

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 19 محرم عام 1436 الموافق 12 نوفمبر سنة 2014، يجعل منهج تحديد نسبة الهيدروكسيبرولين في اللحوم ومنتجات اللحوم إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 14-154 المؤرخ في 5 رجب عام 1435 الموافق 5 مايو سنة 2014 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 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 فبراير 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 تحديد نسبة الهيدروكسيبرولين في اللحوم ومنتجات اللحوم إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الهيدروكسيبرولين في اللحوم ومنتجات اللحوم، 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 خبيرة.

المادة 3 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرسمية للجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية.

حرر بالجزائر في 19 محرم عام 1436 الموافق 12 نوفمبر سنة 2014.

عمار بن يونس

- 14 غ من هيدروكسيد الصوديوم،

- 78 غ من أسيتات الصوديوم خال من الماء
[Na(CH₃CO₂)].

تذوّب الكواشف في 500 ملل من الماء، وتنقل كميًا في حوجلة مدرجة سعتها 1 ل. يضاف 250 ملل من البروبانول-1 ويكمل الحجم بالماء إلى خط التدرج.

يبقى هذا المحلول ثابتًا لعدة أسابيع إذا حفظ في درجة حرارة 4 °م وبعيدا عن الضوء.

3.3 كاشف بالكلورامين T، يذوب 1,41 غ من N-كلورو-p-تولوان سولفوناميد (N-chloro-p-toluène sulfonamide)، ملح الصوديوم ثلاثي الإماهة (كلورامين T) في 100 ملل من المحلول المثبت (2.3).

يجب أن يحضر هذا المحلول مباشرة قبل الاستعمال.

4.3 كاشف ملون،

يذوب 10 غ من p-ثنائي مثيل أمينو بنزالدهيد (*p*-diméthylamino-benzaldéhyde) في 35 ملل من حمض بركلوريك [60 % (ك/ك)]، ثم يفرغ ببطء 65 ملل من بروبانول-2.

يجب أن يحضر هذا المحلول يوم استعماله.

إذا كان من الضروري تصفية *p*-ثنائي مثيل أمينو بنزالدهيد (*p*-diméthylamino-benzaldéhyde) (الملاحظة 3 في 4.7) تجرى العملية كما يأتي :

يحضّر محلول مشبع من *p*-ثنائي مثيل أمينو بنزالدهيد (*p*-diméthylamino-benzaldéhyde) في الإيثانول بـ 70 % (ح/ح) في وجود الحرارة. يبرد أولا في درجة حرارة الوسط ثم في الثلجة. بعد حوالي 12 س، يرشح في قمع بوشنر (buchner). يغسل بقليل من الإيثانول بـ 70 % (ح/ح) في وجود الحرارة. يضاف الماء المجمد ويحرك بعناية. تتبع هذه العمليات حتى الحصول على كميات كافية من أجسام بلورية بيضاء لبنية. تترك ليلية واحدة في الثلجة. ترشح في قمع بوشنر (buchner)، تغسل بواسطة إيثانول بـ 50 % (ح/ح)، ثم تجفف تحت ضغط مخفف في وجود أكسيد الفوسفور (ح).

5.3 الهيدروكسيبرولين، محاليل معيارية.

في حوجلة مدرجة سعتها 100 ملل، يحضّر المحلول الأم بإذابة 50 مغ من حمض هيدروكسيبروليدين - α -

الملحق

منهج تحديد نسبة الهيدروكسيبرولين

- اللحوم ومنتجات اللحوم -

يبين هذا المنهج تقنية لتحديد نسبة الهيدروكسيبرولين لجميع أنواع اللحوم ومنتجات اللحوم، بما فيها الدواجن.

يطبق هذا المنهج على اللحوم ومنتجات اللحوم التي لا تحتوي على أكثر من 0,5 % (ك/ك) من الهيدروكسيبرولين.

1. التعريف

لتطلبات هذا المنهج يطبق التعريف الآتي :

نسبة الهيدروكسيبرولين في اللحوم ومنتجات

اللحوم : نسبة الهيدروكسيبرولين المحددة وفقا لطريقة العمل المبينة في المنهج.

ويعبر عنها بالنسبة المئوية في الكتلة.

2. المبدأ

تحلل العينة المأخوذة للتجربة بواسطة حمض الكبريت في درجة حرارة 105 °م. ثم يتم ترشيح وتخفف الحلامة. يؤكسد الهيدروكسيبرولين بواسطة كلورامين T حيث يتشكل مركب أحمر اللون مع *p*-ثنائي مثيل أمينو بنزالدهيد (*p*-diméthylamino-benzaldéhyde) ثم يجرى قياس ضوئي على طول موجة 558 نانومتر.

3. الكواشف

تستعمل فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها وماء مقطر أو منزوع المعادن أو على الأقل ماء ذي نقاوة معادلة.

1.3 حمض الكبريت، محلول تركيزه (H₂SO₄) ≈

3 مول/ل.

توضع 750 ملل من الماء في حوجلة مدرجة سعتها 2 ل ويضاف 320 ملل من حمض الكبريت المركز ببطء مع التحريك، ($p20 = 1,84$ غ/ملل). يبرد في درجة حرارة الوسط ويكمل الحجم بالماء إلى خط التدرج.

2.3 محلول مثبت، العامل الهيدروجيني (pH) = 6,8

ومكون من :

- 26 غ من حمض السيتريك أحادي الإماهة (C₆H₈O₇,H₂O)،

كاربونيك (هيدروكسيبرولين) في الماء. تضاف قطرة من محلول حمض الكبريت (1.3) ويكمل الحجم بالماء إلى خط المعلم. يبقى هذا المحلول ثابتا لمدة شهر واحد على الأقل في درجة حرارة 4°م.

يوم الاستعمال، يوضع في حوجلة مدرجة سعتها 500 ملل، 5 ملل من المحلول الأم ويكمل الحجم بالماء إلى خط المعلم. تحضّر بعدها أربعة (4) محاليل معيارية بأخذ 10 ملل و 20 ملل و 30 ملل و 40 ملل من هذا المحلول ويكمل بالماء إلى 100 ملل للحصول على تراكيز الهيدروكسيبرولين على التوالي 0,5 ميكروغرام/ملل، 1 ميكروغرام/ملل، 1,5 ميكروغرام/ملل، 2 ميكروغرام/ملل.

4. التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر ولا سيما ما يأتي :

1.4 آلة فرم اللحم، ذات شفرات أفقية سريعة الدوران.

2.4 دورق كروي للتحليل المائي، ذو قاع دائري أو مسطح، مع عنق عريض، سعته حوالي 200 ملل.

3.4 فرن التجفيف، يضبط في 105°م ± 1°م.

4.4 أقراص ورق الترشيع، قطرها 12,5 سم.

5.4 مقياس العامل الهيدروجيني.

6.4 أوراق الألنيوم أو بلاستيك مغم.

7.4 حمام مائي، مضبوط في درجة حرارة 60°م ± 0,5°م.

8.4 مقياس طيفي، يسمح بقياسات على طول موجة 558 نانومتر ± 2 نانومتر، أو مقياس الألوان الكهربائي، مجهز بمصفاء تداخلية مع امتصاص أقصى في 558 نانومتر ± 2 نانومتر.

9.4 أحواض زجاجية، ذات مسافة ضوئية 10 مم.

10.4 ميزان تحليلي، مضبوط بالتقريب في 0,001 غ.

11.4 حوجلة مدرجة، سعتها 250 ملل.

12.4 زجاج السامة، قطره من 5 سم إلى 6 سم.

5. اقتطاع العينات

من الضروري أن يحصل المخبر على عينة ممثلة حقا غير متلفة ولم تتغير أثناء النقل أو التخزين.

يتم العمل على عينة ممثلة تزن على الأقل 200 غ. تحفظ العينة بحيث يمنع أي تلف أو تغيير في المحتوى.

6. تحضير العينة للتجربة

1.6 اللحوم النيئة ومنتجات اللحم النيء

باستعمال سكين حاد، يقطع اللحم على شكل مكعبات صغيرة (حجمها حوالي 0,5 سم³، أي حوالي 8 ملم جانبيا) عندما يكون محتفظا ببرودته (درجة حرارته أدنى بقليل من 0°م).

توضع العينة داخل الوعاء الذي يغلق بإحكام، أو يغلق تحت ضغط ضعيف في كيس بلاستيكي مقاوم للحرارة. يسخن فيما بعد الوعاء والعينة بحيث تثبت درجة الحرارة الدنيا في 70°م مدة 30 دقيقة على الأقل. يترك ليبرد وتعاد التجربة كما في (2.6).

خلال المراحل الآتية من تحضير العينة للتجربة ووزن العينة المأخوذة للتجربة، يجرى التأكد من أن العينة ممزوجة جيدا وبالخصوص أن تكون الدهون والأجزاء السائلة موزعة بانتظام.

ملاحظة 1 - يسمح هذا العلاج بالحرارة بتطرية النسيج الضام النيء ويجعله أقل مقاومة لعملية المجانسة بواسطة آلة فرم اللحم.

غير أنه يمكن أن تتسبب هذه المعالجة في فصل سائل يحتوي على الجيلاتين. يمكن أيضا أن يتطلب وجود الدهن رعاية خاصة أثناء تحضير عينة متجانسة.

2.6 اللحوم المطهية ومنتجات اللحم المطهي

تجانس العينة في آلة فرم اللحم (1.4). تحفظ العينة المجانسة في قارورة مغلقة مسدودة بإحكام ومملوءة كلياً وتحفظ بطريقة تمنع كل إتلاف أو كل تغيير في تركيبها.

تحلل العينة في أقرب وقت، لكن دائما خلال 24 سا.

7. طريقة العمل

1.7 أخذ عينة للتجربة

توزن بتقريب 0,001 غ في الدورق الكروي للتحليل المائي (2.4)، حوالي 4 غ من عينة التجربة. يجرى التأكد من عدم بقاء أي مادة ملتصقة على الغشاء الجانبي للدورق.

7.3.7 تطرح قيمة الامتصاص المقاسة في التجربة على بياض (4.7) ويقرأ تركيز الهيدروكسيبرولين في الحلامة المخففة على منحني المعايرة المتحصل عليه كما هو مبين في (5.7).

4.7 التجربة على بياض

تجرى العمليات المبينة في (2.3.7) إلى (7.3.7) مرتين، لكن باستبدال الحلامة المخففة بالماء.

ملاحظة 3 - إذا كانت قيمة الامتصاص في التجربة على بياض تتعدى 0,04، يحضر كاشف ملون جديد (4.3) وإذا اقتضى الأمر ينقى الـ p - ثنائي مثيل أمينو بنزالدهيد (p -dimethylamino-benzaldéhyde) (4.3).

5.7 منحني المعايرة

1.5.7 تعاد طريقة العمل المبينة في (2.3.7) إلى (7.3.7)، لكن مع 4 ملل من كل من الأربعة محاليل المعايرة المخففة من الهيدروكسيبرولين (5.3) عوضا عن الحلامة المخففة.

2.5.7 تنقل على المنحني البياني قيم درجة الامتصاص المقاسة والمصححة للتجربة على بياض وبدلالة تراكيز ملائمة مع محاليل معايرة الهيدروكسيبرولين. توصل النقاط مع المبدأ برسم منحني مستقيم قدر الإمكان.

ينشئ منحني معايرة جديد لكل سلسلة تحليل.

8. الحساب

تحسب نسبة الهيدروكسيبرولين، لكل عينة مأخوذة للتجربة، بالنسبة المئوية في الكتلة بالاستعانة بالصيغة التالية :

$$Y = \frac{6,25}{K \times C}$$

حيث

Y : مقدار الهيدروكسيبرولين، معبر عنه بالنسبة المئوية في الكتلة، متحصل عليه من الصيغة،

C : تركيز الهيدروكسيبرولين في الحلامة المخففة بالميكروغرام في الميليلتر والمقروءة على منحني المعايرة،

2.7 التحليل المائي

1.2.7 يضاف 30 ملل \pm 1 ملل من محلول حمض الكبريت (1.3) في الدورق. يغطى بزجاج الساعة (12.4) ويوضع الكل في فرن التجفيف (3.4) مدة 16 سا (ليلة واحدة) في درجة حرارة 105 °م.

2.2.7 ترشح الحلامة وهي ساخنة فوق قرص ورق الترشيح (4.4)، مع استخلاص الرشاحة في حوجلة مدرجة سعتها 250 ملل (11.4). يغسل ورق الترشيح والدورق ثلاث (3) مرات بواسطة أجزاء من 10 ملل من محلول حمض الكبريت (1.3) وهو ساخن، وتضاف سوائل الغسل للحلامة ثم يكمل الحجم بالماء إلى خط المعلم ثم يمزج.

3.7 تطور اللون وقياس الامتصاص

1.3.7 بواسطة ماصة، يوضع داخل حوجلة مدرجة سعتها 250 ملل (11.4) حجم "ح" من الحلامة (2.2.7) تسمح بالحصول، بعد التخفيف إلى 250 ملل، على تركيز الهيدروكسيبرولين محصور بين 0,5 ميكروغرام/ملل و 2 ميكروغرام/ملل. يكمل الحجم بالماء إلى خط المعلم.

ملاحظة 2 - في معظم الحالات، تكون قيمة "ح" من 5 ملل إلى 25 ملل، حسب كمية النسيج الضام الموجود في العينة.

2.3.7 يوضع 4 ملل من هذا المحلول (1.3.7) في أنبوب اختبار ثم يضاف 2 ملل من الكاشف بالكلورامين T (3.3). يمزج ويترك في درجة حرارة الوسط مدة 20 \pm 1 د.

3.3.7 يضاف 2 ملل من الكاشف الملون (4.3) ويمزج بعناية ويغطى الأنبوب بورقة من الألمنيوم أو من البلاستيك (4.6).

4.3.7 يوضع الأنبوب بسرعة في الحمام المائي (7.4) المضبوط في درجة حرارة 60 °م ويسخن مدة 20 دقيقة بالضبط.

5.3.7 يبرد الأنبوب على الأقل 3 دقائق بالمياه الجارية ويترك في درجة حرارة الوسط مدة 30 دقيقة.

6.3.7 تقاس قيمة الامتصاص في 558 نم \pm 2 نم بالنسبة للماء داخل حوض زجاجي (9.4) بواسطة المقياس الطيفي أو مقياس الألوان كهربائي مجهز بمصفاء متداخلة (8.4).

ك : كتلة العينة المأخوذة للتجربة بالغرام (1.7)،

ح : حجم الجزء النموذجي بالميليلتر للحلابة
المأخوذة للتخفيف في 250 ملل (1.3.7).

يعبر عن النتائج بتقريب 0,01 %.

9. الدقة

ثبتت دقة هذا المنهج في تجربة أجريت بين
المخابر.

حدد مستوى الاحتمال بـ 95 % للحصول على قيم
التكرارية وإعادة التجربة.

1.9 التكرارية

الفرق المطلق بين نتيجتين مستقلتين لتجربة،
متحصل عليه من نفس المنهج بوسائل مماثلة خاضعة
للتجربة في نفس المخبر وبنفس الجرب باستعمال نفس
الأجهزة وفي مجال زمني قصير، يجب أن لا تتعدى
قيمة التكرارية r المبينة في الصيغة :

$$\bar{y} = 0,0322 + 0,0131 = r$$

حيث

\bar{y} : معدل نتيجتي التجربة لنسبة
الهيدروكسيبرولين، معبر عنه بالنسبة المئوية في
الكتلة.

ترفض النتيجة إذا كان الفرق يتعدى القيمة
المبينة أعلاه، ويجرى تحديدان جديان.

2.9 إعادة التجربة

الفرق المطلق بين نتيجتين فرديتين لتجربة،
متحصل عليه من نفس المنهج بوسائل مماثلة خاضعة
للتجربة في مخابر مختلفة وبمجردين مختلفين
باستعمال أجهزة مختلفة، يجب أن لا يتعدى القيمة R
المبينة في الصيغة :

$$\bar{y} = 0,0529 + 0,0195 = R$$

حيث

\bar{y} : معدل نتيجتي التجربة لنسبة
الهيدروكسيبرولين، معبر عنه بالنسبة المئوية في
الكتلة.