

وزارة التجارة

قرا مؤرخ في 26 رمضان عام 1434 الموافق 4 غشت سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة المادة الدسمة في الحليب إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 326-12 المؤرخ في 7 شوال عام 1433 الموافق 4 سبتمبر سنة 2012 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 بتقديم المطابقة،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 والمتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك وعرضه،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 7 ربيع الثاني عام 1418 الموافق 10 غشت سنة 1997 والمتعلق بالمواصفات التقنية لأنواع الحليب المركز غير المحلي والمحلي وشروط وكيفيات عرضها،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 13 شعبان عام 1419 الموافق 2 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية لأنواع الحليب الجاف وشروط وكيفيات عرضها،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 17 رجب عام 1420 الموافق 27 أكتوبر سنة 1999 والمتعلق بمواصفات مسحوق الحليب الصناعي وشروط عرضه وحيازته واستعماله وتسويقه وكيفيات ذلك،

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 تحديد نسبة المادة الدسمة في الحليب إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة المادة الدسمة في الحليب، 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 رمضان عام 1434 الموافق 4 غشت سنة 2013.

مصطفى بن بادة

الملحق**منهج تحديد نسبة المادة الدسمة في الحليب****منهج فراقيمتري (منهج مرجعي)**

يخصص هذا المنهج تقنية مرجعية لتحديد نسبة المادة الدسمة لحليب ذي نوعية فيزيوكيميائية جيدة. يطبق هذا المنهج على حليب البقرة الطازج والنعجة والماعز وعلى الحليب قليل الدسم وعلى الحليب منزوع الدسم وعلى الحليب المحفوظ كيميائيا وعلى الحليب السائل الخاضع للمعالجة. لا يطبق هذا المنهج على الحليب منزوع الدسم في حالة البحث عن دقة كبيرة مثلا لمعرفة مدى فعالية عملية نزع الدسم.

ملاحظة - يسمى هذا المنهج عادة روز - فوثليب.

1. التعريف

لتطلبات هذا المنهج يطبق المصطلح والتعريف الآتيان :

نسبة المادة الدسمة للحليب : هي النسبة الكتلية للمواد محددة بهذا المنهج ويعبر عنها كنسبة كتلية وبالنسبة المئوية.

2. المبدأ

تستخلص كمية من محلول الأمونياك الإيثانولي لعينة مأخوذة للتجربة بواسطة أكسيد ثنائي الإيثيل وإثير البترول. يتم التخلص من المذيبات عن طريق عملية التقطير أو التبخر، ثم تحدد كتلة المواد المستخلصة.

3. الكواشف

عدا تعليمات مخالفة، تستعمل فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها وماء مقطر أو منزوع المعادن أو ماء ذو نقاوة مكافئة على الأقل.

يجب ألا تترك الكواشف بقايا معتبرة عند القيام بالتحديد حسب المنهج المخصص (2.2.7).

1.3 هيدروكسيد الأمونيوم، محلول يحتوي على نسبة كتلية من NH₃ بحوالي 25% (p20 = 910 غ/ل).

ملاحظة - إذا لم يتوفر لدينا محلول هيدروكسيد الأمونيوم بهذا التركيز، فيمكن استعمال محلول أكثر تركيزا وذي تركيز معروف (1.4.7).

2.3 إيثانول (C₂H₅OH)، أو إيثانول مغير بالميثانول يحتوي على نسبة حجمية للإيثانول تقدر بـ 94% على الأقل (5.أ).

3.3 محلول أحمر - كونغو، يذوب 1 غ من أحمر كونغو في حوجلة مدرجة سعتها 100 ملل (14.4). يكمل الحجم بالماء إلى غاية خط التدرج.

ملاحظة - يستعمل هذا المحلول، الذي يسمح برؤية أحسن للسطح الفاصل بين المذيب والطبقة السائلة، بصفة اختيارية (2.4.7)، ويمكن استعمال محاليل سائلة أخرى من الملونات شريطة ألا تغير نتيجة التحديد.

4.3 أكسيد ثنائي الإيثيل (C₂H₅OC₂H₅)، خال من البيروكسيدات (3.أ) لا يحتوي على أكثر من 2 ملغ / كلغ من مضادات الأكسدة ومطابق لمواصفات التجربة على بياض (2.2.7، 1.أ) و (4.أ).

ملاحظة - تترتب أخطار عن استعمال أكسيد ثنائي الإيثيل وهناك دراسات قيد الإعداد من أجل استبدال أكسيد ثنائي الإيثيل بكاشف آخر، شرط ألا يغير هذا الأخير النتيجة النهائية للتحديد.

5.3 إثير البترول، ذو درجة غليان محصورة بين 30° م و 60° م، أو كبديل بنتان (CH₃[CH₂]₃CH₃) ذي درجة غليان 36° م، مطابق لمواصفات التجربة على بياض (2.2.7، 1.أ) و (4.أ).

سيليكوني أو متعدد رباعي فليور الاثيلين (PTFE)] لا تتأثر بالكواشف المستعملة. يجب أن تغسل سدادات الفلين بواسطة أكسيد ثنائي الإثيل (4.3) وتترك في الماء في 60° م أو أكثر خلال 15 دقيقة على الأقل ثم توضع لتبرد في الماء بطريقة تكون منغمسة لحين استعمالها.

7.4 الركيزة، لتثبيت حوكلات (أو أنابيب) إستخلاص المادة الدسمة (6.4).

8.4 قارورة الغسل، يتلائم استعمالها مع خليط المذيبات (6.3).

لا تستعمل قارورات الغسل من البلاستيك.

9.4 أوعية لاسترجاع المادة الدسمة، مثلا حوكلات للغليان (حوكلات ذات قاع مسطح) سعتها من 125 ملل إلى 250 ملل، حوكلات مخروطية سعتها 250 ملل أو كبسولات معدنية.

إذا استعملت كبسولات معدنية، يجب أن تكون من الأفضل من فولاذ غير قابل للأكسدة وذات قاع مسطح ويتراوح قطرها من 80 مم إلى 100 مم وارتفاعها حوالي 50 مم.

10.4 أجهزة تعديل الغليان، خالية من المادة الدسمة ومن خزف غير مسامي أو من كربور السيليسيوم (تكون اختيارية إذا استعملنا كبسولات معدنية).

11.4 مخبرات مدرجة، سعتها من 5 ملل إلى 25 ملل.

12.4 ماصات مدرجة، سعتها 10 ملل.

13.4 ملاقط معدنية، ملائمة لمسك الحوكلات وأوعية بيشر أو الكبسولات.

14.4 حوكلات معايرة، ذات خط تدرج واحد، سعتها 100 ملل.

5. اقتطاع العينة

ينجز اقتطاع العينة في الشروط الملائمة.

من الأحسن أن يتلقى المخبر عينة ممثلة، غير متلفة أو تغيرت أثناء النقل والتخزين.

تحفظ كل من العينات السائلة، اللزجة أو المعجنة في درجة حرارة محصورة بين 2° م و 6° م انطلاقا من لحظة اقتطاع العينة حتى بدء طريقة العمل.

ملاحظة - من المستحسن استعمال البنتان لأنه أكثر نقاوة وذو نوعية ثابتة.

6.3 خليط المذيبات، تخلط أحجام متساوية من أكسيد ثنائي الإثيل (4.3) وإثير البترول (5.3) قبل لحظات قليلة من الاستعمال.

4. التجهيزات

ملاحظة - نظرا لكون التحديد يستلزم استعمال المذيبات المتطايرة القابلة للالتهاب، فيجب أن يكون التجهيز الكهربائي المستعمل مطابقا للقوانين الخاصة بأخطار استعمال هذه المذيبات.

أجهزة عادية للمخبر، لا سيما ما يأتي :

1.4 ميزان تحليلي، بإمكانه أن يزن بتقريب 1 ملغ وبدقة مبينة تساوي 0,1 ملغ.

2.4 جهاز الطرد المركزي، الذي يمكن فيه إخضاع حوكلات أو أوعية الاستخلاص (6.4) إلى دوران بتواتر يتراوح من 500 دورة/دقيقة إلى 600 دورة/دقيقة حتى ينتج تسارع مركزي من 80 ج إلى 90 ج في الطرف الخارجي للحوكلات أو الأنابيب.

ملاحظة - إن استعمال جهاز الطرد المركزي اختياري لكن يوصى به (5.4.7).

3.4 جهاز التقطير أو التبخير، يسمح بتقطير المذيبات وإيثانول الحوكلات أو بتبخيرها في أوعية بيشر وكبسولات (12.4.7) في درجة حرارة لا تتجاوز 100° م.

4.4 جهاز نازع للرطوبة، بتسخين كهربائي مزود بمنافذ للتهوية، مفتوحة تماما يمكن ضبطها في درجة حرارة 102 ± 2° م في الوسط المستعمل.

يجب أن يكون جهاز التجفيف مزودا بمقياس درجة حرارة مناسب.

5.4 حمام مائي، يمكن ضبطه في درجة حرارة تتراوح بين 35° م و 40° م.

6.4 حوكلات استخلاص المادة الدسمة، نوع «ماجوني».

ملاحظة - يمكن كذلك استعمال أنابيب استخلاص المادة الدسمة مزودة بمص أو جهاز غسل، لكن طريقة العمل حينئذ تكون مختلفة وهي مبينة في الملاحظة ب.

يجب أن تكون الحوكلات مزودة بسدادات من الفلين من نوعية جيدة أو من مادة أخرى [مثلا، مطاط

يجب أن توضع العينة المأخوذة للتجربة كليا بقدر الإمكان في الجزء السفلي (الضيق) لحوجلات الاستخلاص.

2.7 التجارب على بياض

1.2.7 تجربة على بياض للمنهج

يقام بتجربة على بياض بالتتالي مع التحديد، باستعمال نفس طريقة العمل ونفس الكواشف، لكن بتعويض العينة المأخوذة للتجربة المبينة في (1.4.7) بـ 10 ملل من الماء (2.أ).

عندما تقوم بتحليل كمية من العينات للتجربة فإنه يمكن لعدد دورات التجفيف أن تتغير بين عينات مختلفة، إذا استعملت عينة على بياض لحصة بأكملها فيجب التأكد من أن قيمة العينة المستعملة على بياض لحساب نسبة المادة الدسمة لعينة فردية تم الحصول عليها في نفس شروط العينة الفردية.

إذا تجاوزت بانتظام القيمة المتحصل عليها للتجربة على بياض 1,0 ملغ، تفحص الكواشف إذا لم يجر ذلك حديثا (2.2.7). يجب أن تسجل التصحيحات التي أجريت لقيم أكبر من 2,5 ملغ، في كشف التحليل.

2.2.7 تجربة على بياض للكواشف

من أجل التحقق من نوعية الكواشف، تجرى تجربة على بياض كما هو مذكور في (1.2.7). بالإضافة إلى ذلك ومن أجل مراقبة الكتل، يستعمل وعاء فارغ لاسترجاع المادة الدسمة، مهياً كما هو مبين في (3.7). يجب أن لا تترك الكواشف بقايا أكبر من 1,0 ملغ (أ.1).

إذا كانت بقايا كواشف التجربة على بياض كاملة أكبر من 1,0 ملغ، تحدد بقايا المذيبات بطريقة منفصلة، بتقطير 100 ملل من أكسيد ثنائي الإيثيل (4.3) وإيثير البترول (5.3) على التوالي. يستعمل وعاء مراقبة فارغ من أجل الحصول على كتلة حقيقية من البقايا والتي يجب ألا تكون أكبر من 1,0 ملغ.

قد يحدث وأن تحتوي الكواشف على مواد متطايرة والتي تكون محجوزة بقوة في المادة الدسمة. إذا كانت هناك تعليمات لوجود مثل هذه المواد، تجري تجارب على بياض لكل الكواشف ولكل مذيب، وذلك باستعمال لكل واحد وعاء للمادة الدسمة مع حوالي 1 غ من المادة الدسمة للزبدة المنزوعة الماء. تقطر من جديد المذيبات بوجود 1 غ من المادة الدسمة للزبدة المنزوعة الماء لـ 100 ملل من المذيب. تستعمل المذيبات مباشرة بعد إعادة التقطير إذا اقتضى الأمر.

6. تحضير عينة للتجربة

توضع عينة التجربة في درجة حرارة 38 ± 2 م، باستعمال الحمام المائي (5.4). تخلط العينة جيدا وبلطف عن طريق تدوير مكرر للوعاء، مع الحرص على تجنب تشكل الرغوة أو المخض ثم تبرد عينة التجربة بسرعة في حوالي 20 ± 2 م. يجب ألا تبرد عينات الحليب المخوض، لأن هذه الأخيرة يجب أن توزن في درجة حرارة تتراوح بين 30 م و 40 م (1.7).

إذا أمكن الحصول على عينة للتجربة متجانسة بدون تسخين مسبق بين 38 ± 2 م (مثلا عينات الحليب المنزوع الدسم)، من الأحسن اتباع طريقة العمل التالية.

تعدل درجة حرارة عينة التجربة في 20 ± 2 م. تخلط بعناية للتأكد من التوزع المتجانس للمادة الدسمة في عينة التجربة. عدم الرج بشدة لتجنب تشكل رغوة الحليب ومخض المادة الدسمة.

ملاحظة - يجب عدم توقع الحصول على قيمة صحيحة لنسبة المادة الدسمة :

(أ) إذا كان الحليب ممخوضا،

(ب) عند الإحساس برائحة مميزة لأحماض دسمة حرة،

(ج) إذا ظهرت جزيئات بيضاء على جدران وعاء العينة أو طفت قطرات من مادة دسمة على سطح العينة أثناء أو بعد تحضير عينة التجربة.

7. طريقة العمل

ملاحظة 1 - إذا تطلب الأمر التحقق من الاستجابة لشروط المقدمة فيما يخص حد التكرارية (2.9)، فيجرب تحديدين منفصلين وفقا لـ (1.7) إلى (4.7).

ملاحظة 2 - هناك طريقة عمل أخرى تستعمل فيها أوعية إستخلاص المادة الدسمة مزودة بممص أو جهاز غسل (الملاحظة 6.4) المبينة في الملاحظة ب.

1.7 العينة المأخوذة للتجربة

تخلط عينة التجربة (النقطة 6) بتدوير الوعاء بلطف ثلاث أو أربع مرات. توزن فورا، مباشرة أو بالفصل، بتقريب 1ملغ، 10 غ إلى 11 غ من عينة التجربة في حوجة الاستخلاص (6.4).

3.4.7 يضاف 25 ملل من أكسيد ثاني الإثيل (4.3). تسد الحوجلة بسدادة من الفلين مشبعة بالماء، أو بسدادة من مادة أخرى (6.4) مبللة بالماء. تحرك الحوجلة بشدة لمدة دقيقة واحدة لكن بدون مبالغة حتى يمكن تفادي تشكل مستحلبات ثابتة.

أثناء الرج، توضع الحوجلة في موضع أفقي ويكون الجزء الضيق من الحوجلة في الأعلى، مع ترك سائل الجزء العريض يتنقل من حين لآخر إلى الجزء الضيق. تبرّد الحوجلة عند الحاجة بماء جاري حتى تصل درجة حرارتها درجة حرارة الوسط. تنزع سدادة الفلين بحذر أو أداة الغلق وتغسل بما في ذلك عنق الحوجلة بواسطة كمية قليلة من خليط المذيبات (6.3). تستعمل قارورة الغسل (8.4)، بحيث تجري سوائل الغسل في الحوجلة.

4.4.7 يضاف 25 ملل من إثير البترول (5.3). تسد الحوجلة بواسطة سدادة من الفلين معاد ترطيبه، أو سدادة أخرى معاد ترطيبها (بغطسها في الماء) وترج الحوجلة من جديد بلطف لمدة 30 ثا، كما هو مبين في (2.4.7) وتواصل العملية مع الرج كما هو مبين في (3.4.7).

5.4.7 توضع الحوجلة المسدودة في جهاز الطرد المركزي (2.4). لمدة 1 إلى 5 دقائق مع تسارع مركزي من 80 ج إلى 90 ج. إذا لم يتوفر جهاز الطرد المركزي، تترك الحوجلة المسدودة لترتاح فوق الركيزة (7.4) لمدة 30 دقيقة على الأقل، حتى تصبح الطبقة التي تطفو على السطح صافية ومنفصلة تماما على الطبقة السائلة. وتبرّد الحوجلة في ماء جار إلى غاية درجة حرارة الوسط إذا اقتضى الأمر.

6.4.7 تنزع سدادة الفلين أو أداة الغلق بحذر وتغسل بما في ذلك الجهة الداخلية لعنق الحوجلة بواسطة كمية قليلة من خليط المذيبات (6.3). يستعمل وعاء الغسل (8.4) بطريقة تسمح لسوائل الغسل أن تجري في الحوجلة. إذا كان السطح الفاصل موجود في أسفل قاع عنق الحوجلة، يرفع إلى هذا المستوى بإضافة الماء بلطف إلى جانب الحوجلة (الشكل 1)، كما يسمح بتصفية المذيب.

تغير الكواشف أو المذيبات غير المرضية أو يعاد تقطير المذيبات.

3.7 تحضير الوعاء لاسترجاع المادة الدسمة

يجفف الوعاء لمدة ساعة واحدة (9.4) مع بعض معدلات الغليان (10.4) في جهاز التجفيف (4.4) مضبوطا في $102 \pm 2^\circ \text{C}$.

ملاحظة 1 - ينصح باستعمال معدلات الغليان للسماح بغليان خفيف أثناء التخلص من المذيب فيما بعد، لاسيما في حالة الأوعية الزجاجية ويكون استعمالها اختياريا في حالة الكبسولات المعدنية.

يحفظ الوعاء من الغبار ويترك ليبرد في غرفة الوزن (الأوعية الزجاجية لمدة ساعة واحدة على الأقل، الأوعية المعدنية لمدة 30 دقيقة على الأقل).

ملاحظة 2 - من الأحسن ألا يوضع الوعاء في جهاز نازع للرطوبة، لاجتناب تبريد غير كاف أو مراحل تبريد طويلة ومبالغ فيها.

يوضع الوعاء على الميزان وبواسطة ملاقط (13.4)، يوزن الوعاء بتقريب 1,0 ملغ من أجل استرجاع المادة الدسمة.

ملاحظة 3 - من الأحسن استعمال ملاقط لتجنب تغيرات درجة الحرارة بالخصوص.

4.7 التحديد

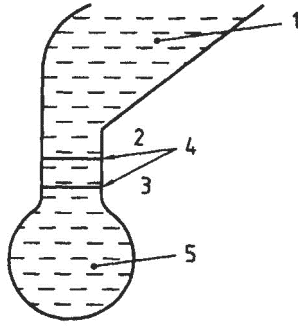
1.4.7 يبدأ التحديد في مدة ساعة واحدة حسب عملية وزن العينة.

يضاف 2 ملل من محلول هيدروكسيد الأمونيوم (1.3) إلى العينة المأخوذة للتجربة (1.7) الموجودة في حوجلة الاستخلاص أو حجم مكافئ من محلول أكثر تركيزا (الملاحظة 1.3). يخلط بشدة مع العينة المأخوذة للتجربة في البصلة الضيقة للحوجلة.

2.4.7 يضاف 10 ملل من الإيثانول (2.3) ويخلط بلطف ولكن بعمق ومع ترك محتوى الحوجلة في ذهاب وإياب بين البصلتين. يتجنب وصول السائل بالقرب من عنق الحوجلة.

يضاف إذا اقتضى الأمر، قطرتين من محلول أحمر - كونغو (3.3) وإذا اقتضى الأمر تبريد من جديد الحوجلة في درجة حرارة الوسط.

الشكل 1 - قبل التصفية



البيانات

1- مذيبات

2- في الاستخلاص الثاني والثالث

3- في الاستخلاص الأول

4- السطح الفاصل

5- طبقة سائلة

ملاحظة - ليس من الضروري إنجاز استخلاص

ثالث في حالة الحليب الذي تكون فيه نسبة المادة الدسمة أقل من 0,5%.

12.4.7 التخلص بأكبر قدر ممكن من

المذيبات (بما فيها الإيثانول) عن طريق التقطير، إذا استعملت حوجلة أو عن طريق التبخر، إذا استعمل وعاء بيشر أو وعاء مسطح (3.4). تغسل الجهة الداخلية لعنق الحوجلة بكمية قليلة من خليط المذيبات (6.3) قبل بداية التقطير.

13.4.7 يسخن الوعاء لمدة ساعة واحدة، في جهاز

نازع للرطوبة (4.4) مضبوط في $102 \pm 2^\circ \text{C}$ ، لاسترجاع المادة الدسمة، توضع الحوجلة بطريقة مائلة حتى يسمح لأبخرة المذيبات أن تنبعث، ينزع الوعاء لاسترجاع المادة الدسمة من جهاز التخفيف ويتحقق فورا إذا كانت المادة الدسمة صافية أم لا، إذا كانت المادة الدسمة غير صافية يمكن افتراض وجود مادة دسمة غريبة ويجب إعادة التحديد بكامله.

ملاحظة - تم اختيار أحد أنواع القارورات الثلاث

المحددة في الشكلين 1 و2، حسب المقاييس الدولية.

7.4.7 تمسك حوجلة الاستخلاص من الجزء الضيق

للحوجلة، يصفى بعناية أكثر قدر ممكن من الطبقة التي تطفو على السطح في الوعاء المحضر، المخصص لاسترجاع المادة الدسمة (3.7)، الذي يحتوي على بعض معدلات الغليان (10.4) في حالة الحوجلات (اختيارية مع الأوعية المسطحة المعدنية). يتجنب تصفية أي جزء من الطبقة السائلة (الشكل 2).

8.4.7 تغسل الجهة الخارجية لعنق حوجلة

الاستخلاص بواسطة كمية قليلة من خليط المذيبات (6.3). تجمع سوائل الغسل في الوعاء لاسترجاع المادة الدسمة. يحرص على ألا يقذف خليط المذيبات خارج حوجلة الاستخلاص. التخلص كليا أو جزئيا من المذيب في الوعاء عن طريق التقطير أو التبخير إذا اقتضى الأمر كما هو مبين في (12.4.7).

9.4.7 يضاف 5 ملل من الإيثانول (2.3) إلى محتوى

حوجلة الاستخلاص. يستعمل الإيثانول لغسل الجهة الداخلية لعنق الحوجلة ويخلط كما هو مبين في (2.4.7).

10.4.7 يتم استخلاص ثان بإعادة العمليات المبينة

في (3.4.7) إلى (7.4.7)، لكن عوضا من 25 ملل يستعمل 15 ملل فقط من أكسيد ثنائي الإيثيل (4.3) و 15 ملل من إيثر البترول (5.3) يسعمل كذلك أكسيد ثنائي الإيثيل لغسل الجهة الداخلية لعنق حوجلة الاستخلاص.

إذا اقتضى الأمر، يرفع السطح الفاصل إلى وسط

عنق حوجلة الاستخلاص بإضافة الماء بلطف من خلال عنق الحوجلة (الشكل 1) لكي تسمح للتصفية النهائية للمذيبات وأن تكون كاملة قدر الإمكان (الشكل 2).

11.4.7 يجرى من جديد استخلاص ثالث بدون

إضافة الإيثانول بإعادة العمليات المبينة من (3.4.7) إلى (7.4.7)، لكن باستعمال من جديد، فقط 15 ملل من أكسيد ثنائي الإيثيل (4.3) و 15 ملل من إيثر البترول (5.3). يستعمل أكسيد ثنائي الإيثيل لغسل الجهة الداخلية لعنق حوجلة الاستخلاص.

إذا اقتضى الأمر، يرفع السطح الفاصل إلى

وسط عنق حوجلة الاستخلاص بإضافة الماء بلطف من خلال عنق الحوجلة (الشكل 1) لكي تسمح للتصفية النهائية للمذيبات أن تكون كاملة بأكبر قدر ممكن (الشكل 2).

حيث

ي_ن: هي النسبة الكتلية المعبر عنها بالنسبة المئوية للمادة الدسمة في العينة،

ك₀: هي الكتلة، بالغمات، للعينة المأخوذة للتجربة (1.7)،

ك₁: هي الكتلة، بالغمات، للوعاء لاسترجاع المادة الدسمة والمادة المستخلصة المحددة في (14.4.7)،

ك₂: هي الكتلة، بالغمات، للوعاء لاسترجاع المادة الدسمة (3.7)،

ك₃: هي الكتلة، بالغمات، للوعاء المستعمل لاسترجاع المادة الدسمة للتجربة على بياض (2.7) والمادة المستخلصة، المحددة في (14.4.7)،

ك₄: هي الكتلة، بالغمات، للوعاء المستخدم لاسترجاع المادة الدسمة (3.7) المستعملة للتجربة على بياض (2.7)،

2.8 التعبير عن النتائج

جعل النتيجة برقمين بعد الفاصلة.

9. الدقة

1.9 التجربة ما بين المخابر

يعبر عن قيم التكرارية وإعادة التجربة في عدة مخابر عند حد احتمال 95% ويمكن ألا تطبق في مجالات التراكيز أو المصفوفات غير التي أعطيت.

2.9 التكرارية

يجب ألا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتي تجربتين فرديتين منفصلتين، متحصل عليهما عن طريق نفس المنهج، على نفس المادة الخاضعة للتجربة، في نفس المخبر ومن طرف نفس المحلل المستعمل لنفس التجهيزات في مجال زمني قصير، إلا 5% من الحالات على الأكثر، تتعلق القيم التالية بالنسبة الكتلية للمادة الدسمة :

– 0,031% لحليب البقرة المنزوع الدسم،

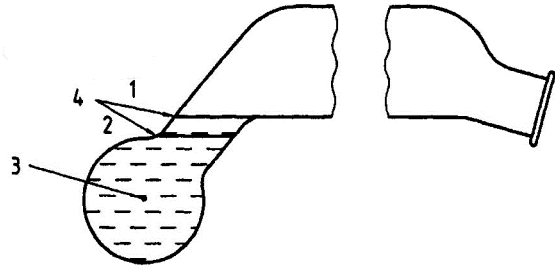
– 0,036% لحليب البقرة منخفض الدسم،

– 0,043% لحليب البقرة الكامل،

– 0,030% لحليب الماعز،

– 0,069% لحليب النعجة.

الشكل 2 – بعد التصفية



البيانات

1- في الاستخلاص الثاني والثالث

2- في الاستخلاص الأول

3- طبقة سائلة

4- السطح الفاصل

إذا كانت المادة الدسمة صافية، يحفظ الوعاء المجمع من الغيار ويترك ليبرد (ليس في جهاز نازع للرطوبة) في درجة حرارة غرفة الوزن (وعاء من زجاج لمدة ساعة واحدة على الأقل وكبسولة معدنية لمدة 30 دقيقة على الأقل).

لا يجفف الوعاء مباشرة قبل الوزن، يوضع الوعاء فوق الميزان بواسطة ملقاط (13.4). يوزن الوعاء بتقريب 1,0 ملغ لاسترجاع المادة الدسمة.

14.4.7 يسخن الوعاء لمدة 30 دقيقة إضافة في جهاز نازع للرطوبة (4.4) مصبوط في 102 ± 2 °م، لاسترجاع المادة الدسمة، بحيث تكون الحوجلة في موضع مائل حتى تسمح لأبخرة المذيبات أن تنبعث. تعاد عمليات الوزن المبينة في (13.4.7)، حتى تنقص كتلة وعاء استخلاص المادة الدسمة بـ 1,0 ملغ على الأقل، أو تزداد بين وزنين متماثلين. تسجل الكتلة الدنيا ككتلة وعاء استخلاص المادة الدسمة والمادة المستخلصة.

8. الحساب والتغيير عن النتائج

1.8 الحساب

تحسب نسبة المادة الدسمة بالنسبة للعينة عن طريق المعادلة التالية :

$$ي_n = \frac{(ك_1 - ك_2) - (ك_3 - ك_4)}{ك_0} \times 100\%$$

2.1 التجربة على بياض منجزة في أن واحد مع التحديد (1.2.7)

تسمح القيمة المتحصل عليها من التجربة على بياض، المنجزة في أن واحد مع التحديد، بتصحيح الكتلة الظاهرة للمواد المستخلصة من عينة التجربة (ك1 - ك2) بالنسبة لوجود مواد غير متطايرة واردة من الكواشف وأيضاً من تغيرات الظروف الهوائية لغرفة الوزن واختلاف درجات الحرارة بين وعاء المادة الدسمة وغرفة الوزن أثناء أخذ الوزنين (14.4.7) و(3.7).

في الشروط الملائمة (قيمة صغيرة في التجربة على بياض على الكواشف، درجة حرارة غرفة الوزن ثابتة، زمن تبريد وعاء المادة الدسمة كاف)، تكون القيمة غالباً أصغر من 1,0 ملغ ويمكن حينئذ أن لا تؤخذ بعين الاعتبار في الحساب، في حالة التحديدات الروتينية. نجد في غالب الأحيان قيم (موجبة وسالبة) أكبر بقليل حتى 2,5 ملغ.

بعد تصحيح هذه القيم، تكون النتائج أكثر دقة. إذا طبقت تصحيحات لقيمة أكبر من 2,5 ملغ، يجب تسجيل ذلك في كشف التحليل.

إذا كانت القيمة المتحصل عليها في التجربة على بياض تتجاوز بانتظام 1,0 ملغ، يجب أن تكون الكواشف مراقبة إذا لم يتم ذلك حديثاً، يجب أن تغير أو تصفى الكواشف غير النقية أو التي تحتوي على شوائب (2.2.7) و(1.أ).

3.1 المراقبة من أجل التحقق من وجود البيروكسيد

للتحقق من وجود البيروكسيدات، يضاف 1 ملل من محلول يودور البوتاسيوم بـ 100 غ/ل محضر حديثاً، لـ 10 ملل من أكسيد ثنائي الإثيل، في مخبر صغير مزود بسداة زجاجية، الذي تم غسله مسبقاً بقليل من أكسيد ثنائي الإثيل. يرج ويترك ليستريح لمدة 1 دقيقة. من الأحسن ألا يظهر أي لون أصفر في كلتا الطبقتين.

يمكن استعمال مناهج أخرى لمراقبة وجود البيروكسيدات.

للتأكد من خلو أكسيد ثنائي الإثيل من البيروكسيدات وبقائه خالياً منها، يعالج أكسيد ثنائي الإثيل على الأقل ثلاثة أيام قبل استعماله كما هو مبين أدناه.

3.9 إعادة التجربة في عدة مخابر

يجب ألا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتي تجربتين فرديتين منفصلتين، متحصل عليهما عن طريق نفس المنهج، على نفس المنتج الخاضع للتجربة، في مخابر مختلفة، من طرف محللين مختلفين الذين يستعملون تجهيزات مختلفة، إلا في 5% من الحالات على الأكثر، تتعلق القيم التالية بالنسبة الكتلية للمادة الدسمة :

- 0,043% لحليب البقرة المنزوع الدسم،
- 0,042% لحليب البقرة منخفض الدسم،
- 0,056% لحليب البقرة الكامل،
- 0,052% لحليب الماعز،
- 0,096% لحليب النعجة.

ملاحظة 1

تعليمات حول طرق العمل

1.1 التجربة على بياض لمراقبة الكواشف (2.2.7)

في هذه التجربة على بياض، يجب أن يستعمل وعاء مراقبة الكتلة حتى لا تظهر التغيرات في الظروف الهوائية لغرفة الميزان أو تأثيرات حرارة وعاء استرجاع المادة الدسمة بطريقة خاطئة نتيجة وجود أو غياب المواد غير المتطايرة في مستخلص الكواشف. يمكن استعمال هذا الوعاء كثقل موازن في حالة ميزان ذي كفين، بالإضافة إلى هذا، من الأنسب أن تسجل الفوارق في الكتلة الظاهرة (ك3 - ك4 في الصيغة 1.8) لوعاء المراقبة أثناء مراقبة كتلة وعاء استرجاع المادة الدسمة المستعمل في التجربة على بياض. بالتالي، يجب ألا يكون تغير الكتلة الظاهرة لوعاء استرجاع المادة الدسمة، مصحح وفق التغير الظاهر لكتلة وعاء المراقبة أكبر من 1,0 ملغ.

يمكن أن تحتوي المذيبات على مواد متطايرة تكون محفوظة جيداً في المادة الدسمة. إذا كانت هناك إشارات لوجود مثل هذه المواد، جرى التجارب على بياض على كل الكواشف ولكل مذيب، باستعمال لكل واحد، وعاء للمادة الدسمة، مع حوالي 1 غ من المادة الدسمة للزبدة عديمة الماء، تقطر المذيبات من جديد إذا اقتضى الأمر، بوجود 1 غ من المادة الدسمة للزبدة عديمة الماء لـ 100 ملل من المذيب، تستعمل المذيبات بعد إعادة تقطيرها مباشرة.

المخصصة في هذا الملحق. يجب أن تكون الأنابيب مزودة بسدادات من فلين من نوعية جيدة أو سدادات كالتالي خصصت للحوجلات في (6.4) (الشكل ب.1 على سبيل المثال).

ب.2 طريقة العمل

ب.1.2 تحضير العينة للتجربة (6)

ب.2.2 العينة المأخوذة للتجربة

يتم الإجراء كما هو محدد في (1.7) لكن باستعمال أنابيب استخلاص المادة الدسمة (الملاحظة في 6.4) و(الشكل ب.1).

يجب أن تنقل العينة المأخوذة للتجربة كليا إلى قاع أنبوب الاستخلاص.

ب.3.2 التجربة على بياض (2.7) و(2.1)

ب.4.2 تحضير الوعاء لاسترجاع المواد الدسمة (3.7)

ب.5.2 التحديد

ب.5.2.1 يتم إجراء التحديد بدون انتظار. يضاف 2 ملل من محلول هيدروكسيد الأمونيوم (1.3) للعينة المأخوذة للتجربة (ب.2.2) الموجودة في أنبوب استخلاص المادة الدسمة أو حجم مكافئ من محلول أكثر تركيز (الملاحظة 1.3). يخلط جيدا مع العينة المأخوذة للتجربة في قاع الأنبوب.

ب.5.2.2 يضاف 10 ملل من الإيثانول (2.3). يمزج بلطف لكن كليا مع الخليط الموجود في قاع الأنبوب. يضاف إذا أردنا، قطرتين من محلول أحمر - كونغو (3.3).

ب.5.2.3 يضاف 25 ملل من أكسيد ثنائي الإيثيل (4.3).

يغلق الأنبوب بسدادة من الفلين مشبع بالماء، أو بسدادة من مادة أخرى (6.4)، مبلى بالماء، يرج الأنبوب بشدة، دون مبالغة لتفادي تشكل المستحلبات العالقة عن طريق التدوير المكرر لمدة 1 دقيقة. إذا اقتضى الأمر، يبرد الأنبوب بماء سائل حتى درجة حرارة الوسط. تنزع بحذر السدادة من الفلين أو جهاز الغلق ويغسل كذلك الأنبوب، بواسطة كمية قليلة من خليط المذيبات (6.3). تستعمل حوطة الغسل (8.4)، حتى يمكن لسوائل الغسل أن تسيل في الأنبوب.

يقص ورق الزنك على شكل أشرطة يمكن أن تصل على الأقل إلى وسط الوعاء الذي يحتوي على أكسيد ثنائي الإيثيل، باستعمال حوالي 80 سم² من ورق الزنك في لتر من أكسيد ثنائي الإيثيل.

قبل استعمالها، تغمر الأشرطة كليا لمدة 1 دقيقة في محلول يحتوي على 10 غ من سولفات النحاس (II) خماسي الهيدروجين (CuSO₄ و 5H₂O) و 2 ملل/ل من حمض سلفوري مركز [بنسبة كتلية 98%].

تغسل الأشرطة بلطف وعناية بالماء، تدخل الأشرطة المبلة المعالجة بالنحاس في وعاء يحتوي على أكسيد ثنائي الإيثيل وتترك الأشرطة في الوعاء.

يمكن استعمال مناهج أخرى بشرط ألا تغيّر نتيجة التحديد.

4.1 أكسيد ثنائي الإيثيل المحتوي على مضادات الأكسدة

أكسيد ثنائي الإيثيل الذي يحتوي على حوالي 1 ملغ من مضادات الأكسدة في الكيلوغرام موجود في بعض الدول، خاصة من أجل تحديدات المادة الدسمة. هذه النسبة لا يمنع استعمالها كمرجع.

في دول أخرى، يمكن أن يكون أكسيد ثنائي الإيثيل بنسب أكبر من مضادات الأكسدة، مثلا حتى 7 ملغ / الكيلوغرام. في هذه الحالة، لا يستعمل إلا في تحديدات روتينية مع تجربة على بياض إجبارية منجزة على التوالي مع التحديدات، بغرض تصحيح الأخطاء المعتادة الناجمة عند بقايا مضادات الأكسدة. إذا كان مستعملا بصفته كمرجع، يجب أن يكون مقطرا دائما قبل الاستعمال.

5.1 الإيثانول

يمكن أن يستعمل الإيثانول المغير بطريقة أخرى مختلفة عن التي يضاف فيها الميثانول، بشرط ألا يؤثر العامل المغير على نتائج التحديد.

ملاحظة ب

طريقة عمل أخرى تستعمل فيها أنابيب استخلاص المادة الدسمة

مزودة بممص أو بجهاز الغسل

ب.1.1 عموميات

إذا استخدمت أنابيب استخلاص المادة الدسمة مزودة بممص أو بجهاز الغسل، تستعمل طريقة العمل

ب.4.5.2 يضاف 25 ملل من إثير البترول (5.3). يغلق الأنبوب بواسطة سدادة من الفلين معاد ترطيبها أو بواسطة السدادة الأخرى المعاد ترطيبها (بغطسها في الماء). يرج الأنبوب بعناية لمدة 30 ثا، كما هو مبين في (ب.3.5.2).

ب.5.2.5 يخضع الأنبوب المغلق إلى عملية الطرد المركزي (2.4) لمدة 1 إلى 5 دقائق مع تسارع دوري من 80 ج إلى 90 ج. إذا لم يتوفر جهاز الطرد المركزي، يترك الأنبوب المسدود يرتاح فوق الركيزة (7.4) لمدة 30 دقيقة على الأقل، حتى تصبح الطبقة التي تطفو صافية ومنفصلة بوضوح عن الطبقة السائلة. إذا اقتضى الأمر، يبرد الأنبوب بالماء السائل حتى درجة حرارة الوسط.

ب.6.5.2 تنزع بحذر السدادة من الفلين أو جهاز الغلق ويغسل، كذلك عنق الأنبوب بكمية قليلة من خليط من المذيبات (6.3). يستعمل أنبوب الغسل (8.4) حتى يمكن لسوائل الغسل أن تسيل في الأنبوب.

ب.7.5.2 يدخل ممص أو جهاز الغسل في الأنبوب. يدفع مغرز الأنبوب الطويل إلى الداخل حتى تكون الفتحة حوالي 4 ملم فوق سطح الطبقات. يجب أن يكون مغرز الأنبوب الداخلي مواز للمحور المركزي لأنبوب الاستخلاص.

تنقل بحذر الطبقة التي تطفو للأنبوب في الوعاء للحصول على المادة الدسمة (3.7) الذي يحتوي على معدلات الغليان (10.4) في حالة الحوجلات (اختيارية مع الكيسولات المعدنية). يجب تفادي تصفية أي جزء من الطبقة السائلة. تغسل الفتحة بقليل من خليط المذيبات، مع استرجاع سوائل الغسل في الوعاء للحصول على المادة الدسمة.

ملاحظة - يمكن للطبقة التي تطفو أن تنقل من أنبوب استخلاص المادة الدسمة مثلا باستعمال، بصلة مطاطية موصولة بقضيب قصير حتى نضمن الضغط.

ب.8.5.2 يفك الجهاز من عنق الأنبوب. يرفع قليلا ويغسل الجزء الأسفل من مغرز الأنبوب الطويل الداخلي بقليل من خليط المذيبات (6.3) ينزل ويعاد إدخال الجهاز وتنقل سوائل الغسل في الوعاء للحصول على المادة الدسمة.

تغسل الفتحة الخارجية للجهاز بقليل من خليط المذيبات وتجمع سوائل الغسل في الوعاء. إذا أردنا، يمكن أن ينزع المذيب أو جزء منه من الوعاء عن طريق التقطير أو التبخير، كما هو مبين في (13.4.7).

ب.9.5.2 يفك من جديد الجهاز من العنق. يرفع هذا الأخير ببطء ويضاف 5 ملل من الإيثانول في الأنبوب. يستعمل الإيثانول لغسل مغرز الأنبوب الداخلي الطويل. يخلط كما هو مبين في (ب.2.5.2).

ب.10.5.2 ينجز استخلاص ثاني مع مع إعادة العمليات المبينة من (ب.3.5.2) إلى (ب.8.5.2)، لكن باستعمال 15 ملل فقط من أكسيد ثنائي الإثيل (4.3) و 15 ملل من إثير البترول (5.3). يستعمل أكسيد ثنائي الإثيل لغسل مغرز الأنبوب الداخلي الطويل أثناء نزع الجهاز من الأنبوب بعد الإستخلاص السابق.

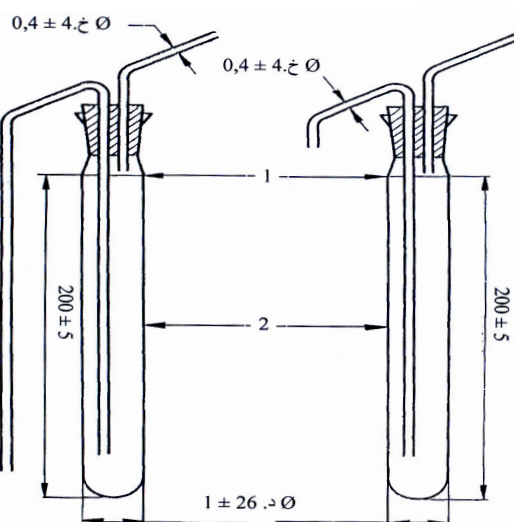
ب.11.5.2 ينجز استخلاص ثالث، بدون إضافة الإيثانول، مع إعادة العمليات المبينة من (ب.3.5.2) إلى (ب.8.5.2) مجددا، لكن باستعمال 15 ملل فقط من أكسيد ثنائي الإثيل و 15 ملل من إثير البترول ويغسل مغرز الأنبوب الطويل الموجود داخل الجهاز، كما هو مبين في (ب.10.5.2).

ملاحظة - ليس من الضروري إنجاز الاستخلاص الثالث في حالة الحليب الذي تكون فيه نسبة المادة الدسمة أصغر من 0,5%.

ب.12.5.2 يواصل التحديد كما هو مبين من (12.4.7) إلى (14.4.7).

الشكل ب.1 - أمثلة من أنابيب استخلاص المادة الدسمة

(أ) مع ممص (ب) مع جهاز امتصاص بواسطة الفراغ



البيانات

1- السعة القصوى، مع ممص أو جهاز امتصاص الفراغ المنزوع 105 ملل ± 5 ملل.

2- سمك الجدران، 1,5 مم ± 0,5 مم.