة الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة، 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 23 جمادى الأولى عام 1435 الموافق 25 مارس سنة 2014.

مصطفى بن بلادة

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 23 جمادى الأولى عام 1435 الموافق 25 مارس سنة 2014، يجعل منهج الكشف عن العوامل الملونة في اللحوم ومنتجات اللحوم عن طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 13-312 المؤرخ في 5 ذي القعدة عام 1435 الموافق 11 سبتمبر سنة 2013 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة الجودة وقمع الغش، المعدل والمتمم،

الملحق**منهج الكشف عن العوامل الملونة في اللحوم
ومنتجات اللحوم من طريق الاستشراب
(الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة****1 - مجال التطبيق**

يحدّد هذا المنهج تقنية للكشف عن العوامل الملونة الصناعية القابلة للذوبان في الماء، في اللحوم ومنتجات اللحوم عن طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة.

يمكن الكشف عن العوامل الملونة الآتية بواسطة هذا المنهج :

تارترازين

أصفر الكينولين

أصفر برتقالي FCF

أرجواني

أحمر وردي 4R

إيريتروزين

أزرق بري V

أزرق نيلي

أسود لامع PN

أسود 7984

أخضر المالاثيت FCF

أزرق VRS

2 - مصطلحات وتعريف :

لاحتياجات هذا المنهج، يطبق التعريف الآتي :

كشف العوامل الملونة

يتم الكشف عن وجود أو غياب العوامل الملونة وفقا للتقنية المبينة في هذا المنهج.

3 - المبدأ

تستخلص العوامل الملونة من العينة المأخوذة للتجربة بالماء الساخن وتكثف على مسحوق البولياميد. تصفى العوامل الملونة المستخلصة عن طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على العمود وتفصل الملونات عن العمود. يتم الكشف عن العوامل الملونة عن طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة.

4 - الكواشف

إلا في حالة وجود تعليمات مخالفة، تستعمل فقط الكواشف ذات طبيعة تحليلية معترف بها.

1.4 الماء، أن يكون على الأقل من النوعية الثالثة،

2.4 إيثير البترول، يكون مجال غليانه من 40°م إلى 60°م،

3.4 الميثانول،

4.4 الأمونياك، محلول بـ25%، P20 = 0,910 غ/ملل،

5.4 حمض الأسيتيك، الكتلة الحجمية 100%، P20 = 1,050 غ/ملل،

6.4 سترات ثلاثي الصوديوم ثنائي الإماهة،

7.4 بروبان - 1 - ول،

8.4 أسينات الإيثيل،

9.4 2 - ميثيل - 2 - بروبانول،

10.4 حمض بروبيونيك،

11.4 محلول الفصل للاستشراب (الكروماتوغرافيا) على العمود

يمزج 95 حجم الميثانول (3.4) مع 5 أحجام من محلول الأمونياك (4.4)،

12.4 حمض الأسيتيك، محلول بـ50% في الميثانول.

يمزج حجم واحد من حمض الأسيتيك (5.4) مع حجم واحد من الميثانول (3.4)،

13.4 مسحوق البولياميد، يتراوح حجم جزئياته من 0,05 ملم إلى 0,16 ملم،

14.4 رمل ذو حبيبات دقيقة، مغسول بحمض الكلور هيدريد المعدل والمكلس.

15.4 الملونات المعيارية المرجعية

من الممكن أن تتغير نقاوة الملونات المعيارية، لذا من الضروري التحقق من نقاوة الملونات المستعملة كمعيارية.

ملاحظة : يمكن أن تستعمل كمعيارية، الملونات الغذائية المعتمدة.

16.4 المحاليل المعيارية المرجعية من أجل الاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة

تشكل بالماء محاليل منفصلة لكل الملونات المعيارية المرجعية (4.15) بتركيز الملون المعياري 1 غ/ل بالتقريب.

تحضر محاليل الأزرق النيلي في يوم استعمالها. يمكن الاحتفاظ بالمحاليل الأخرى لمدة تساوي على الأقل ثلاثة أشهر عندما تخزن في الظلام (تحفظ محاليل الايريتروزين لشهر واحد).

قطره 30 ملم تقريبا، قطر ثقب المرشح من 40 ميكرومتر إلى 100 ميكرومتر.

يوضع السلك الزجاجي في العمود ويضاف 1 غ إلى 2 غ من الرمل (14.4).

8.5 إناء بلاستيكي، بغطاء، سعته 10 ملل
بالتقريب.

9.5 صفائح الاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة، مغطاة بطبقة من مسحوق سيليلوزي
سمكها 0,10 ملم أو ما يعادل ذلك.

يمكن استعمال الصفائح الجاهزة.

10.5 ماصة ميكرومترية، سعته حوالي 5
ميكرو لتر.

11.5 جهاز قياس العامل الهيدروجيني، بتدقيق
0,1 وحدة من العامل الهيدروجيني (PH) بالتقريب.

6 - اقتطاع العينة

من الضروري أن يتلقى المخبر عينة مثالية لم تتلف أو تتغير أثناء النقل أو التخزين.

تؤخذ عينة مثالية تزن على الأقل 200 غ، تحفظ العينة بحيث يمنع كل تلف أو تغيير في المحتوى.

7 - تحضير العينة للتجربة

تجانس العينة بواسطة الجهاز المناسب (1.5). مع الحرص على ألا ترتفع درجة حرارة مادة العينة عن 25° م. إذا ما استعمل القاطع، يجب أن تمرر العينة مرتين على الأقل في الجهاز.

يملاً الإناء المناسب والمانع للهواء، بالعينة المحضرة، يغلق الإناء ويحفظ بطريقة يتفادى بها أي تلف أو تغيير في تركيبة العينة. تحلل العينة بمجرد سماح الشروط التجريبية بذلك، لكن دائماً في ظرف 24 ساعة بعد المجانسة.

8 - طريقة العمل

ملاحظات :

1 - إذا كانت العينة تحتوي على اللون النيلي، يجب ألا تتجاوز درجة الحرارة في أي لحظة من التحليل 35° م. يتحلل الأزرق النيلي جزئياً في محلول الكروماتوغرافي A، لذا يجب أن يستعمل المحلول II.

2 - الإيريترين حساس للضوء وعند انقطاع التحليل يجب حفظ المحاليل والصفائح في الظلام. ينطبق هذا أيضاً على النيلي.

17.4 محلول الفصل للاستشراب (كروماتوغرافيا)

على الطبقة الرقيقة : محلول I

يوزن بتقريب 0,1 غ، 25 غ من سيترات ثلاثي الصوديوم ثنائي الإماهة (6.4) في حوجلة ذات خط معلم 1000 ملل. يذوب في الماء ويخفف المحلول حتى خط المعلم ويمزج.

يمزج 80 حجم من محلول السيترات مع 20 حجم من محلول الأمونيوم المخفف (4.4) و 12 حجم من الميثانول (4.3).

يوصى باستعمال محلول الاستشراب (الكروماتوغرافيا) II (18.4)، لتفادي أو لتقليل الاضطرابات الناجمة عن السافلور أو الزعفران.

18.4 محلول الفصل للاستشراب (كروماتوغرافيا)

على الطبقة الرقيقة : محلول II

تمزج 6 أحجام من بروبان - 1 - ول (7.4) مع حجم واحد من أسيتات الإيثيل (8.4) و 3 أحجام من الماء.

19.4 محلول الفصل للاستشراب (كروماتوغرافيا)

على الطبقة الرقيقة : محلول III

يمزج 50 حجم من 2 - ميثيل - 2 - بروبانول (9.4) مع 12 حجم من حمض بروبيونيك (10.4) و 38 حجم من الماء.

5 - التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر، لا سيما الأجهزة الآتية :

1.5 جهاز ميكانيكي أو كهربائي قادر على مجانسة

عينة المخبر

وهو يضم آلة قطع دورانية ذات سرعة عالية وقاطع مجهز بصفحة ذات فتوحات قطرها أقل أو يساوي 4 ملم.

2.5 أنابيب الطرد المركزي، من زجاج، سعته

75 ملل.

3.5 حوجلات مسطحة القاع، بسدادة من مصقول،

زجاج، سعته 250 ملل.

4.5 حوجلات دائرية القاع، مصقولة، سعته

100 ملل.

5.5 جهاز الطرد المركزي، يعمل بتسارع نصف

قطري حوالي 2000 ج (الجاذبية في سرعة الدوران).

6.5 مبخر دوراني

7.5 مموذ الاستشراب (كروماتوغرافيا)، من

زجاج، مجهز بمرشح زجاجي وبحنفية، طوله 20 سم،

1.8 اقتطاع العينة

يوزن بتقريب 0,1 غ، 5 غ من عينة التجربة المحضرة (7) داخل أنبوب الطرد المركزي (2.5).

بالنسبة للعينات الدسمة يجرى ذلك طبقاً لـ(2.8).

بالنسبة للعينات غير الدسمة يجرى ذلك طبقاً لـ(3.8).

2.8 العينات الدسمة

يضاف حوالي 20 ملل من إيثير البترول (2.4) داخل أنبوب الطرد المركزي ويمزج بقضيب زجاجي ويرسب إيثير البترول.

تكرر هذه العملية 3 مرات.

3.8 العينات غير الدسمة

يضاف 25 ملل من الماء المغلي، (8) ويمزج. يضاف 25 ملل من محلول الفصل (11.4).

يتم التأكد من أن العامل الهيدروجيني (pH) مساو لـ $9 \pm 0,5$ وهذا باستعمال جهاز قياس العامل الهيدروجيني (11.5). إذا لم يكن كذلك يتم تعديله بواسطة حمض الأسيتيك (5.4) أو بالأمونياك المخفف (4.4)،

يمزج جيداً. توضع العينة لتبرد داخل مجمد لمدة 15 دقيقة (لمنع التعكر).

تخضع العينة للطرد المركزي (5.5) لمدة 10 دقائق بتسارع نصف قطري حوالي 2000 ج،

يرسب المحلول الصافي في حوجلة مسطحة القاع (3.5). تستعمل حوجلة دائرية القاع (5.4) للأزرق النيلي.

يضاف 5 ملل من الماء إلى أنبوب الطرد المركزي المحتوي على الراسب. يمزج ويضاف 10 ملل من محلول الفصل (11.4). يمزج ويخضع للطرد المركزي كما هو مبين أعلاه.

تكرر العملية حتى يستخلص اللون بالكامل من العينة وتجمع كل المستخلصات.

للتخلص من الميثانول، يبخر المستخلص المتحصل عليه فوق حمام مائي بحيث يكون على ارتفاع 25 ملل. بالنسبة للنيلي، تستعمل الحوجلة الدائرية القاع (4.5) والمبخر الدوراني (6.5) بدرجة حرارة 35° م.

يضاف 25 ملل من الماء المغلي (8) ثم يمزج.

4.8 تحويل الملونات على مسحوق البولياميد

يعدل العامل الهيدروجيني (pH) ما بين 4 و5 باستعمال حمض الأسيتيك (5.4) أو الأمونياك المخفف (4.4).

يضاف 1 غ من مسحوق البولياميد (13.4) إلى المحلول الفاتر (8). يرج بشدة لدقيقة واحدة. يترك المسحوق ليترسب.

يتم التأكد من عدم بقاء الملون داخل المحلول. إذا كان المحلول ملون، يضاف قليل من مسحوق البولياميد ويرج بشدة.

ملاحظة: بعض الملونات الطبيعية لا يتم تكتيفها كلياً بمسحوق البولياميد مما يترك المحلول ملون بالرغم من التكتيف الكلي لكافة الملونات الاصطناعية. بصفة عامة يمكن البت في وجود هذه الملونات الطبيعية أم لا، حسب نوعية العينة.

يرج ويسكب المحلول الفاتر المعلق في عمود الاستشراب (كروماتوغرافيا) (7.5).

تشطف الحوجلة المسطحة القاع بثلاثة أحجام من الماء الساخن ذات 10 ملل للواحدة (8) وتسكب أحجام الفصل الواحدة تلو الأخرى في العمود. يغسل العمود من جديد 3 مرات بأحجام من الماء الساخن سعتها 10 ملل (8)، لإتمام العملية يغسل 3 مرات بثلاثة أحجام من الميثانول (3.4) ذات 5 ملل.

إذا فصلت الملونات الطبيعية، يواصل غسل العمود بالميثانول (3.4) حتى يصبح الميثانول عديم اللون.

5.8 فصل وتركيز الملونات المعزولة

توضع حوجلة دائرية القاع (4.5) تحت العمود وتفصل الملونات من مسحوق البولياميد باستعمال كميات ذات 5 ملل من محلول الفصل (11.4)، معدل تدفقه 2 ملل/دقيقة، حتى يصبح البولياميد عديم اللون.

يبخر ناتج الفصل حتى يجف تماماً بواسطة مبخر (6.5) عند درجة حرارة 35° م على الأكثر (8).

يضاف 1 ملل أو 2 ملل من محلول الفصل (11.4) بحسب كمية وعدد الملونات، ويذوب الراسب. يسكب المحلول الملون في إناء بلاستيكي (8.5).

6.8 العزل بالاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة**1.6.8 صفائح معيارية مرجعية**

تحضر ثلاث صفائح الاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة معيارية مرجعية. بواسطة ماصة ميكرومترية (10.5)، توضع على كل صفيحة (9.5) قطرة بحوالي 5 ميكرو لتر (قطرها > 5 ملم) من كل محلول معياري (16.4). تترك هاته لتطور كل صفيحة على انفصال بمحلول الفصل الكروماتوغرافي (17.4) و (18.4)

و19.4) وداخل حوض غير مشبع حتى تصبح قمة المذيب على بعد حوالي 10 سم إلى 12 سم من خط البدء. تسحب الصفائح من الحوض وتجفف في الهواء تحت غطاء للحماية. تحفظ الصفائح في الظلام. باستثناء النيلي، تبقى القطرات ثابتة لعدة سنوات.

2.6.8 العينات

بواسطة ماصة ميكرومترية (10.5)، توضع على صفيحة الاستشراف (كروماتوغرافيتا) على الطبقة الرقيقة (9.5) كمية مرئية من محلول العينة (5.8). يجفف بواسطة مجفف الشعر. بالنسبة للنيلي يجفف بالهواء.

تطور الصفيحة داخل حوض غير مشبع ارتفاعه حوالي 10 سم إلى 12 سم باستعمال محاليل الاستشراف (كروماتوغرافيا) المناسبة (17.4 أو 18.4 أو 19.4)، أي المحلول الذي يسمح بالحصول على أحسن فصل للملونات العينة (1). يستحسن في بعض الحالات تحضير صفيحة ثانية كعينة وتطويرها في أحد محاليل الفصل أو الآخر للحصول على أحسن فصل ممكن.

تسحب الصفيحة من الحوض وتجفف بالهواء تحت غطاء الحماية.

تقارن قطرات العينات مع الصفيحة المعيارية المرجعية المناسبة (1.6.8).

في حالة ما إذا كانت الملونات ممزوجة، يوصى باستعمال كميات مختلفة من محاليل العينات، لأن الملونات الموجودة يمكن أن تكون ذات تراكيز مختلفة.

بصفة عامة، فإن النواتج المتبقية سببها التطهير غير المناسب. وإذا كانت هذه هي الحالة فيكثف الملون من جديد بواسطة المكثف ويغسل بالماء الساخن ويتم التخلص من المكثف كما هو مبين أعلاه.

7.8 الإثبات

يتم إثبات هوية الملونات بواسطة عملية الاستشراف (كروماتوغرافيا) للمركز (2.6.8) عندما تمزج المحاليل المرجعية للملونات المعروفة بالكروماتوغرام الأول.

في حالة الشك، يعزل الملون من الصفيحة بمحلول معتدل (ماء أو الإيثانول أو محلول أسيتات الأمونيوم 0,2 غ/ل) وحمض (حمض الكلور هيدريك 0,1 مول/ل) ومحلول أساسي (محلول هيدروكسيد الصوديوم 0,1 مول/ل) وتقارن أطياف امتصاص الملون بالمعيار. يرجع إلى أطياف امتصاص العوامل الملونة المذكورة في (1).