

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 20 شوال عام 1434 الموافق 27 غشت سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة الأزوت البروتيني في الحليب إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 12-326 المؤرخ في 17 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 بتقييم المطابقة،

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

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

يقرر ماياتي :

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 الأزوت البروتيني في الحليب إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الأزوت البروتيني 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 خيرة.

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

حرر بالجزائر في 20 شوال عام 1434 الموافق 27 غشت سنة 2013.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد نسبة الأزوت البروتيني في الحليب

يبين هذا المنهج تقنية التحديد المباشر لنسبة الأزوت البروتيني للحليب السائل، الكامل أو المنزوع الدسم.

1. التعريف

لتطلبات هذا المنهج، يطبق التعريف الآتي :

نسبة الأزوت البروتيني :

هي النسبة الكتلية للمواد، تحدد بطريقة مباشرة أو غير مباشرة حسب طريقة العمل المبينة في هذا المنهج.

ملاحظة - يعبر عن نسبة الأزوت البروتيني بالنسبة الكتلية.

2. المبدأ

ترسب بروتينات العينة المأخوذة للتجربة بإضافة محلول حمض ثلاثي الأستيك بحيث يكون التركيز النهائي لهذا الحمض في المزيج بتقريب 12%. يفصل الراسب البروتيني بالترشيح (تحتوي الرشاحة على الأزوت غير بروتيني). تحدد نسبة الأزوت في الرشاحة حسب طريقة العمل المبينة في منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب.

3. الكواشف

تستعمل فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها و ماء مقطر أو منزوع المعادن أو ماء ذو نقاوة على الأقل مكافئة لإلا في وجود تعليمة مخالفة. تستعمل نفس الكواشف المبينة في منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب بالإضافة إلى ما يأتي :

1.3 محلول حمض ثلاثي كلور الأستيك (CCl₃COOH)

داخل حوجلة مدرجة سعتها 100 ملل، تذوب في الماء 15,0 غ من حمض ثلاثي كلور الأستيك و يكمل بالماء

2.7 التحديد المباشر

1.2.7 الترسيب والترشيح

يضاف إلى العينة (1.7) الموجودة في كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن 40 ملل \pm 0,5 ملل من محلول حمض ثلاثي كلور الأستيك (1.3) مع الرج لمزج المحتوى.

من أجل أن يركد الراسب تترك كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن ليرتاح حوالي خمس دقائق. يرشح محتوى الكرة أو الأنبوب عبر ورق ترشيح (4.4) موضوع فوق قمع الترشيح (3.4).

تجمع الرشاحة في حوالة نظيفة مخروطية الشكل. تبقى كمية من الراسب في كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن و تتجمع الكمية المتبقية فوق ورق الترشيح. ليس من الضروري سحب كل الراسب من الكرة أو الأنبوب.

من أجل ألا يجف جزء من الراسب على عنق الكرة أو الأنبوب يضاف مباشرة بعد سكب المزيج بواسطة ماصة أو توماتيكية (5.4)، 10 ملل من محلول حمض ثلاثي كلور الأستيك (1.3).

يستعمل هذا المزيج لشطف كل بقايا الراسب المتبقية على العنق و يترك سائل الشطف لينساب في قاع الكرة أو الأنبوب.

يمزج المحتوى بواسطة حركة دورانية. يسكب المزيج المتحصل عليه عبر نفس ورق الترشيح. تضاف الرشاحة إلى تلك التي تم جمعها من قبل داخل الحوالة المخروطية. يشطف مباشرة عنق الكرة أو الأنبوب مجددا بواسطة جرعة جديدة ذات 10 ملل من محلول ثلاثي كلور الأستيك مع الرج لمزج المحتوى. يسكب للمرة الثالثة محتوى الكرة أو الأنبوب عبر نفس ورق الترشيح مع إضافة الرشاحة إلى ما جمع من قبل داخل الحوالة المخروطية.

يجب أن تكون الرشاحة المتحصل عليها شفافة وخالية من جزيئات المادة. في هذه المرحلة لا تكون الرشاحة ضرورية ويمكن التخلص منها بطريقة ملائمة.

إذا تم إجراء تجارب متكررة على نفس العينة المأخوذة للتجربة، فيجب أن تجرى تجربتين مختلفتين للترسيب والترشيح على كل عينة تجربة.

2.2.7 تحضير الرشاحة

بعد وضع القفازين يسحب ببطء ورق الترشيح من فوق القمع ويطوى الورق لحبس الراسب، إذ تبقى قليل من الراسب على الحافة الداخلية أو الخارجية لكرة

حتى خط المعلم. لا تستعمل تراكيز أخرى لحمض ثلاثي كلور الأستيك و أحجام محاليل تختلف عن تلك المحددة.

في حالة إستعمال تراكيز أخرى لحمض ثلاثي كلور الأستيك أو أحجام أخرى للمحاليل تكون فعالية المنهج فيما يخص القيمة المتوسطة وخصائص الفعالية مابين المخابر مختلفة.

2.3 محلول حجمي معياري لحمض الكلور هيدريك

(HCl) تركيزه (0,1 \pm 0,0005) مول/ل

4. التجهيزات

تستعمل الأجهزة المتداولة في المخبر، بالإضافة إلى تلك المستعملة في منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب لا سيما الأجهزة الآتية :

1.4 حمام مائي، يمكن ضبطه عند 38 \pm 2 $^{\circ}$ م،

2.4 ماصة، سعتها 5 ملل،

3.4 قمع الترشيح، من زجاج، قطره 75 ملم،

4.4 ورق الترشيح، خال من الأزوت، قطره 15 سم،

5.4 ماصة أو توماتيكية أو ماصة بمكبس، تسمح

بالحصول على جرعات ذات 10 ملل.

5. اقتطاع العينة

يتم اقتطاع العينة في شروط ملائمة.

6. تحضير عينة التجربة

تسخن عينة التجربة في حمام مائي (1.4) مظبوط في درجة حرارة 38 \pm 2 $^{\circ}$ م. تخلط العينة جيدا و برفق عن طريق دوران متكرر للوعاء، بدون التسبب في تشكل الرغوة أو المخض. تترك العينة لتبرد في درجة حرارة الوسط مباشرة قبل وزن عينة التجربة (1.7)

7. طريقة العمل

1.7 العينة المأخوذة للتجربة

توضع 5,0 ملل \pm 0,1 ملل من العينة المأخوذة للتجربة المحضرة (6) في كرة (Kjeldahl) أو في أنبوب تمعدن نظيف و جاف، تم وزنه مسبقا بتقريب 0,1 ملغ. يضاف مباشرة 5 ملل \pm 0,1 ملل من الماء في الكرة أو الأنبوب و تشطف كل بقايا العينة المتبقية على العنق بحيث ينساب إلى قاع الأنبوب أو الكرة.

ملاحظة - يرتبط استعمال كرة (Kjeldahl) أو

أنبوب التمعدن بالمنهج المختار من طرف المخبر.

حيث :

W_{pn} : هي نسبة الأزوت البروتيني لعينة التجربة، بالنسبة الكتلية،

V_s : هي القيمة الرقمية لحجم حمض الكلور (2.3) المستعمل في التحديد، بالملييلتر، يعبر عنها بتقريب 0,05 ملل،

V_b : هي القيمة الرقمية لحجم حمض الكلور (2.3) المستعمل في التجربة على بياض، بالملييلتر، يعبر عنها بتقريب 0,05 ملل،

M_r : هي القيمة الرقمية للمولارية الحقيقية لحمض الكلور (2.3) يعبر عنها بأربعة أرقام بالتقريب،

m : هي القيمة الرقمية لكتلة عينة التجربة (1.7)، بالغرام، يعبر عنها بتقريب 0,1 ملغ.

2.1.8 إذا استلزم الأمر يعبر عن النتائج بأربعة أرقام بالتقريب لإجراء حسابات لاحقة. إذ تعلق الأمر بالنتائج النهائية يعبر عن نسبة الأزوت بثلاثة أرقام وبرقمين للتعبير عن نسبة البروتينات.

من الأحسن ألا تقرب النتائج قبل الاستعمال النهائي لقيمة التجربة.

ملاحظة - يتحقق هذا بالخصوص عندما تستعمل النتائج لحسابات لاحقة. مثلاً في الحالة التي يستعمل فيها النتائج الفردية للتجربة المتحصل عليها من تحليل عدة عينات لحساب إحصائيات فعالية المنهج فيما يخص التغيرات في نفس المخبر وما بين المخابر.

كذلك في حالة استعمال هذه النتائج كمرجع لضبط جهاز ما (على سبيل المثال جهاز معايرة الطيب بالأشعة تحت الحمراء)، حيث تستعمل قيم عدة عينات لحساب التناقص البسيط والمتعدد.

في هاته الحالات، من الملائم ألا تقرب القيم المتحصل عليها قبل استعمالها في حسابات لاحقة.

2.8 حساب نسبة الأزوت الحقيقي

1.2.8 تحسب النسبة الحقيقية للبروتينات W_p لعينة التجربة عن طريق المعادلة الآتية :

$$W_p = W_{pn} \times 6,38$$

حيث :

W_p : هي النسبة الحقيقية للبروتينات لعينة التجربة، يعبر عنها بالنسبة الكتلية،

(Kjeldahl) أو لأنبوب التمعدن يمسح بورق الترشيح المطوي بحيث يلتصق كل الراسب على الورق، بعدها يوضع ورق الترشيح داخل كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن.

3.2.7 عملية التمعدن والتقطير

يضاف إلى كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن كمية مناسبة من عناصر مسهلة للغليان، محلول سولفات البوتاسيوم، محلول سولفات النحاس وحمض الكبريت و تتبع عملية التمعدن والتقطير حسب طريقة العمل المحددة في منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب.

4.2.7 التجربة على بياض

تجرى التجربة على بياض كما هو مبين من (1.2.7) إلى (3.2.7) بحيث تستبدل عينة التجربة بورق الترشيح (4.4) مغسول بمحلول حمض ثلاثي كلور الأستيك (1.3) وتتم معايرة العينات المأخوذة للتجربة على بياض بنفس الكواشف والتجهيزات المستعملة مع العينات المأخوذة للتجربة.

تسجل القيم على بياض. إذا تغيرت القيم يجب معرفة سبب التغير.

3.7 التحديد غير المباشر

يمكن حساب نسبة الأزوت البروتيني لعينة التجربة بدلا من التحديد المباشر (2.7) بالاستناد إلى تحديد كلاسيكي غير مباشر.

يتم هذا بخضيم نسبة الأزوت غير البروتيني من نسبة الأزوت الإجمالي لنفس عينة التجربة المحددة عن طريق منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب.

للتعبير عن النسبة الحقيقية للبروتينات يتم ضرب الناتج المتحصل عليه لنسبة الأزوت البروتيني في 6,38.

8. الحساب والتعبير من النتائج**1.8 حساب نسبة الأزوت البروتيني**

1.1.8 تحسب نسبة الأزوت البروتيني W_{pn} لعينة التجربة عن طريق المعادلة الآتية :

$$1,4007 (V_s - V_b) M_r$$

$$W_{pn} = \frac{\quad}{m}$$

m

Wpn : هي نسبة الأزوت البروتيني لعينة التجربة، بالنسبة الكتلية، يعبر عنها بأربعة أرقام بعد الفاصلة (1.8)،

6,38 : هو العامل المضاعف يستعمل للتعبير عن نسبة الأزوت كنسبة حقيقية للبروتينات.

2.2.8 بالنسبة لحسابات لاحقة، يعبر عن النتائج المتحصل عليها للنسبة الحقيقية للبروتينات بثلاثة أرقام بعد الفاصلة بالتقريب إذا كان ضروريا. إذا تعلق الأمر بالنتائج الحقيقية (1.8)، يكفي عددين بعد الفاصلة.

9. الدقة في النتائج

1.9 التجربة ما بين المخابر

يتحصل على قيم التكرارية وإعادة التجربة في عدة مخابر من نتائج التجربة ما بين المخابر. يمكن ألا تطبق القيم المشتقة من هاته التجربة على مجالات التركيز و المصفوفات غير التي تم ذكرها.

2.9 التكرارية

يجب ألا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتي تجربة فرديتين منفصلتين، متحصل عليهما عن طريق نفس المنهج، على نفس المادة الخاضعة للتجربة، في نفس المخبر و من طرف نفس المحلل الذي يستعمل نفس التجهيزات في مجال زمني قصير، في 5% من الحالات على الأكثر، القيم الآتية :

– 0,0038 % لنسبة الأزوت البروتيني،

– 0,024 % للنسبة الحقيقية للبروتينات.

3.9 إعادة التجربة في عدة مخابر

يجب ألا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتي تجربة فرديتين منفصلتين، متحصل عليهما عن طريق نفس المنهج، على نفس المادة الخاضعة للتجربة، في مخابر مختلفة، من طرف محللين مختلفين يستعملون تجهيزات مختلفة، في 5% من الحالات على الأكثر، القيم الآتية :

– 0,0092 % لنسبة الأزوت البروتيني،

– 0,059 % للنسبة الحقيقية للبروتينات.