31971L0393

20.12.1971 *IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ* L 279/7

IT-TIENI DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI
tat-18 ta' Novembru 1971
li tistabbilixxi metodi Komunitarji ta' analiżi għall-kontroll uffiċjali ta' għalf

(71/393/KEE)

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

Wara li kkunsidrat it-Trattat li jistabbilixxi l-Komunità Ekonomika Ewropea;

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill ta' l-20 ta' Lulju 1970 [1] dwar l-introduzzjoni ta' metodi Komunitarji ta' teħid ta' kampjuni u analiżi għall-kontroll uffiċjali ta' l-għalf, u b'mod partikolari l-Artikolu 2 tiegħu;

Billi dik id-Direttiva teħtieġ li kontrolli uffiċjali ta' l-għalf jitwettqu bl-użu ta' metodi Komunitarji ta' teħid ta' kampjuni u analiżi bl-iskop tal-kontroll ta' konformità ma' ħtiġiet ikkawżati taħt id-disposizzjonijiet stabbiliti bil-liġi, b'regolament jew b'azzjoni amministrattiva li jikkonċernaw il-kwalità u l-komposizzjoni ta' l-għalf;

Billi d-Direttiva tal-Kummissjoni Nru 71/250/KEE tal-15 ta' Ġunju 1971 [2] diġà stabbiliet numru ta' metodi Komunitarji ta' analiżi; billi l-progress tax-xogħol minn dak iż-żmien jagħmlu ta' min jiġi adottat sett ieħor ta' metodi;

Billi l-miżuri previsti f'din id-Direttiva huma skond l-Opinjoni tal-Kumitat Permanenti għall-Għalf;

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

Artikolu 1

L-Istati Membri għandhom jeħtieġu li analiżi għal kontrolli uffiċjali ta' l-għalf fir-rigward tal-kontenut tagħhom ta' *moisture*, bażijiet volatili nitroġeni, fosfru totali u żjut u xaħmijiet krudi jitwettqu skond il-metodi deskritti fl-Anness ma' din id-Direttiva.

Id-disposizzjonijiet ġenerali stabbiliti fil-Parti I (Introduzzjoni) ta' l-Anness ma' l-Ewwel Direttiva tal-Kummissjoni Nru 71/250/KEE tal-15 ta' Ġunju 1971 li tistabbilixxi metodi Komunitarji ta' analiżi għall-kontroll uffiċjali ta' l-għalf għandhom ikunu applikabbli għall-metodi deskritti fl-Anness ma' din id-Direttiva.

Artikolu 2

L-Istati Membri għandhom, sa mhux iktar tard mill-1 ta' Jannar 1973, iġibu fis-seħħ il-liġijiet, ir-regolamenti jew id-disposizzjonijiet amministrattivi neċessarji biex jikkonformaw ma' din id-Direttiva. Għandhom minnufih jinfurmaw lill-Kummissjoni bihom.

Artikolu 3

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmul fi Brussel, 18 Novembru 1971.

Għall-Kummissjoni
Il-President
Franco M. MALFATTI

[1] ĠU Nru L 170, 3.8.1970, p. 2
[2] ĠU Nru L 155, 12.7.1971, p. 13

ANNESS

I. ID-DETERMINAZZJONI TAL-KONTENUT NIEDI

1. L-Iskop u l-qasam ta' l-applikazzjoni

Dan il-metodu jagħmlu possibbli li jiġi determinat il-kontenut niedi ta' l-għalf. Ma jkoprix l-analiżi ta' prodotti tal-ħalib bħala l-għalf, l-analiżi ta' sustanzi minerali u taħlitiet komposti b'mod predominanti minn sustanzi minerali jew l-analiżi taż-żerriegħa taż-żejt u l-frott oleaġinuż definit fir-Regolament tal-Kunsill Nru 136/66/KEE ([1]) tat-22 ta' Settembru 1966 dwar l-istabbiliment ta' organizzazzjoni komuni tas-suq fiż-żjut u x-xaħmijiet.

Id-determinazzjoni tal-kontenut niedi taż-żerriegħa taż-żejt u l-frott oleaġinuż hija deskritta fl-Anness III mar-Regolament tal-Kummissjoni (KEE) Nru 1470/68 ([2]) tat-23 ta' Settembru 1968 dwar it-teħid u t-tnaqqis ta' kampjuni u d-determinazzjoni tal-kontenut taż-żejt, l-impuritajiet u l-kontenut niedi fiż-żerriegħa taż-żejt.

2. Il-Prinċipju

Il-kampjun huwa dessikat taħt kondizzjonijiet speċifikati li jvarjaw skond in-natura ta' l-oġġett ta' l-għalf. In-nuqqas fil-massa huwa ddeterminat billi jiġi peżat. Huwa neċessarju li jitwettaq tnixxif preliminari meta jiġu trattati affarijiet solidi ta' l-għalf li jkollhom kontenut niedi għoli.

3. L-Apparat

3.1. Taħħan ta' materjal li ma jassorbix il-kontenut niedi, li huwa faċli li jitnaddaf, jippermetti dħin rapidu u unit mingħajr ma jipproduċi xi sħana apprezzabbli, jipprevjeni kuntatt ma' l-arja ta' barra sakemm hu possibbli u jissodisfa l-ħtiġiet stabbiliti f' 4.1.1 u 4.1.2 (e.ż. taħħana-mikro tal-martell jew imkessħa bl-ilma, taħħana f'forma ta' koni li jistgħu jiġu żmantellati, taħħana li jaħdmu bil-mod jew dawk b'roti bis-snien).

3.2. Bilanċa analitika, eżatta sa 0.5 mg.

3.3. Kontenituri niexfa ta' metall mhux korrosiv jew tal-ħġieġ b'għotjien li jassiguraw egħluq sewwa; superfiċi utili li jippermettu li l-kampjun tat-test jixxerred f'madwar 0.3 g/ċm^2

3.4. Forn isotermali msaħħan b' mod elettriku (± 1 °C) ventilat tajjeb u li jassigura regolament rapidu ta' temperatura ([3]).

3.5. Forn vakwu aġġustabbli msaħħan b'mod elettriku b'pompa taż-żejt u jew mekkaniżmu li jħalli arja mnixxfa sħuna jew aġent għat-tnixxif (e.ż. l-ossidu tal-kalċju).

3.6. Dessikatur b'metall oħxon perforat jew platt tal-porċellana, li jikkontjeni aġent effettiv tat-tnixxif.

4. Il-Proċedura

N. B.: L-operazzjonijiet deskritti f'din is-sezzjoni għandhom jitwettqu minnufih wara li jinfetħu l-pakketti tal-kampjuni. L-Analiżi għandha titwettaq mill-inqas bid-duplikat.

4.1. *Il-Preparazzjoni*

4.1.1. *L-għalf ta' xorť oħra minn dawk li jaqgħu taħt 4.1.2 u 4.1.3*

Ħu mill-inqas 50g tal-kampjun. Jekk neċessarju, itħan jew aqsam b'tali mod li tiġi evitata kull varjazzjoni fil-kontenut niedi (ara 6).

4.1.2. *Iċ-Ċereali u l-groats*

Ħu mill-inqas 50 g tal-kampjun. Itħan f'partikolari li minnhom mill-inqas 50 % jgħaddu minn passatur immaljat ta' 0.5mm u ma jħallux iktar minn 10 % skart f' passatur ta' 1mm immaljat fit-tond.

([1]) ĠU Nru 127, 30.9.1966, p. 3025/66.
([2]) ĠU Nru L 239, 28.9.1968, p. 2.
([3]) Għat-tnixxif taċ-ċereali, tad-dqiq, tal-*groats* u tal-*meal*, il-forn għandu jkollu kapaċità termali li meta rregolat minn qabel f' 131 °C, jerġa' lura għal dik it-temperatura f'inqas minn 45 minuta wara li n-numru massimu ta' kampjuni tat-test ikun tqiegħed ġewwa biex jinxef simultanjament. Il-ventilazzjoni għandha tkun tali li, meta n-numru ta' kampjuni ta' qamħ komuni li jista' jikkontjeni huma mnixxfa għal saħtejn, ir-riżultati jvarjaw minn dawk ottenuti wara erba' siegħat ta' tnixxif b'inqas minn 0.15 %.

4.1.3. *L- għalf f'forma likwida jew pasta, l-għalf kompost b'mod predominanti minn żjud u xaħmijiet*

Ħu madwar 25 g tal-kampjun, iżen sa l-eqreb 10 mg, żid kwantità approprjata ta' ramel anidridu peżat sa l-eqreb 10mg u ħallat sakemm jirriżulta prodott omoġenju.

4.2. *It-tnixxif*

4.2.1. *Affaraijiet ta' l-għalf ta' xort' oħra minn dawk li jaqgħu taħt 4.2.2 u 4.2.3*

Iżen kontenitur (3.3) bl-għatu tiegħu sa l-eqreb 0.5 mg. Iżen fil-kontenitur peżat, sa l-eqreb 1 mg, madwar 5 g tal-kampjun u xerred b'mod unit. Qiegħed il-kontenitur, mingħajr l-għatu tiegħu, fil-forn imsaħħan minn qabel sa 103 °C. Sabiex it-temperatura tal-forn tinżamm milli tinżel ħafna, introduċi l-kontenitur malajr kemm jista' jkun. Ħallih jinxef għal erba' siegħat ikkalkolati mill-ħin meta t-temperatura tal-forn terġa' lura għal 103 °C. Issostitwixxi l-għatu fuq il-kontenitur, neħħi l-kontenitur mill-forn, ħallih jiksaħ għal madwar 30 sa 45 minuta f'dessikatur (3.6) u iżen sa l-eqreb 1 mg.

Għall-għalf komposti b'mod predominanti minn żjut u xaħmijiet, nixxef fil-forn għal 30 minuta addizzjonali f' 30 °C. Id-differenza bejn iż-żewġ piżijiet m'għandhiex teċċedi 0.1 % tal-kontenut niedi.

4.2.2. *Ċereali, dqiq, groats u meal*

Iżen kontenitur (3.3) bl-għatu tiegħu sa l-eqreb 0.5 mg. Iżen fil-kontenitur peżat, sa l-eqreb 1 mg, madwar 5 g tal-kampjun u xerred b'mod unit. Qiegħed il-kontenitur, mingħajr l-għatu tiegħu, fil-forn imsaħħan minn qabel sa 103 °C. Sabiex it-temperatura tal-forn tinżamm milli tinżel ħafna, introduċi l-kontenitur malajr kemm jista' jkun. Ħallih jinxef għal sagħtejn ikkalkolati mill-ħin meta t-temperatura tal-forn terġa' lura għal 103 °C. Issostitwixxi l-għatu fuq il-kontenitur, neħħi l-kontenitur mill-forn, ħallih jiksaħ għal madwar 30 sa 45 minuta f'dessikatur (3.6) u iżen sa l-eqreb 1 mg.

4.2.3. *L-għalf kompost li jikkontjeni iktar minn 4 % sukrosju jew lattosju: l-għalf bħall-ħarrub, prodotti idrolizzati taċ-ċereali, żerriegħa tax-xgħir, biċċiet imnixxfa tal-pitravi, solubili tal-ħut u taz-zokkor; l-għalf kompost li jikkontjenu iktar minn 25 % minerali inkluż l-ilma tal-kristallizzazzjoni.*

Iżen kontenitur (3.3) bl-għatu tiegħu sa l-eqreb 0.5 mg. Iżen fil-kontenitur peżat, sa l-eqreb 1 mg, madwar 5 g tal-kampjun u xerred b'mod unit. Qiegħed il-kontenitur, mingħajr l-għatu tiegħu, fil-forn vakwu (3.5) imsaħħan sa bejn 80 °C u 85°C. Sabiex it-temperatura tal-forn tinżamm milli tinżel ħafna, introduċi l-kontenitur malajr kemm jista' jkun.

Niżżel il-pressjoni sa 100 Torr u ħallih joqgħod għal erba' siegħat f'din il-pressjoni, jew f'kurrent ta' arja taħraq, niexfa jew bl-użu ta' aġent li jnixxef (madwar 300g għal 20 kampjun). Fis-sitwazzjoni ta' l-aħħar, skunnetta l-pompa tal-vakwu meta l-pressjoni preskritta tintlaħaq. Ikkalkula l-ħin ta' tnixxif mill-mument li fih it-temperatura tal-forn terġa' lura għal 80 °C to 85 °C. B'attenzjoni ġib il-forn lura għall-pressjoni atmosferika. Iftaħ il-forn, qiegħed l-għatu fuq il-kontenitur immedjatament, neħħi l-kontenitur mill-forn, ħallih joqgħod għal 30 sa 45 minuta f'dessikatur (3.6) u iżen sa l-eqreb 1 mg. Nixxef għal 30 minuta oħra fi-forn vakwu f' 80 °C sa 85 °C u erġa' iżen. Id-differenza bejn iż-żewġ piżijiet m'għandhiex teċċedi 0.1 % tal-kontenut niedi.

4.3. *Tnixxif preliminari*

4.3.1. *L-għalf ta' xort' oħra minn dawk li jaqgħu taħt 4.3.2*

Affaraijiet ta' l-għalf solidi b'kontenut għoli niedi li jagħmel it-tħin diffiċli għandu jiġi soġġett għal tnixxif preliminari kif ġej:

Iżen 50 g tal-kampjun mhux magħsur sa l-eqreb 10mg (l-għalf ikkumpressat jew agglomerat jista' jiġi maqsum fuq fuq jekk neċessarju) f'kontenitur xieraq (e.ż. platt ta' l-aluminju 20 x 12 ċm *aluminium plate* b'xifer ta' 0.5 ċm). Ħallih jinxef f'forn minn 60 °C sa 70 °C sakemm il-kontenut niedi jitnaqqas għal bejn 8 % u 12 %. Neħħi mill-forn, ħallih jiksaħ mikxuf fil-laboratorju għal siegħa u iżen sa l-eqreb 10 mg. Għasar immedjatament kif indikat f' 4.1.1 u nixxef kif indikat f' 4.2.1 jew 4.2.3 skond in-natura ta' l-oġġett ta' l-għalf.

4.3.2. *Ċereali*

Żerriegħa b'kontenut niedi ta' iktar minn 17 % għandha tiġi suġġetta għal tnixxif preliminari kif ġej:

Iżen 50 g żerriegħa mhux mitħuna sa l-eqreb 10 mg f'kontenitur xieraq (e.ż. platt ta' l-aluminju 20 x 12 ċm b'xifer ta' 0.5ċm). Ħallih jinxef għal 5 sa 7 minuti f'forn madwar 130 °C. Neħħi mill-forn, ħallih jiksaħ mikxuf fil-laboratorju għal sagħtejn u iżen sa l-eqreb 10 mg. Itħan immedjatament kif indikat f' 4.1.2 u nixxef kif indikat f' 4.2.2).

5. **Il-Kalkolu tar-riżultati**

Il-kontenut niedi, bħala perċentwali tal-kampjun, huwa kkalkolat billi tintuża l-formula li ġejja:

5.1. *Tnixxif mingħajr tnixxif preliminari*

$$(E-m)\times\frac{100}{E}$$

fejn:

E = il-massa inizjali, fi grammi, tal-kampjun tat-test,

m = massa, fi grammi, tal-kampjun tat-test niexef.

5.2. *Tnixxif mingħajr tnixxif preliminari*

$$\left[\frac{(M'-m)M}{M'}+E-M\right]\times\frac{100}{E}=100\left(1-\frac{Mm}{EM'}\right)$$

fejn:

E = il-massa inizjali, fi grammi, tal-kampjun tat-test,

M = massa, fi grammi, tal-kampjun tat-test wara tnixxif preliminari,

M' = massa, fi grammi, tal-kampjun tat-test wara tagħsir jew tħin,

M = massa, fi grammi tal-kampjun niexef tat-test

5.3. *Ir-rata ta' repetizzjoni*

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet paralleli mwettqa fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi 0.2 % tal-kontenut niedi.

6. **L-Osservazzjoni**

Jekk it-tagħsir ikun neċessarju u anke jekk dan jidher li jaltera l-kontenut niedi tal-prodott ir-riżultati ta' l-analiżi tal-komponenti ta' l-għalf għandhom jiġu korretti fuq il-bażi tal-kontenut niedi tal-kampjun fl-istat inizjali tiegħu.

II. ID-DETERMINAZZJONI TA' BAŻIJIET VOLATILI TAN-NITROĠENU

A. Il-MIKRODIFFUŻJONI

1. **L-Iskop u l-qasam ta' l-applikazzjoni**

Dan il-metodu jagħmlu possibbli li jiġi determinat il-kontenut ta' bażijiet volatili tan-nitroġenu, espressi bħala ammonja, fl-għalf.

2. **Il-Prinċipju**

Il-kampjun huwa estratt bl-ilma u s-soluzzjoni hija kkjarifikata u ffiltrata. Il-bażijiet volatili tan-nitroġenu huma spustjati bil-mikrodiffużjoni bl-użu ta' soluzzjoni ta' karbonat tal-potassju, miġbur f'soluzzjoni ta' aċidu boriku u titrat b'aċidu tal-kubrit.

3. **Ir-Riaġenti**

3.1. 20 % (w/v) soluzzjoni ta' aċidu trikloroaċetiku.

3.2. L-Indikatur: ħoll 33 mg bromokresol aħdar u 65 mg metil aħmar f' 100 ml ta' 95 % -96 % (v/v) etanol.

3.3. Is-soluzzjoni ta' l-aċidu Boriku: fi fjasketta ggradwata ta' 1 litru ħoll 10g aċidu boriku A.R. f' 200 ml ta' 95 % -96 % (v/v) etanol u 700 ml ilma. Żid 10 ml ta' l-indikatur (3.2.). Ħallat u, jekk neċessarju, aġġusta l-kulur tas-soluzzjoni għal aħmar ċar billi tiżdied soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju. 1 ml ta' din is-soluzzjoni tiffissa massimu ta' 300 mg ta' NH_3

3.4. Soluzzjoni saturata tal-karbonat tal-potassju: ħoll 10 Og karbonat tal-potassju A.R. f' 100 ml ilma jagħli. Ħallih jiksaħ, iffiltra.

3.5. Aċidu tal-Kubrit 0.02 N.

4. **L-Apparat**

4.1. *Mixer* (tumbler): bejn wieħed ieħor 35 sa 40 r.p.m.

4.2. Ċelloli tal-ħġieġ jew tal-plastik Conway (ara t-tpinġija).

4.3. Mikroburetti ggradwati f'1/100 ml.

5. **Il-Proċedura**

Iżen 10 g ta' kampjun sa l-eqreb 1 mg u qiegħed ma' 100 ml ilma fi fjasketta ggradwata ta' 200 ml. Ħallat fit-*tumbler* għal 30 minuta. Żid 50 ml ta' soluzzjoni ta' aċidu trikloroaċetiku (3.1), żid sal-volum bl-ilma, ħawwad vigorosament u ffiltra minn karta mmewġa.

Bl-użu ta' pipetta, introduċi 1 ml soluzzjoni ta' aċidu boriku (3.3) fil-parti ċentrali taċ-ċellola Conway u 1 ml tal-kampjun iffiltrat fil-parti ta' fuq taċ-ċellola. Kopri parzjalment bl-għatu bix-xaħam. Ferra 1 ml tas-soluzzjoni tal-karbonat tal-potassju saturat (3.4) malajr fil-parti ta' fuq u għalaq l-għatu sabiex iċ-ċellola hija ssiġillata kontra l-arja. Dawwar iċ-ċellola b'attenzjoni fi pjan orizzontali sabiex iż-żewġ riaġenti jitħalltu. Ħalliha inkubata jew għal mill-inqas erba' sigħat fit-temperatura tal-kamra jew għal siegħa f' 40 °C.

Bl-użu ta' mikroburetta (4.3), ittitra l-bażijiet volatili fis-soluzzjoni ta' aċidu boriku bl-aċidu tal-kubrit 0.02 N (3.5).

Wettaq *blank test* bl-użu ta' l-istess proċedura imma mingħajr kampjun li għandu jiġi analizzat.

6. **Il-Kalkolu tar-riżultati**

1 ml H_2SO_4 0.02 N jikkorrispondi għal 0.34 mg ammonja.

Esprimi r-riżultat bħala perċentwali tal-kampjun.

Ir-rata ta' repetizzjoni

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet paralleli mwettqa fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi.:

10 %, f'valur relattiv, għal kontenuti ta' l-ammonja ta' inqas minn 1.0 %;

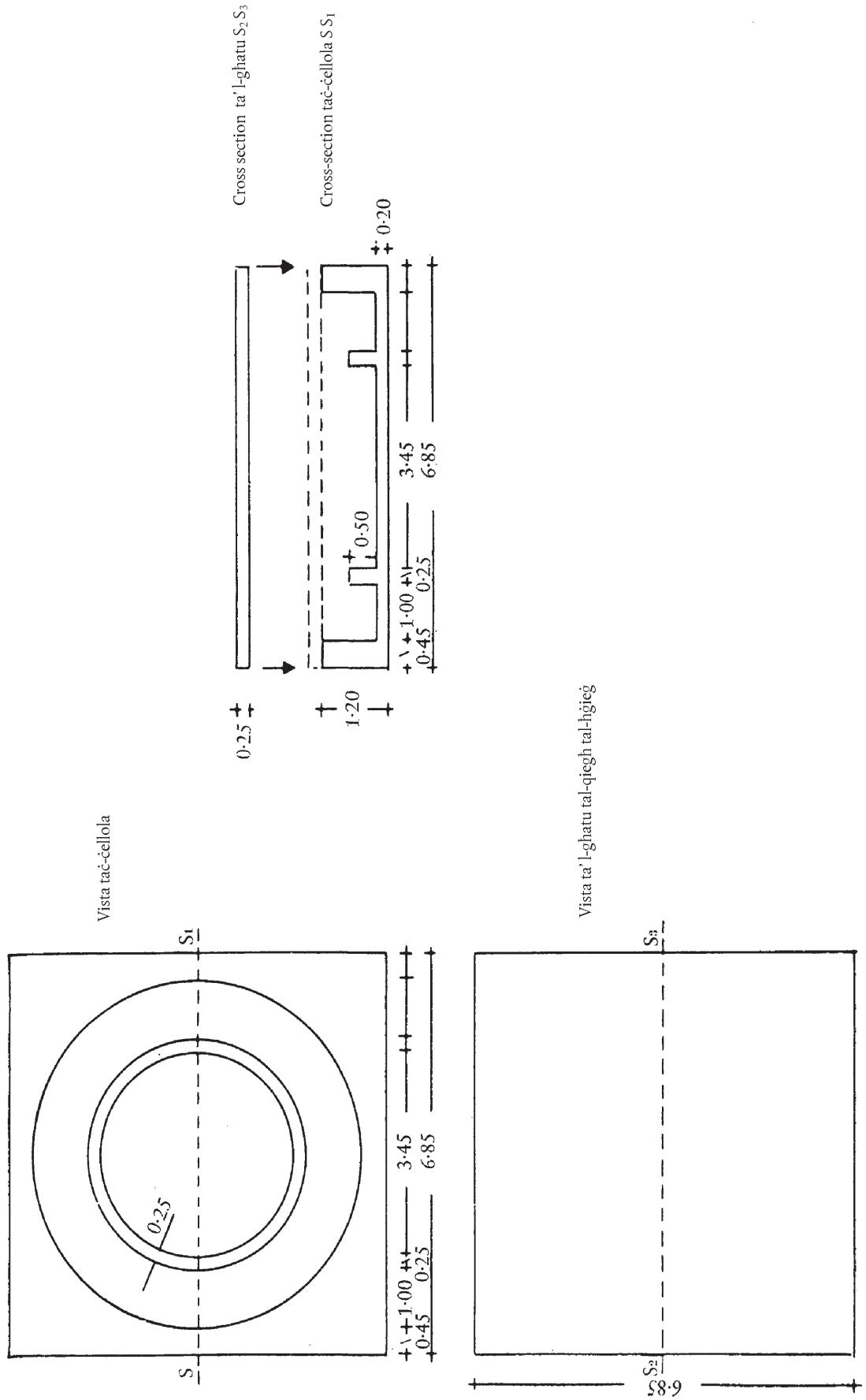
0.1 %, f'valur assolut, għal kontenuti ta' l-ammonja ta' 1.0 % jew iktar.

7. **L-Osservazzjoni**

Jekk il-kontenut ta' l-amonja tal-kampjun jeċċedi 0.6 %, iddiluwixxi l-filtrat inizjali.

ĊELLULA CONWAY

Skala 1/1



B. BID-DISTILLAZZJONI

1. **L-Iskop u l-qasam ta' l-applikazzjoni**

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi determinat il-kontenut ta' bażijiet volatili tan-nitroġenu, espress bħala ammonja, f'għalf tal-ħut li ma jikkontjeni prattikament ebda urea. Huwa applikabbli biss għal kontenuti ta' l-ammonja ta' inqas minn 0.25 %.

2. **Il-Prinċipju**

Il-kampjun huwa estratt bl-ilma u s-soluzzjoni kjarifikata u ffiltrata. Il-bażijiet volatili tan-nitroġenu huma spustjati fil-punt ta' togħlija billi jiżdied l-ossidu tal-manjesju u miġbura fi kwantità speċifika ta' aċidu tal-kubrit, li l-eċċess tiegħu huwa titrat lura b'soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju.

3. **Ir-Riaġenti**

3.1. 20 % (w/v) soluzzjoni ta' aċidu trikloroaċetiku.

3.2. Ossidu tal-manjesjuA.R.

3.3. Emulsjoni li ma tagħmilx rawa (e.ż. silicone).

3.4. Aċidu tal-kubrit 0.1 N.

3.5. Soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju 0.1 N.

3.6. 0.3 % (w/v) soluzzjoni tal-metil aħmar f' 95 % -96 % (v/v) etanol.

4. **L-Apparat**

4.1. Mixer (tumbler): bejn wieħed u ieħor 35 sa 40 r.p.m.

4.2. Apparat ta' distillazzjoni tat-tip *Kjeldahl*.

5. **Il-Proċedura**

Iżen 10 g ta' kampjun sa l-eqreb 1 mg u qiegħed ma' 100 ml ilma fi fjasketta ggradwata ta' 200 ml. Ħallat fit-*tumbler* għal 30 minuta. Żid 50 ml ta' soluzzjoni ta' aċidu trikloroaċetiku (3.1), żid sal-volum bl-ilma, ħawwad vigorosament u ffiltra minn karta mmewġa.

Ħu kwantità ta' filtrat ċar approprjat għall-kontenut presunt ta' bażijiet volatili tan-nitroġenu (100ml huwa s-soltu addattat). Iddiluwixxi sa 200 ml u żid 2 ossidu tal-manjesju (3.2) u ftit qtar ta' emulsjoni li ma tagħmilx rawa (3.3). Is-soluzzjoni għandha tkun *alkaline* għal karta tat-tornasol inkella żid ftit ossidu tal-manjesju (3.2). Iddistilla madwar 150 ml tas-soluzzjoni fl-apparat Kjeldahl u iġbor id-distillat fi fjasketta Erlenmeyer li tikkontjeni volum imkejjel bl-eżatt (25 sa 50 ml) aċidu tal-kubrit 0.1 N (3.4). Waqt id-distillazzjoni, evita sħana żejda tal-ġnub. Għalli s-soluzzjoni ta' l-aċidu tal-kubrit għal żewġ minuti, kessaħha u titra lura l-eċċess ta' l-aċidu tal-kubrit bis-soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju 0.1 N (3.5) fil-preżenza ta' l-indikatur metil aħmar (3.6).

Wettaq *blank test* bl-użu ta' l-istess proċedura imma mingħajr kampjun li għandu jiġi analizzat.

6. **Il-Kalkolu tar-riżultati**

1 ml ta' H_2SO_4 0.1 N jikkorrispondi għal 1.7 mg ammonja.

Esprimi r-riżultat bħala perċentwali tal-kampjun.

Ir-rata ta' repetizzjoni

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet paralleli mwettqa fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi, f'valur relattiv, 10 % ammonja.

III. ID-DETERMINAZZJONI TAL-FOSFRU TOTALI

METODU FOTOMETRIKU

1. **L-Iskop u l-qasam ta' l-applikazzjoni**

Dan il-metodu jippermetti li jiġi determinat il-kontenut tal-fosforu totali fl-għalf. Huwa partikolarment approprjat għall-analiżi ta' prodotti baxxi fil-fosfru. F'ċerti każijiet (prodotti b'ħafna fosfru), metodu gravimetriku jista' jiġi użat.

2. **Il-Prinċipju**

Il-kampjun huwa mineralizzat, jew b'kombustjoni niexfa (fil-każ ta' għalf organiċi) jew b'diġestjoni ta' aċidu (fil-każ ta' koposti minerali u l-għalf likwidi), u mqiegħda f'soluzzjoni ta' aċidu. Is-soluzzjoni hija trattata b'riaġent molybdovanadate. Id-densità ottika tas-soluzzjoni s-safra hekk iffurmata hija mkejla fin spektrofotometru f' 430 nm.

3. **Ir-Riaġenti**

3.1. Il-Karbonat tal-kalċju A.R.

3.2. L-Aċidu idrokloriku A.R., d: 1.1 (bejn wieħed u ieħor 6 N).

3.3. Aċidu nitriku A.R., d: 1.045.

3.4. Nitric aċidu A.R., d: 1.38 sa 1.42.

3.5. Aċidu tal-kubrit A.R., d: 1.84.

3.6. Aġent *Molybdovanadate*: ħallat 200 ml soluzzjoni *heptamolybdate* ta' l-ammonju (3.6.1), 200 ml soluzzjoni *monovanadate* ta' l-ammonju (3.6.2) u 134 ml aċidu nitriku (3.4) fi fjasketta tal-litru ggradwata. Żid sal-volum bl-ilma.

3.6.1. Soluzzjoni *heptamolybdate* ta' l-ammonju: ħoll f'ilma jaħraq 100 g *heptamolybdate* ta' l-ammonju A.R.

$(NH_4)\ 6Mo_7 0_{24}{\cdot}4H_2O$. Żid 10 ml ammonja (d: 0791) u żid sa litru bl-ilma.

3.6.2. Soluzzjoni *monovanadate* ta' l-ammonju: 2 735 g *monovanadate* ta' l-ammonju A.R. NH_4VO_3 ħoll f' 400 ml ilma jaħraq. Waqt li tħawwad kontinwament, żid bil-mod 20ml aċidu nitriku ddiluwit (7 ml HNO_3 (3.4) + 13 ml H_2O u żid sa litru bl-ilma.

3.7. Soluzzjoni standard ta' 1 mg fosfru għal kull ml: ħoll 47 387 g fosfat tal-potassju tad-didroġenu A.R. KG_2PO_4 fl-ilma. Żid sa litru bl-ilma.

4. **L-Apparat**

4.1. Griġjoli tas-silika jew tal-porċellana għall-irmied.

4.2. Fuklar elettriku bit-termostat stabbilit f' 550 °C.

4.3. 250 ml fjasketta *Kjeldahl*.

4.4. Fjasketti ggradwati u pipetti ta' preċiżjoni.

4.5. Spektrofotometru.

4.6. *Test tubes* madwar 16mm fid-djametru, b'tappijiet gradati għal dijametru ta' 14.5 mm; kapaċità: 25 sa 30 ml.

5. **Il-Proċedura**

5.1. *Il-preparazzjoni tas-soluzzjoni*

Skond in-natura tal-kampjun, ipprepara soluzzjoni kif indikat f' 5.1.1 jew 5.1.2.

5.1.1. *Il-proċedura tas-soltu*

Iżen 1 g jew iktar tal-kampjun sa l-eqreb 1 mg. Qiegħed il-kampjun tat-test fi fjasketta *Kjeldahl*, żid 20ml aċidu tal-kubrit(3.5), ħallat sabiex is-sustanza tiġi kompletament imprenjata bl-aċidu u sabiex tippreveniha milli teħel mal-ġnub tal-fjasketta, saħħan u żommha fil-punt tat-togħlija għal 10 minuti. Ħalliha tiksaħ kemm kemm, żid 2 ml ta' aċidu nitriku (3.4), saħħan bil-mod, ħalliha tiksaħ kemm kemm, żid ftit iktar aċidu nitriku (3.4) u erġa għalli. Irrepeti din il-proċedura sakemm tottjeni soluzzjoni mingħajr kulur. Kessaħ, żid ftit ilma, ferra l-likwidu fi fjasketta ggradwata b'500ml, u laħlaħ fil-fjasketta *Kjeldahl* b'ilma sħun. Ħalliha tiksaħ, żid sal-volum bl-ilma, oġeniżżhom u ffiltra.

5.1.2. *Kampjuni li jikkontjenu sustanzi organiċi u ħielsa minn fosfati didroġeni tal-kalċju u tal-manjesju.*

Iżen madwar 2.5 g tal-kampjun sa l-eqreb 1 mg f'griġjol ta' l-irmied. Ħallat il-kampjun tat-test sakemm jagħqad kompletament ma' 1g tal-karbonat tal-kalċju (3.1). Ħallih għal irmied fil-forn f' 550 °C ± 5 °C sakemm jiġi realizzat irmied abjad jew griż (ftit faħam ma jimpurtax). Ittrasferixxi l-irmied għal *beaker* ta' 250 ml. Żid 20 ml ilma u aċidu idrokloriku (3.2) sakemm jieqaf il-gass. Żid 10ml iktar ta' aċidu idrokloriku (3.2). Qiegħed il-*beaker* f'banju tar-ramel u evapora sakemm niexef biex issilika issir insolubili. Erġa' ħoll ir-residwu f'10ml aċidu nitriku (3.3) u għalli bil-banju tar-ramel għal 5 minuti mingħajr ma jevapora sakemm niexef. Ferra l-likwidu fi fjasketta ggradwata ta' 500 ml, u laħlaħ il-beaker diversi drabi b'ilma shun. Ħallih jiksaħ, żid sal volum bl-ilma, omoġenizza u ffiltra.

5.2. *L-iżvilupp tal-kolorazzjoni u l-kejl tad-densità ottika*

Iddiluwixxi parti ta' alikwot tal-filtrat ottenuta b' 5.1.1 or 5.1.2 sabiex tikseb konċentrazzjoni tal-fosfru ta' mhux iktar minn 40 mg/ml. Qiegħed 10 ml ta' din is-soluzzjoni f'*test tube* (4.6) u żid 10 ml tar-riaġent tal-*molybdovanadate* (3.6). Omoġenizza u ħallih joqgħod għal mill-inqas 10 minuti f'20°C. Kejjel id-densità ottika fi spettrofotometru f' 430 nm kontra soluzzjoni miksuba billi żżid 10 ml tar-riaġent tal-*molybdovanadate* (3.6) sa 10 ml ilma.

5.3. *Il-kurva ta' kalibrazzjoni*

Mis-soluzzjoni *standard* (3.7) ipprepara soluzzjonijiet li jikkontjenu rispettivament 5, 10, 20, 30 u 40 mg ta' fosfru għal kull ml. Ħu 10 ml minn kull waħda minn dawn is-soluzzjonijiet u żid magħhom 10 ml ta' l-aġent tal-*molybdovanadate* (3.6). Omoġenizza u ħallih joqgħod għal mill-inqas 10 minuti f' 20°C. Kejjel id-densità ottika kif indikat f' 5.2.

Segwi l-kurva ta' kalibrazzjoni billi tpinġi d-densitajiet ottiċi kontra l-kwantitajiet korrispondenti ta' fosfru. Għal konċentrazzjonijiet bejn 0 u 40 mg/ml, il-kurva tkun lineari.

6. **Il-Kalkolu tar-riżultati**

Iddetermina l-ammont tal-fosfru fil-kampjun tat-test billi tuża l-kurva ta' kalibrazzjoni.

Esprimi r-riżultat bħala perċentwali tal-kampjun.

Ir-rata ta' repetizzjoni

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet paralleli mwettqa fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi.:

3 %, f'valur relattiv, għal kontenuti tal-fosfru ta' inqas minn 5 %;

0.15 %, f'valur assolut, għal kontenuti tal-fosfru ta' 5 % jew iktar.

IV. **ID-DETERMINAZZJONI TA' ŻJUT U XAĦMIJIET KRUDI**

1. **L-iskop u l-qasam ta' l-applikazzjoni**

Dan il-metodu jagħmlu possibbli li jiġi determinat il-kontenut ta' żjut u xaħmijiet krudi fl-għalf. Ma jkoprix l-analiżi taż-żrieragħ taż-żejt u frott oleaġinuż definit fir-Regolament tal-Kunsill 136/66/KEE tat-22 ta' Settembru 1966. Id-determinazzjoni tal-kontenut taż-żejt ta' dawk il-prodotti hija deskritta fl-Anness V mar-Regolament tal-Kummissjoni (KEE) Nru 1470/68 tat-23 ta' Settembru 1968.

Waħda miż-żewġ metodi li ġejjin tista' tintuża, jiddependi min-natura ta' l-għalf.

1.1. *Il-Metodu A* (estrazzjoni bl-eteru): applikabbli għall-għalf kolu ta' xorta oħra minn dak li jaqa' taħt 1.2

1.2. *Il-Metodu B*: Applikabbli għal għalf li minnu żjut u xaħmijiet ma jistgħux jiġu estratti totalment b'dietil jew mingħajr idrolisi minn qabel, għal għalf ta' oriġini mill-annimali, glutina, polpa niexfa tal-patata, qtar ta' fdal u skart niexef minn proċess ta' l-għamil tal-birra u ta' distillazzjoni, ħmira niexfa, skart minn gallettini, ħobż u ikel imsajjar, prodotti tal-ħalib u għalf li jinstabu fi proporzjon għoli ta' dawn il-prodotti (mill-inqas 40 %) u għal għalf kompost mogħtija xaħmijiet.

2. **Il-Prinċipju**

2.1. *Il-Metodu A*: Iż-żjut u x-xaħmijiet huma estratti bl-eteru tad-dietil. Is-solvent hu ddistillat u r-residwu mnixxef u peżat.

2.2. *Il-Metodu B*: Il-kampjun hu idrolizzat meta jaħraq b'aċidu idrokloriku. Is-soluzzjoni hi mkessħa u ffiltrata. Ir-residwu hu maħsul u mnixxef u estratt bl-eteru tad-dietil bl-użu tal-Metodu A.

3. **Ir-Riaġenti**

3.1. Eteru anidridu tad-dietil, d: 0.720, B.P.: 34.5 °C, virtwalment liberu minn perossidi

3.2. Sulfat anidridu tas-sodju A.R.

3.3. Aċidu idrokloriku 3N.

3.4. Assistenza għall-filtrazzjoni, e.ż. Kieselgur, Hyflo-supercel.

3.5. Tetraklorur tal-Karbonju A.R.

4. **L-Apparat**

4.1. Estrattur tat-tip Soxhlet jew apparat ekwivalenti.

4.2. Apparat tas-sħana li jipprevjeni kontra l-isplużjoni bil-kontroll tat-temperatura.

4.3. Forn vakwu li jnixxef (inqas minn 100 Torr).

5. **Il-Proċedura**

5.1. *Il-Metodu A: (ara 7.1)*

Iżen 5 g tal-kampjun sa' l-eqreb 1 mg u ħallat ma' 2 g sa 3 g (jew iktar, jekk neċessarju) ta' sulfat anidridu tas-sodju (3.2). Qiegħed it-taħlita f'ħolqa ta' estrazzjoni libera minn żjut u xaħmijiet u kopri b'biċċa tajjara ħielsa mix-xaħam. (It-taħlit jista' jitwettaq fil-ħolqa)

Qiegħed il-ħolqa f'estrattur (4.1) u għamel l-estrazzjoni għal sitt sigħat b'eteru tad-dietil (3.1). Jekk huwa użat estrattur tat-tip Soxhlet, irregola s-sħana sabiex tottjeni mill-inqas 15-il *siphonings* fis-siegħa. Iġbor l-estratt ta' l-eteru fi fjasketta, niexfa, peżata li tikkontjeni biċċiet ta' ġebla ħaffiefa [1].

Iddistilla l-eteru u nixxef ir-residwu ta' evaporazzjoni għal siegħa u nofs fil-forn li jnixxef bil-vakwu (4.3) f' 75 °C. Kessaħ f'dessikatur u iżen. Erġa' nixef għal 30 minuta sabiex tassigura li l-piż taż-żejt u xaħam jibgħqu kostanti (telf fil-piż għandu jkun inqas minn 1 mg).

5.2. *Il-Metodu B*

Iżen 2.5 g tal-kampjun sa l-eqreb 1 mg (ara 7.2) u qiegħed f'*beaker* ta' 400 ml jew fjasketta Erlenmeyer ta' 300 ml. Żid 100 ml aċidu idrokloriku 3 N (3.3) u biċċiet ta' ġebla ħaffiefa. Kopri l-*beaker* b'*watch glass* jew mal-fjasketta *Erlenmeyer* waħħal reflux *condenser*. Għalli t-taħlita bil-mod fuq fjamma baxxa jew *hot plate* u żommha hekk għal siegħa. Tħallix il-prodott jeħel mal-ġnub tal-kontenitur.

[1] Meta ż-żejt jew ix-xaħam ikollu jgħaddi testijiet sussegwenti, issostitwixxi l-biċċiet tal-ġebla ħaffiefa b'żibeġ tal-ħġieġ.

Kessaħ u żid kwantità ta' assistenza ta' filtrazzjoni (3.4) biżżejjed biex tipprevjeni xi telf ta' żejt u xaħam tul il-filtrazzjoni. Iffiltra minn karta filtru doppja, niedja, ħielsa mix-xaħam. Aħsel ir-residwu f'ilma kiesaħ sakemm ir-reazzjoni ta' l-aċidu tkun waqfet. Ikkontrolla li l-filtrat ma jikkontjenix xi żejt jew xaħam. Il-preżenza tagħhom fil-filtrat tindika li l-kampjun għandu jiġi estratt b'eteru tad-*dietil*, bl-użu tal-metodu mogħti f'5.1, qabel l-idrolisi.

Qiegħed il-karta filtru doppja li tikkontjeni r-residwu fuq *watch glass* u nixxef għal siegħa u nofs fil-forn f' 95 °C sa 98 °C.

Qiegħed il-karta tal-filtru doppja u nixxef ir-residwu f'ħolqa ta' estrazzjoni, għamel l-estrazzjoni b'eteru tad-*dietil* u pproċedi kif indikat fit-tieni paragrafu ta' 5.1.

6. **Il-kalkolu tar-riżultati**

Esprimi r-riżultat bħala perċentwali tal-kampjun.

Ir-rata ta' repetizzjoni

Id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet paralleli mwettqa fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi 0.3 % taż-żejt jew tax-xaħam.

7. **L-Osservazzjonijiet**

7.1. Għal prodotti b'kontenut għoli ta' żjut u xaħmijiet u li huma diffiċli biex tagħsar jew mhux xierqa biex jittieħed minnhom kampjun tat-test imnaqqas u omoġenju, ipproċedi kif ġej. Iżen 20 g tal-kampjun sa l-eqreb 1 mg u ħallat b' 10g jew iktar tas-sulfat tas-sodju anidridu (3.2). Għamel l-estrazzjoni bl-eteru tad-*dietil* (3.1) kif indikat f' 5.1. Żid l-estratt ottenut għal 500 ml b'tetraklorur tal-karbonju (3.5) u omoġenizza. Ħu 50 ml tas-soluzzjoni u qiegħed fi fjasketta żgħira, niexfa, peżata li tikkontjeni biċċiet ta' ġebla ħaffiefa ([1]). Iddistilla s-solvent, nixxef u pproċedi kif indikat fl-aħħar paragrafu ta' 5.1. Elimina s-solvent mir-residwu ta' l-estrazzjoni li baqa' fil-ħolqa u għasar ir-residwu għal irquqija ta' 1mm. Raġġa' lura l-prodott għall-ħolqa ta' estrazzjoni (iżżidx is-sulfat tas-sodju), għamel l-estrazzjoni b'eteru tad-*dietil* u pproċedi kif indikat fit-tieni u t-tielet paragrafi ta' 5.1

Ikkalkula r-riżultat bħala perċentwali tal-kampjun, billi tieħu kont tal-parti alikwot użat għall-ewwel estrazzjoni, billi tuża l-forumla li ġejja:

$$(10\,a + b) \times 5$$

fejn:

a = estratt ta' l-eteru, fi grammi, tal-parti alikwot wara l-ewwel estrazzjoni;

b = estratt eteru, fi grammi, wara t-tieni estrazzjoni.

7.2. Għal prodotti baxxi fi żjut u xaħmijiet il-kampjun tat-test jista' jiżdied għal 5 g.

([1]) Meta ż-żejt jew ix-xaħam ikollu jgħaddi testijiet sussegwenti, issostitwixxi l-biċċiet tal-ġebla ħaffiefa b'żibeġ tal-ħġieġ.