31979L1067

24.12.1979 *IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ* L 327/29

# L-EWWEL DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI

## tat-13 ta' Novembru 1979

## li tistabbilixxi metodi tal-Komunità ta' analiżi għal testijiet ta' ċertu ħalib ippriservat parzjalment jew kompletament deħidrat għall-konsum uman

(79/1067/kee)

Il-K1ummissjoni tal-Komunitajiet Ewropej,

Wara li kkunsidrat it-trattat li jistabbilixxi l-Komunità Ekonomika Ewropea,

Wara li kkunsidrat id-direttiva tal-Kunsill 76/118/KEE tat-18 ta' Diċembru 1975 dwar l-approsimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri rigward ċertu ħalib ippriservat parzjalment jew kompletament deħidrat għal konsum uman [1], u partikolarment l-artikolu 11 tagħha,

Billi taħtartikolu 11 tad-direttiva 76/118/KEE, il-kompożizzjoni ta' ċertu ħalib ippreservat parzjalment jew kompletament deħidrat hija meħtieġa li tkun verifikata b'metodi ta' analiżi tal-Komunità;

Billi huwa mixtieq li jkunu adottati serje inizjali ta' metodi li fir-rigward tagħhom studji kienu ġew finalizzati;

Billi l-miżuri provduti f'din id-direttiva huma bi qbil ma' l-opinjoni tal-kumitat permanenti għal oġġetti ta' l-ikel,

Adottat din id-direttiva:

*Artikolu 1*

Stati membri għandhom jieħdu l-miżuri kollha meħtieġa biex jiżguraw li l-analiżi meħtieġa għall-verifika tal-kriterji provduti fl-anness i ikunu mwettqa bi qbil ma' l-metodi deskritti fl-anness ii.

*Artikolu 2*

Fejn metodi alternattivi għal determinazzjoni waħdanija huma speċifikati, il-kampjun jista' jkun analizzat bi kwalunkwe metodu. Ir-rapport tat-test li hemm referenza għalih fl-anness ii irid isemmi l-metodu li jkun ġie użat.

*Artikolu 3*

Stati membri għandhom idaħħlu fis-seħħ il-liġijiet, regolamenti u disposizzjonijiet amministrattivi meħtieġa biex ikunu konformi ma' din id-direttiva fi żmien 18-ilxhar minn notifika tagħha. Għandhom minnufieħ jinfurmaw lill-kummissjoni dwar dan.

*Artikolu 4*

Din id-direttiva hija indirizzata lill-istati membri.

Magħmula fi brussell, Fit-13 ta' novembru 1979.

*Għall-kummissjoni*

Etienne DAVIGNON

*Membru tal-kummissjoni*

[1] ĠU L 24, tat-30.1.1976, p. 49.

*L-ANNESS I*

**Skop ta' l-ewwel direttiva ta' metodi ta' analiżi tal-komunità għal ċertu ħalib ippreservat parzjament jew kompletament priservat**

I. **Disposizzjonijiet ġenerali**

II. **Determinazzjoni ta' materja niexfa fil-:**

— ħalib ikkondensat mhux biz-zokkor b'xaħam għoli (bl-użu ta' metodu 1, l-anness ii).

— ħalib ikkondensat mhux biz-zokkor (bl-użu ta' metodu 1, l-anness ii).

— ħalib ikkondensat mhux biz-zokkor parzjalment xkumat (bl-użu ta' metodu 1, l-anness ii).

— ħalib xkumat ikkondensat mhux biz-zokkor (bl-użu ta' metodu 1, l-anness ii).

— ħalib ikkondensat biz-zokkor (bl-użu ta' metodu 1, l-anness ii).

— ħalib ikkondensat biz-zokkor parzjalment xkumat (bl-użu ta' metodu 1, l-anness ii).

— ħalib xkumat ikkondensat biz-zokkor (bl-użu ta' metodu 1, l-anness ii).

III. **Determinazzjoni ta' umdità fil-:**

— ħalib niexef b'xaħamgħoli jew trab tal-ħalib b'xaħam għoli (bl-użu ta' metodu 2, l-anness ii).

— ħalib komplut niexef jew trab tal-ħalib komplut (bl-użu ta' metodu 2, l-anness ii).

— ħalib niexef parzjalment xkumat jew trab tal-ħalib parzjalment xkumat (bl-użu ta' metodu 2, l-anness ii).

— ħalib niexef xkumat jew trab tal-ħalib xkumat (bl-użu ta' metodu 2, l-anness ii).

IV. **Determinazzjoni ta' xaħam fil-:**

— ħalib ikkondensat mhux biz-zokkor b'xaħam għoli (bl-użu ta' metodu 3, l-anness ii).

— ħalib ikkondensat mhux biz-zokkor (bl-użu ta' metodu 3, l-anness ii).

— ħalib ikkondensat mhux biz-zokkor parzjalment xkumat (bl-użu ta' metodu 3, l-anness ii).

— ħalib xkumat ikkondensat mhux biz-zokkor (bl-użu ta' metodu 3, l-anness ii).

— ħalib ikkondensat biz-zokkor (bl-użu ta' metodu 3, l-anness ii).

— ħalib ikkondensat biz-zokkor parzjalment xkumat (bl-użu ta' metodu 3, l-anness ii).

— ħalib xkumat ikkondensat biz-zokkor (bl-użu ta' metodu 3, l-anness ii).

— ħalib niexef b'xaħam għoli jew trab tal-ħalib b'xaħam għoli (bl-użu ta' metodu 4, l-anness ii).

— ħalib komplut niexef jew trab tal-ħalib komplut (bl-użi ta' metodu 4, l-anness ii).

— ħalib niexef parzjalment xkumat jew trab tal-ħalib parzjalment xkumat (bl-użu ta' metodu 4, l-anness ii).

— ħalib niexef xkumat jew trab tal-ħalib xkumat (bl-użu ta' metodu 4, l-anness ii).

V. **Determinazzjoni ta'** *sucrose* **fil-:**

— ħalib ikkondensat biz-zokkor (bl-użu ta' metodu 5, l-anness ii).

— ħalib ikkondensat biz-zokkor parzjalment xkumat (bl-użu ta' metodu 5, l-anness ii).

— ħalib xkumat ikkondensat biz-zokkor (bl-użu ta' metodu 5, l-anness ii).

VI. **Determinazzjoni ta' aċidu laktiku u laktiċi fil-:**

— ħalib niexef b'xaħam għoli jew trab tal-ħalib b'xaħam għoli (bl-użu ta' metodu 6, l-anness ii).

— ħalib komplut niexef jew trab tal-ħalib komplut (bl-użu ta' metodu 6, l-anness ii).

— ħalib niexef parzjalment xkumat jew trab tal-ħalib parzjalment xkumat (bl-użu ta' metodu 6, l-anness ii).

— ħalib niexef xkumat jew trab tal-ħalib xkumat (bl-użi ta' metodu 6, l-anness ii).

VII. **Determinazzjoni ta' attività ta' fosfataži fil-:**

— ħalib niexef b'xaħam għoli jew trab tal-ħalib b'xaħam għoli (bl-użu ta' metodu 7 jew 8, l-anness ii).

— ħalib komplut niexef jew trab tal-ħalib komplut (bl-użu ta' metodu 7 jew 8, l-anness ii).

— ħalib niexef parzjalment xkumat jew trab tal-ħalib parzjalment xkumat (bl-użu ta' metodu 7 jew 8, l-anness ii).

— ħalib niexef xkumat jew trab tal-ħalib xkumat (bl-użu ta' metodu 7 jew 8, l-anness ii).

*L-ANNESS II*

**METODI TA' ANALIŻI RIGWARD IL-KOMPOSIZZJONI TA' ĊERTI PRODOTTI TAL-ĦALIB PRESERVAT PARZJALMENT JEW KOMPLETAMENT DEĦIDRAT INTENZJONAT GĦALL-KONSUM UMAN**

DISPOSIZZJONIJIET ĠENERALI

1. PREPARAZZJONI TAL-KAMPJUN GĦALL-ANALIŻI KEMIKALI

1.1. **Ħalib ikkondensat mingħajr zokkor b'xaħam għoli**

**Ħalib ikkondensat mingħajr zokkor**

**Ħalib ikkondensat mingħajr zokkor parzjalment xkumat**

**Ħalib ikkondensat mingħajr zokkor xkumat**

Ħawwad u aqleb ta' taħt fuq il-bott magħluq. Iftaħ il-bott u bil-mod ferra' l-ħalib ġo tieni kontenitur li jista' jkun magħluq ermetikament, thawwad billi taqleb ripetutament. Żgura li l-kumplament kollu tax-xaħam u l-ħalib li jkun weħel mal-ġnub u t-trufijiet tal-bott ikunu mħallta mal-kampjun. Aġħlaq il-kontenitur. Jekk il-kontenuti ma jkunux omoġeniji, saħħan il-kontenitur f'banju ta' l-ilma f'40 °C. Ħawwad b'qawwa kull 15-ilminuta. Wara sagħtejn, neħħi l-kontenitur mill-banju ta' l-ilma u ħallieħ jiksaħ għat-temperatura tal-kamra. Neħħi l-għatu u ħawwad sew il-kontenut tal-kontenitur b'mgħarfa jew spatula (jekk ix-xaħam ikun issepara, il-kampjun m'għanux ikun itestjat). Aħżen f'post frisk.

1.2. **Ħalib ikkondensat biz-zokkor**

**Ħalib ikkondensat biz-zokkor parzjalment xkumat**

**Ħalib xkumat ikkondensat biz-zokkor**

Bottijiet: saħħan il-bott magħluq f'banju ta' l-ilma fi 30 sa 40 °C għal ma dwar 30 minuta. Iftaħ il-bott u ħawwad sew il-kontenut bi spatula jew mgħarfa billi tagħmel movimenti l-fuq, l-isfel u irkolari sabiex takkwista taħlita intima tas-saffi ta' fuq u t'isfel mal-kontenut kollhu. Żgura li l-kumplament tal-ħalib li jkun weħel mal-ġnub u t-trufijiet tal-bott ikun inkorporat mal-kampjun. Kemm jista' jkun possibbli, ferra' l-kontenuti ġo tieni kontenitur li jkun ipprovvdut b'għatu li jagħlaq ermetikament. Agħlaq il-kontenitur u aħżen f'post frisk.

Tubi: aqta' t-tarf u ferra' l-kontenut ġo kontenitur li jkun ipprovvdut b'għatu li jagħlaq ermetikament. Imbagħad, aqta t-tubu mit-tul. Imsaħ il-materjal kollu li jkun imwaħħal mal-ġewwieni u ħawwdu b'galbu mal-kumplament tal-kontenuti. Aħżen il-kontenitur f'post frisk.

1.3. **Ħalib niexef b'xaħam għoli jew trab tal-ħalib b'xaħam għoli**

**Ħalib komplut niexef jew trab ta' ħalib komplut**

**Ħalib niexef parzjalment xkumat jew trab ta' ħalib parzjalment xkumat**

**Ħalib xkumat niexef jew trab ta' ħalib xkumat**

Trasferixxi t-trab tal-ħalib ġewwa kontenitur nadif u niexef (b'għatu li jgħalaq ermetikament) ta' kapaċità ta' darbtejn l-volum tat-trab. Agħlaq il-kontenitur immedjatament u ħallat sew it-trab tal-ħalib billi ripetutament tħawwad u taqleb il-kontenitur. Matul il-preparazjoni tal-kampjun, l-esposizzjoni tat-trab tal-ħalib għall-attmosfera għandu jkun evitat kemm jista' jkun possibbli biex jixrob umidità mill-inqas.

2. REAĠENTI

2.1. **Ilma**

2.1.1. Kull fejn hemm referenza għall-ilma għal skopijiet ta' tħollija, tidwib jew għall-ħasil, ilma distillat, jew ilma demineralizzat ta' mill-inqas purità ekwivalenti għandu jkun użat.

2.1.2. Kull meta ssir referenza għal "tħollija", "soluzzjoni" jew "tidwib" mingħajr aktar indikazzjoni, "taħlit fl-ilma", "soluzzjoni fl-ilma" u "tħollija fl-ilma" għandu jkun mifhum.

2.2. **Kemikali**

Il-kemikali kollha wżati għandhom ikunu ta' kwalità ta' reaġent analitiku rikonoxxut ħlief meta jkun hemm speċifikat mod ieħor.

3. TGĦAMIR

3.1. **Lista ta' tgħamir**

Il-listi ta' tgħamir fihom biss dawk l-oġġetti b'użu speċifikat u oġġetti bi speċifikazjoni partikolari.

3.2. **Miżien analitiku**

Miżien analitiku jfisser miżien kapaċi li jiżen mill-anqas 0.1 mg.

4. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

4.1. **Kalkolazzjoni ta' persentaġġi**

Ħlief meta jkun speċifikat mod ieħor, ir-riżultati għandhom ikunu kkalkolati bħala persentaġġ bil-massa tal-kampjun kif akkwistat mil-laboratorju.

4.2. **Numru ta' figuri sinifikanti**

Ir-riżultat m'għandux ikun fih aktar figuri sinifikanti milli huma ġġustifikati bil-preċiżjoni tal-metodu ta' analiżi wżat.

5. RAPPORT TAT-TEST

Ir-rapport tat-test għandu jidentifika l-metodu ta' analiżi wżat kif ukoll ir-riżultati akkwistati. B'żieda, għandu jsemmi d-dettalji kollha tal-proċedura mhux speċifikati fil-metodu ta' analiżi, jew li huma volontarji, kif ukoll xi ċirkostanzi li setgħu kellhom influwenza fuq ir-riżultati akkwistati.

Ir-rapport tat-test għandu jgħati l-informazzjoni kollha meħtieġa għall-identifikazzjoni sħiħa tal-kampjun.

## METODU 1: DETERMINAZZJONI TA' KONTENUT TA' MATERJA NIEXFA

(forn 99 °C)

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddetermina l-kontenut ta' materja niexfa ta':

— ħalib ikkondensat mingħajr zokkor b'xaħam għoli,

— ħalib ikkondensat mingħajr zokkor,

— ħalib ikkondendat mingħajr zokkor parzjalment xkumat,

— ħalib xkumat ikkondensat mingħajr zokkor,

— ħalib ikkondensat biz-zokkor,

— ħalib ikkondensat biz-zokkor parzjalment xkumat,

— ħalib ikkondensat biz-zokkor xkumat.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' materja niexfa ta' ħalibb ikkondensat: il-kontenut ta' materja niexfa kif determint bil-metodu speċifikat.

3. PRINĊIPJU

Ammont magħruf tal-kampjun huwa mdewweb ma' l-ilma, imħallat ma ramel u mnixxef f'temperatura ta 99 °C aktar jew anqas 1 °C. Il-massa wara t-tnixxif hija l-massa tal-materja niexfa u hija kkalkolata bħala persentaġġ bil-massa tal-kampjun.

4. REAĠENTI

Ramel tal-kwartz jew ramel tal-baħar, trattat b'aċidu idrokloriku (daqs tar-ramla): 0.18 sa 0.5 mm, jiġifieri li jgħaddi minn għarbiel ta' 500 *micron sieve* u miżmum minn għarbiel ta' 180 *micron sieve*). Għandu jilħaq dan it-test ta' kontroll li ġej:

Saħħan madwar 25 g ta' ramel għal sagħtejn ġo forn tat-tnixxif (5.3) kif deskritt f'6.1. Sa 6.3. Żid 5 ml ta' ilma, saħħan mill-ġdid fil-forn għal sagħtejn, kessaħ u iżen mill-ġdid. Id-differenza bejn iż-żewġ mases m'għandiex teċċedi 0.5 mg.

Jekk meħtieġ tratta r-ramel b'soluzzjoni ta' 25 % aċidu idrokloriku għal tlett ijiem, tħawwad ta' kull tant. Aħsel bl-ilma sakemm ir-reazjoni ta' l-aċidu tisparixxi jew li l-ilma tal-ħasil ikun ħieles mill-kloridu nixxef fi 160 °C u għamel test mill-ġdid bħal t'hawn fuq.

5. APPARAT

5.1. Miżien analitiku.

5.2. Dixxijiet tal-metal, preferebilment tan-nikil, aluninju jew azzar inossidabbli. Id-dixxijiet għandu ikollhom għotien li jagħlqu sewwa imma li jkunu jistgħu jitneħħew mingħajr tbatija. Qisien xierqa huma: dijametru 60 sa 88 mm u fond ta' ma dwar 25 mm.

5.3. Forn ta' tnixxif ta' pressjoni atmosferika, ivventilat sewwa, termostatitkament ikkontrollat b'temperatura rregolata fi 99 °C aktar jew anqas 1 °C. It-temperatura għandha tkun uniformi matul il-forn kollu.

5.4. Dessikatur, li jkun fih *silica gel* attivata friska b'indiktaur ta' kontenut ta' ilma jew ta' dessikant ekwivalenti.

5.5. Virgi tal-ħġieġ, ċatti minn naħa waħda ta' tul tali li jkunu jistgħu joqgħodu fid-dixxijiet tal-metall (5.2).

5.6. Banju ta' l-ilma, jagħli

6. PROĊEDURA

6.1. Qiegħed madwar 25 g ta' ramel (4) u virga qasira tal-ħġieġ (5.5) f'dixx (5.2).

6.2. Mingħajr ma tgħatti d-dixx u l-kontenut bil-għatu, qiegħed id-dixx, il-kontenut u l-għatu fil-forn (5.3) u saħħan għal madwar sagħtejn.

6.3. Poġġi lura l-għatu u trasferixxi d-dixx fid-dissekatur (5.4). Ħalli jiksaħ għat-temperatura tal-kamra u b'eżatezza iżen lejn l-eqreb 0.1 mg ($m_0$).

6.4. Aqleb ir-ramel lejn naħa waħda tad-dixx. Fl-ispazju vġut introdui madwar 1.5 g tal-kampjun ta' ħalib biz-zokkor ikkondensat u 3.0 g ta' ħalib ikkondensat mingħajr zokkor. Erġa poġġi l-għatu u b'eżatezza iżen lejn l-eqreb 0.1 mg ($m_1$).

6.5. Neħħi l-għatu, żid 5 ml ta' ilma u, bl-għajnuna tal-virga tal-ħġieġ, ħawwad il-likwidi u imbagħad ir-ramel u l-porzjon tal-likwidu. Ħalli l-virga fit-taħlita.

6.6. Qiegħed id-dixx fuq banju ta' l-ilma li jkun jagħli (5.6) sa-kemm l-ilma jkun evapora; dan normalment jieħu madwar 20 minuta. Ħawwad it-taħlita minn ħin għall-ieħor bil-virga biex iżżomm il-massa mimlija bl-arja hekk li meta l-massa tinxef ma ssirx ċappa. Midd il-virga ġewwa d-dixx.

6.7. Qiegħed id-dixx u l-għatu fil-forn għal siegħa u nofs.

6.8. Poġġi lura l-għatu, trasferixxi d-dixx lejn id-dissekatur (5.4), ħalli jiksaħ lejn it-temperatura tal-kamra u b'eżatezza iżen l-eqreb 0.1 mg.

6.9. Poġġi lura d-dixx u l-għatu fil-forn, ikxef id-dixx u saħnu flimkien ma l-għatu għal siegħa oħra.

6.10. Irrepeti l-proċess 6.8.

6.11. Irrepeti l-proċessi deskriti f' 6.9 u 6.10 sakemm id-differenza fil-massa ta' żewġ piżijiet suċċessivi tkun ta' anqas minn 0.5 mg jew sakemm il-massa tiżdied. Jekk żieda fil-massa sseħħ, uża l-massa l-aktar baxxa kif akkwistata fil-kalkolazzjoni (7.1). Ħalli li l-piż finali rreġistrat ikun $m_2$ g.

7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

7.1. **Metodu ta' kalkolazzjoni**

Il-kontenut ta' materja niexfa, ikkalkolat bħala persentaġġ b'massa tal-kampjun, huwa mogħti bi:

$$\frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \times 100$$

Fejn:

$M_0$ = massa, fi g tad-dixx, għatu u ramel wara il-proċess 6.3;

$M_1$ = massa, fi g tad-dixx, għatu, ramel u kampjun wara il-proċess 6.4;

$M_2$ = massa, fi g tad-dixx, għatu, ramel u kampjun niexef wara proċess 6.11.

7.2. **Repetabilità**

Id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet imwettqa simultanjament jew f'segwenza mgħaġla fuq l-istess kampjun, mill-istess analista, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandhiex teċċedi 0.2 g ta' materja niexfa għal kull 100 g tal-prodott.

8. KALKOLAZZJONI TAS-SOLIDI TOTALI FIL-ĦALIB U SOLIDI TAL-ĦALIB BLA XAĦAM

8.1. Il-kontenut totali ta' solidi tal-ħalib ta' ħalib ikkondensat biz-zokkor huwa muri bi:

Materja niexfa totali (akkwistata b'metodu 1, l-anness II) - *sucrose* (akkwistat b'metodu 5, l-anness II).

8.2. Il-kontenut bla xaħam ta' solidi tal-ħalib ta' ħalib ikkondensat biz-zokkor huwa muri bi:

Materja niexfa totali (akkwistata b'metodu 1, l-anness II) - (kontenut *sucrose* akkwistat b'metodu 5, l-anness II) u kontenut ta' xaħam (akkwistat b'metodu 3, l-anness II).

8.3. Il-kontenut bla xaħam ta' solidi ta' ħalib ikkondensat mhux biz-zokkor huwa muri bi:

Materja niexfa totali (akkwistata b'metodu 1, l-anness II) - kontenut ta' xaħam (akkwistat b'metodu 3, l-anness II).

## METODU 2: DETERMINAZZJONI TA' UMDITÀ

(forn 102 °C)

1. Skop u qasam ta' l-applikazzjoni

Dan il-metodu jiddetermina t-telf ta' massa fit-tnixxif ta':

— ħalib niexef b'xaħam għoli jew trab tal-ħalib b'xaħam għoli,

— ħalib komplut niexef jew trab ta' ħalib komplut,

— ħalib niexef parzjalment xkumat jew trab tal-ħalib parzjalment xkumat,

— ħalib xkumat niexef jew trab tal-ħalib xkumat.

2. DEFINIZZJONI

Kontenut ta' umdità: it-telf ta' massa mat-tnixxif kif determinat bil-metodu speċifikat.

3. PRINĊIPJU

Il-massa residwa tal-porzjon tat-test hija ddeterminata wara t-tnixxif fi pressa atmosferika ġo forn fi 102 °C aktar jew anqas 1 °C għal massa konsistenti. It-telf ta' massa huwa kkalkolat bħala persentaġġ b'massa tal-kampjun.

4. APPARAT

4.1. Miżien analitiku.

4.2. Dixxijiet, preferibilment tan-nikil, aluminju, azzar inossidabbli jew ħġieġ. Id-dixxijiet għanduikollhom għotien li jagħlqu sewwa imma li jkun jistgħu jitneħħew mingħajr tbgħatija. Qisien xierqa huma: dijametru 60 sa 80 mm u fond ta' ma dwar 25 mm.

4.3. Forn ta' tnixxif ta' pressjoni atmosferika, ivventilat sewwa, termostatitkament ikkontrollat b'temperatura rregolata (fi 102 °C aktar jew anqas 1 °C). It-temperatura għandha tkun uniformi ma-tul il-form kollu.

4.4. Dessikatur, li jkun fih *silica gel* attivata friska bi ndiktaur ta' kontenut ta' ilma jew ta' dessikant ekwivalenti.

5. PROĊEDURA

5.1. Ikxef id-dixx (4.2) u qiegħdu u l-għatu tiegħu fil-forn (4.3) u saħħan għal madwar siegħa.

5.2. Qiegħed l-għatu fuq id-dixx u trasferixxi d-dixx mogħtti lejn id-dessikatur (4.4). Ħalli jiksaħ għat-temperatura tal-kamra u b'eżatezza iżen lejn l-eqreb 0.1 mg ($m_0$).

5.3. Introdui madwar 2 g ta' kampjun ta' ħalib niexef fid-dixx, agħtti d-dixx bl'għatu u b'eżatezza iżen lejn l-eqreb 0.1 mg id-dixx mgħotti malajr kemm jista' jkun possibbli ($m_1$).

5.4. Ikxef id-dixx u qiegħdu bl'għatu tiegħu fil-forn għal sagħtejn.

5.5. Poġġi lura l-għatu, trasferixxi d-dixx lejn id-dessikatur, ħallih jibred għat-temperatura tal-kamra u b'eżatezza iżen lejn l-eqreb 0.1 mg malajrkemm jista' jkun possibbli.

5.6. Ikxef id-dixx u saħħnu bl'għatu tiegħu fil-forn għal siegħa waħda.

5.7. Irrepeti l-proċess 5.5.

5.8. Irrepeti l-proċessi 5.6 u 5.5 sakemm it-tnaqqis fil-massa bejn iż-żewġ piżijiet suċessivi ma jeċċedix 0.5 mg jew sakemm il-massa tiżdied. Jekk żieda fil-massa sseħħ uża l-massa l-aktar baxxa kif akkwistata fil-kalkolazjoni (6.1). Ħalli li l-piż finali rreġistrat ikun $m_2$ g.

6. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

6.1. Metodu ta' kalkolazjoni

Ikkalkola t-telf fil-massa meta tnixxef il-kampjun, espress bħala perċentwal skond il-massa, bil-formola

$$\frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

Fejn:

$M_0$ = il-massa, f'*g* tad-dixx u l-għatu tiegħu wara l-proċess 5.2;

$M_1$ = il-massa, f'*g* tad-dixx u l-għatu tiegħu wara l-proċess 5.3;

$M_2$ = il-massa, f'*g* tad-dixx u l-għatu tiegħu wara l-proċess 5.5;

6.2. Repetabilità

Id-differenza fir-riżultati bejn iż-żewġ determinazzjonijiet imwettqa simultanjament jew f'segwenza mgħaġla fuq l-istess kampjun, mill-istess analista, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandux jeċċedi 0.1 g ta' umidità għal kull 100 g ta' prodott.

**METODU 3: DETERMINAZZJONI TA' KONTENUT TA' XAĦAM FIL-ĦALIB IKKONDENSAT (METODU RÖSE-GOTTLIEB)**

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddetermina l-kontenut ta' xaħam ta':

— ħalib ikkondensat mingħajr zokkor b'xaħam għoli,

— ħalib ikkondensat mingħajr zokkor,

— ħalib ikkondensat mingħajr zokkor parzjalment xkumat,

— ħalib ikkondensat mingħajr zokkor xkumat,

— ħalib ikkondensat biz-zokkor,

— ħalib ikkondensat biz-zokkor parzjalment xkumat,

— ħalib xkumat ikkondensat biz-zokkor.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' xaħam ta' ħalib ikkondensat: il-kontenut ta' xaħam kif determint bil-metodu speċifikat.

3. PRINĊIPJU

Il-kontenut ta' xaħam huwa determinat bl-estrazzjoni tax-xaħam minn soluzzjoni alkoħolika ammonjaka tal-kampjun b'etere dijeteliku u petroleum ħafif segwit b'evporazjoni tas-solventi u iżen ir-residwi u ikkalkola bħala persentaġġ bil-massa tal-kampjun, skond il-prinċipju ta' röse-gottlieb.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu konformi mall-ħtiġijiet speċifikati fit-test vġut (6.1). Jekk meħtieġ, reaġenti jistgħu jkunu ddistillati mill-ġdid fil-preżenza ta' madwar 1 g ta' xaħam tal-butir għal 100 ml ta' solvent.

4.1. Soluzzjoni ta' ammonja, approssimament 25 % (m/m) nh3 (densità fi 20 °C approssimament 0.91 g/ml), jew soluzzjoni aktar qawwija ta' konċentrazzjoni magħrufa.

4.2. Etanol, 96 aktar jew anqas 2 % (v/v) jew, jekk mhux disponibbli, *etanol* denaturaliżżat b'*metanol*, *ethyl methyl ketone* jew *petroleum* ħafif.

4.3. Etere dijeteliku, ħieles mill-perossidu.

*Nota 1:*
Biex ikun ħemm test għall-perossidu, żid ma 10 ml ta' etere f'ċilindru żgħir tal-ħġieġ li jkollu tapp, imlaħlaħ minn qabel bl-etere, 1 ml ta' soluzzjoni ta' 10 % jodju tal-potassju ippreparat frisk. Ħawwad u ħallieħ joqgħod għall-minuta waħda. L-ebda kulur isfar m'għandu jkun osservat f'xi saff.

*Nota 2:*
Etere dijeletiku jista' jinżamm ħieles mill-perossidi biż-żieda ta' folja ta' żingu mxarrba li tkun ġiet kompletament imdaħħla f'soluzzjoni likwida ta' sulfat tar-ramm aċidifikat għal minuta waħda u sussegwentement maħsulha bl-ilma. Uża għal kull litru madwar 8 000 $mm^2$ ta' folja taż-żingu; maqtuha fi strippi twal biżżejjed biex jilħqu mill-anqas san-nofs tal-kontenitur.

4.4. Petroleum ħafif (etere tal-petroleum), bi kwalunkwe medda ta' tgħollija bejn 30 u 60 °C.

4.5. Solvent imħallat, ippreparat ftit qabel l-użu bit-taħltit ta' volum ugwali ta' eteru dijeteliku (4.3) u petroleum ħafif (4.4) (meta l-użu ta' solvent imħallat huwa ndikat, dan jista' jkun mibdul jew b'eteru dijeteliku jew petroleum ħafif biss).

5. APPARAT

5.1. Miżien analitiku.

5.2. Tubi jew kunjetti xierqa ta' l-estrazzjoni, ipprovduti b'tappini ta' ħġieġ magħruk jew b'għeluq ieħor li ma jkunx affetwat bis-solventi wżati.

5.3. Kunjetti, bi ħġieġ irqieq u qiegħ ċatt, kapaċità 150 sa 250 ml

5.4. Forn ta' tnixxif ta' pressjoni atmosferika, ivventilat sewwa u termostatikament ikkontrollat (aġġustat li jaħdem fi 102 °C aktar jew anqas 1 °C).

5.5. Frak ta' kontra l-ħbit, ħieles minn xaħmijiet, mhux poruż, li ma jitfarrakx fl-użu, e.ż. żibeġ tal-ħġieġ jew bċejjeċ ta' *silicon carbide* (l-użu ta' dan il-materjal huwa voluntarju; ara klawsola 6.2.1).

5.6. Sifun, li jorbot mat-tubi ta' l-estrazzjoni.

5.7. Ċentrifuga (voluntarja).

6. PROĊEDURA

6.1. Test vġut

Fl-istess waqt tad-determinazzjoni tal-kontenut tax-xaħam tal-kampjun, agħmel determinazzjoni vġuta fuq 10 ml ta' ilma billi tuża l-istess tip ta'apparat ta' estrazzjoni, l-istess reaġenti fl-istes ammonti u l-istess proċedura kif deskritta minn hawn il-quddiem, teskludi klawsola 6.2.2. Jekk il-vġut jeċċedi 0.5 mg, ir-reaġenti għandhom ikunu ivverifikati u r-reaġent jew reaġenti mhux puri għandhom jkunu ppurifikati jew mibdula.

6.2. Determinazzjoni

6.2.1. Nixxef kunjett (5.3) (flimkien ma', jekk meħtieġ, xi ftit frak ta' kontra l-ħbit (5.5) biex tinkorraġixxi tgħolija ġentili matul it-tneħħija sussegwenti tas-solventi) ġewwa forn (5.4) għal nofs siegħa. Ħalli l-kunjett jiksaħ lejn it-temperatura tal-kamra tal-miżien u b'eżattezza iżen il-kunjett kiesaħ lejn l-eqreb 0.1 mg.

6.2.2. Ħawwad il-kampjun ippreparat u immedjatament iżen, lejn l-eqreb 1 mg, 2 sa 2.5 g tal-kampjun jekk biz-zokkor jew 4 sa 5 g tal-kampjun jekk mhux biz-zokkor, direttament fil, jew b'differenza fil, l-apparat ta' l-estrazzjoni (5.2). Żid ilma sa 10.5 ml u ħawwad ħafif bi sħana ħafifa (40 sa 50 °C sakemm il-prodott ikun kompletament imxerred. Il-kampjun għandu jkun imxerred kompletament inkella d-determinazzjoni għandha tkun irrepetuta.

6.2.3. Żid 1.5 ml ammonja (25 %) (4.1) jew volum korrisspondenti ta' soluzzjoni aktar b'saħħitha, u ħawwad sewwa.

6.2.4. Żid 10 ml etanol (4.2) u ħawwad ħafif imma sewwa il-likwidi fl-apparat li ma jkunx magħluq.

6.2.5. Żid 25 ml eteru dijeteliku (4.3). Kessaħ taħt ilma ġieri. Agħlaq l-apparat u ħawwad bil-qawwi u aqleb repetutament għal minuta waħda.

6.2.6. Neħħi t-tapp bil-galbu u żid 25 ml ta' petroleum ħafif (4.4) tuża l-ewwel ftit millilitri biex tlaħlaħ it-tapp u l-ġewwieni ta' l-għonq ta' l-apparat, tippermetti li t-tlaħlieħ jinżel fl-apparat. Agħlaq billi tpoġġi t-tapp u ħawwad u aqleb repetutament għal 30 sekonda. Tħawwadx b'qawwa żejda jekk ma jkunx ser jiġi wżat entrifugar fi 6.2.7.

6.2.7. Ħalli l-apparat joqgħod sakemm is-saff ta' fuq tal-likwidu jkun sar ċar u jkun issepara distintament mis-saff akweju ta' taħt. Bħala alternativa wettaq is-separazzjoni billi tuża ċentrifuga addattata (5.7).

Nota:

Meta ċentrifuga li ma tkunx imħaddma b'mutur ta' tliet-fażijiet tkun użata, jistgħu jseħħu xrar u attenzzjoni għandha għalhekk tittieħed biex tkun evitata xi splużjoni jew nar minn xi fwar ta' l-etere, li jkun ġej, per eżempju, minn tubu miksur.

6.2.8. Neħħi t-tapp, laħalħu u l-ġewwieni ta' l-għonq ta' l-apparat bi ftit millilitri ta' solvent imħallat (4.5) u ppermetti t-tlaħliħiet li jinżlu fl-apparat. Ittrasferixxi bil-galbu kemm jista' jkun possibbli is-saff supernanti b'dekantazzjoni jew permezz ta' sifun (5.6) fill-'kunjett ppreparat (6.2.1).

*Nota:*

Jekk it-trasferiment ma jkunx magħmul b'sifun, jista' jkun meħtieġ li jiżdied xi ftit ilma sabiex tittella l-interfaża bejn iż-żewġ saffi b'hekk tgħin id-dekantazzjoni.

6.2.9. Laħlaħ barra u ġewwa ta' l-għonq ta' l-apparat jew it-tarf u l-parti t'isfel tas-sifun bi ftit millilitri ta' solvent imħallat (4.5). Ħalli t-tlaħlieħ minnbarra ta' l-apparat jinżel fill-kunjett u t-tlaħlieħ minnġewwa ta' l-għonq u mis-sifun jinżel fl-apparat ta' l-estrazzjoni.

6.2.10. Agħmel it-tieni estrazzjoni billi tirrepeti l-proċedura ta' 6.2.5 sa 6.2.9 inklussivi imma uża biss 15 ml etere dijeteliku u 15 ml petroleum ħafif.

6.2.11. Agħmel it-tielet estrazzjoni billi tirrepeti l-proċedura ta' 6.2.10 imma ħalli barra t-tlaħlieħ ta' l-aħħar (6.2.9).

*Nota:*
Mhux mandatorju li titwettaq din it-tielet estrazzjoni meta ssir l-analiżi ta' kapjuni ta' ħalib ikkondensat xkumat mhux biz-zokkor u ta' ħalib ikkondensat xkumat biz-zokkor.

6.2.12. Bil-galbu evapora jew iddistilla kemm jista' jkun possibbli mis-solvent (inkluż l-etanol). Jekk il-kunjett huwa ta' kapaċità żgħira, ikun meħtieġ li tneħħi xi ftit mis-solvent bħal hawn fuq wara kull estrazzjoni.

6.2.13. Meta ma jkun hemm l-ebda rieħa apprezzabbli tas-solvent, qiegħed il-kunjett fuq il-ġenb tiegħu fil-forn u saħħan għal siegħa

6.2.14. Neħħi l-kunjett mill-forn, ħallih jiksaħ lejn it-temperatura tal-kamra tal-miżien u b'eżattezza iżen lejn l-eqreb 0.1 mg.

6.2.15. Irrepeti 6.2.13 u 6.2.14 għal perjodi ta' sħana ta' 30 sa 60 minuta sakemm id-differenza fil-massa taż-zewġ piżijiet suċessivi tkun anqas minn 0.5 mg jew sakemm il-massa tiżdied. Jekk żieda fil-massa sseħħ, uża l-massa l-aktar baxxa kif akkwistata fil-kalkolazzjoni (7.1). Ħalli li l-piż finali rreġistrat ikun $m_1$ g.

6.2.16. Żid 15 sa 25 ml ta' petroleum ħafif sabiex tikkonferma li l-materja estratta tkun tinħall kollha. Saħħan ħafif u dawwar is-solvent sakemm ix-xaħam kollu jkun inħall.

6.2.16.1. Jekk il-materja estratta tkun tinħall kollha f'petroleum ħafif, il-massa ta' xaħam hija d-differenza bejn il-piżijiet determinati fi stadji 6.2.1 u 6.2.15.

6.2.16.2. Jekk xi materja li ma tinħallx tkun preżenti, jew f'każ ta' dubju, estratta kompletament x-xaħam mill-kunjetti billi tirrepeti l-ħasil b'petroleum ħafif imsaħħan, u tippermetti li l-materja mhux maħlula toqgħod qabel kull dekantazzjoni. Laħlaħ barra ta' l-għonq tal-kunjett tliet darbiet. Saħħan il-kunjett, mqiegħd fuq il-ġenb tiegħu, għal siegħa waħda fil-forn, ħallih jiksaħ għat-temperatura tal-kamra ta' l-użin bħal qabel (6.2.1.) U iżen lejn l-eqreb 0.1 mg. Il-massa tax-xaħam hija d-differenza bejn il-massa akkwistata fi 6.2.15 u din il-massa finali.

## 7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

### 7.1. Kalkolazjoni

Il-massa, fi g ta' xaħam estratt hija:

$$(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)$$

U l-kontenut tax-xaħam tal-kampjun, espress bħala persentaġġ huwa:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

Fejn:

$M_1$ = massa, fi g ta' kunjett m bix-xaħam wara stadju 6.2.15;

$M_2$ = massa, fi g ta' kunjett m wara stadju 6.2.1, fil-każ ta' materja mhiex maħlulha jew dubju, stadju 6.2.16.2;

S = massa, fi g tal-kampjun użat.stadju 6.2.16.2;

$B_1$ = massa, fi g ta' kunjett b tal-vġut wara stadju 6.2.15;

$B_2$ = massa, fi g ta' kunjett b wara stadju 6.2.1, fil-każ ta' materja mhiex maħlulha jew dubju,

### 7.2. Repetabilità

Id-differenza fir-riżultati bejn iż-żewġ determinazzjonijiet imwettqa u akkwistati simultanjament jew f'segwenza magħġla fuq l-istess kampjun, mill-istess analista, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandux jeċċedi 0.05 g ta' xaħam għal kull 100 g tal-prodott.

**METODU 4: DETERMINAZZJONI TA' KONTENUT TA' XAĦAM FIL-ĦALIB NIEXEF (metodu röse-gottlieb)**

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddetermina l-kontenut ta' xaħam ta':

— ħalib niexef b'xaħam għoli jew trab tal-ħalib b'xaħam għoli,

— ħalib komplut niexef jew trab ta' ħalib komplut,

— ħalib niexef parzjalment xkumat jew trab ta' ħalib parzjalment xkumat,

— ħalib niexef xkumat jew trab ta' ħalib xkumat.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' xaħam ta' ħalib niexef: il-kontenut ta' xaħam kif determint bil-metodu speċifikat.

3. PRINĊIPJU

Il-kontenut ta' xaħam huwa ddeterminat bl-estrazzjoni tax-xaħam minn soluzzjoni alkoħolika ammonjaka tal-kampjun b'etere dijeteliku u petroleum ħafif, segwit b'evporazzjoni tas-solventi u il-piżijiet tar-residwi u l-kalkolazzjoni bħala persentaġġ bil-massa tal-kampjun, skond il-prinċipju ta' röse-gottlieb.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu konformi mall-ħtiġijiet speċifikati fit-test vġut (6.1). Jekk meħtieġ, reaġenti jistgħu jkunu ddistillati mill-ġdid fil-preżenza ta' madwar 1 g ta' xaħam tal-butir għal kull 100 ml ta' solvent.

4.1. Soluzzjoni ta' ammonja, approssimament 25 % (m/m) $nh_3$ (densità f'20 °C approssimament 0.91 g/ml), jew soluzzjoni aktar qawwija ta' konċentrazzjoni magħrufa.

4.2. Etanol, 96 aktar jew anqas 2 % (v/v) jew, jekk mhux disponibbli, etanol denaturalizzat b'metanol, ethyl methyl ketone jew petroleum ħafif.

4.3. Etere dijeteliku, ħieles mill-perossidu.

*Nota 1:*
Biex ikun hemm test għall-perossidu, żid ma' 10 ml ta' etere f'ċilindu żgħir tal-ħġieġ li jkollu tapp, imlaħlaħ minn qabel bl-etere, 1 ml ta' soluzzjoni ta' jodju tal-potassju ippreparat frisk. Ħawwad u ħallieh joqgħod għal minuta waħda. L-ebda kulur isfar m'għandu jkun osservat fis-saff ta' l-etere.

*Nota 2:*
Etere dijeteliku jista' jinżamm ħieles mill-perossidi biż-żieda ta' folja ta' żingu mxarrba li tkun ġiet kompletament imdaħħla f'soluzzjoni likwida ta' sulfat tar-ramm aċidifikat għal minuta waħda u sussegwentament maħsulha bl-ilma. Uża għal kull litru madwar 8 000 $mm^2$ ta' folja taż-żingu; maqtuha fi strippi twal biżżejjed biex jilħqu mill-anqas sa nofs il-kontenitur.

4.4. Petroleum ħafif (etere tal-petroleum), bi kwalunkwe medda ta' tgħollija bejn 30 u 60 °C.

4.5. Solvent imħallat, ippreparat ftit qabel l-użu billi tħallait volumi ugwali ta' eteru dijeteliku (4.3) u petroleum ħafif (4.4) (meta l-użu ta' solvent imħallat huwa ndikat, dan jista' jkun mibdul jew b'eteru dijeteliku jew petroleum ħafif biss).

5. APPARAT

5.1. Miżien analitiku.

5.2. Tubi jew kunjetti xierqa ta' l-estrazzjoni, ipprovduti b'tappini ta' ħġieġ magħruk jew b'għeluq ieħor li ma jkunx affetwat bis-solvent użat.

5.3. Kunjetti, bi ħġieġ irqieq u qiegħ ċatt, ta' kapaċità ta'150 sa 250 ml.

5.4. Forn ta' tnixxif ta' pressjoni atmosferika, ivventilat sewwa u termostatitkament ikkontrollat (aġġustat li jaħdem fi 102 °C aktar jew anqas 1 °C).

5.5. Frak ta' kontra l-ħbit, ħieles minn xaħmijiet, mhux poruż, li ma jitfarrakx fl-użu, e.ż. żibeġ tal-ħġieġ jew bċejjeċ ta' *silicon carbide* (l-użu ta' dan il-materjal huwa voluntarju: ara klawsola 6.2.1.).

5.6. Banu ta' l-ilma fi 60 sa 70 °C.

5.7. Sifun, li jorbot mat-tubi ta' l-estrazzjoni.

5.8. Ċentrifuga (voluntarja).

6. PROĊEDURA

6.1. **Test vġut**

Fl-istess waqt tad-determinazzjoni tal-kontenut tax-xaħam tal-kampjun, agħmel determinazzjoni vġuta fuq 10 ml ta' ilma billi tuża l-istess tip ta' apparat ta' estrazzjoni, l-istess reaġenti fl-istess ammonti u l-istess proċedura kif deskritta minn hawn 'il quddiem, teskludi klawsola 6.2.2. Jekk il-vġut jeċċedi 0.5 mg, ir-reaġenti għandhom ikunu ivverifikati u r-reaġent jew reaġenti mhux puri għandhom jkunu ppurifikati jew mibdula.

6.2. **Determinazzjoni**

6.2.1. Nixxef il-kunjett (5.3) (flimkien ma', jekk meħtieġ, xi ftit frak ta' kontra l-ħbit (5.5) biex tinkorraġixxi tgħolija ġentili matul it-tneħħija sussegwenti tas-solventi) ġewwa forn (5.4) għal nofs siegħa sa siegħa waħda. Ħalli l-kunjett jiksaħ lejn it-temperatura tal-kamra tal-miżien u b'eżattezza iżen il-kunjett kiesaħ lejn l-eqreb 0.1 mg.

6.2.2. B'eżattezza iżen, lejn l-eqreb 1 mg, direttament fil-, jew b'differenza fil-, l-apparat ta' estrazzjoni (5.2) madwar 1 g ta' trab ta' ħalib komplut jew madwar 1.5 g ta' trab ta' ħalib parzjalment xkumat jew ħalib xkumat. Żid 10 ml ilma u ħawwad ħafif sakemm it-trab tal-ħalib ikun kompletament imxerred (is-sħana tista' tkun meħtieġa għal xi kampjuni).

6.2.3. Żid 1.5 ml ammonja (25 %) (4.1) jew volum korrispondenti ta' soluzzjoni aktar qawwija u saħħan f'banju ta' l-ilma (5.6) għal 15-ilminuta fi 60 sa 70 °C billi tħawwad ta' kulltant, kessaħ, per eżempju, f'ilma ġieri.

6.2.4. Żid 10 ml *etanol* (4.2) u ħawwad ħafif imma sewwa l-likwidi fl-apparat li ma jkunx magħluq.

6.2.5. Żid 25 ml eteru dijeteliku (4.3). Kessaħ f'ilma ġieri. Agħlaq l-apparat u ħawwad bil-qawwi u aqleb ripetutament għal minuta waħda.

6.2.6. Neħħi t-tapp bil-galbu u żid 25 ml ta' petroleum ħafif (4.4) billi l-ewwel tuża ftit millilitri biex tlaħlaħ it-tapp u l-ġewwieni ta' l-għonq ta' l-apparat, tippermetti li t-tlaħlieħ jinżel fl-apparat. Agħlaq billi tpoġġi t-tapp u tħawwad u taqleb ripetutament għal 30 sekonda. Tħawwadx b'qawwa żejda jekk ma jkunx ser jiġi wżat ċentrifugar fi 6.2.7.

6.2.7. Ħalli l-apparat joqgħod sakemm is-saff ta' fuq tal-likwidu jsir ċar u jkun issepara distintament mis-saff akweju ta' taħt. Bħala alternativa wettaq is-separazzjoni billi tuża ċentrifuga addattata (5.8).

*Nota:*

Meta ċentrifuga li ma tkunx imħaddma b'mutur ta' tliet fażijiet tkun użata, jistgħu jseħħu xrar u għalhekk għandha tittieħed attenzjoni biex tkun evitata xi splużjoni jew nar minn xi fwar ta' l-etere, li jkun ġej, per eżempju, minn tubu miksur.

6.2.8. Neħħi t-tapp, laħalħu u l-ġewwieni ta' l-għonq ta' l-apparat bi ftit millilitri ta' solvent imħallat (4.5) u ppermetti li t-tlaħliħiet jinżlu fl-apparat. Bil-galbu ttrasferixxi kemm jista' jkun possibbli mis-saff supernanti b'dekantazzjoni jew permezz ta' sifun (5.7) f'kunjett ppreparat (6.2.1).

*Nota:*

Jekk it-trasferiment ma jkunx magħmul b'sifun, jista' jkun meħtieġ li jiżdied xi ftit ilma sabiex tittella l-interfaża bejn iż-żewġ saffi b'ħekk tgħin id-dekantazzjoni.

6.2.9. Laħlaħ barra u ġewwa ta' l-għonq ta' l-apparat jew it-tarf u l-parti t'isfel tas-sifun bi ftit millilitri ta' solvent imħallat. Ħalli t-tlaħlieħ minn barra ta' l-apparat jinżel fil-kunjett u t-tlaħlieħ mill-ġewwieni ta' l-għonq u mis-sifun jinżel fl-apparat ta' l-estrazzjoni.

6.2.10. Agħmel it-tieni estrazzjoni billi tirrepeti l-proċedura ta' 6.2.5 sa 6.2.9 inklużi imma uża biss 15 ml etere dieteliku u 15 ml petroleum ħafif.

6.2.11. Agħmel it-tielet estrazzjoni billi tirrepeti l-proċedura ta' 6.2.10 imma ħalli barra t-tlaħlieħ ta' l-aħħar (6.2.9).

*Nota:*
Mhux mandatorju li titwettaq din it-tielet estrazzjoni meta ssir l-analiżi tal-kampjuni ta' ħalib xkumat niexef.

6.2.12. Bil-galbu evapora jew iddistilla kemm jista' jkun possibbli mis-solvent (inkluż l-etanol). Jekk il-kunjett huwa ta' kapaità żgħira, jkun meħtieġ li tneħħi xi ftit mis-solvent bħal hawn fuq wara kull estrazzjoni.

6.2.13. Meta ma jkun hemm l-ebda riħa apprezzabbli tas-solvent, qiegħed il-kunjett fuq il-ġenb tiegħu fil-forn u saħħan għal siegħa waħda.

6.2.14. Neħħi l-kunjett mill-forn, ħallih jiksaħ lejn it-temperatura tal-kamra tal-miżien bħal qabel (6.2.1) u b'eżattezza iżen lejn l-eqreb 0.1 mg.

6.2.15. Irrepeti 6.2.13 u 6.2.14 għal perjodi ta' sħana ta' 30 sa 60 minuta sakemm id-differenza fil-massa taż-zewġ piżijiet suċessivi tkun anqas minn 0.5 mg jew sakemm il-massa tiżdied. Jekk żieda fil-massa sseħħ, uża l-massa l-aktar baxxa kif akkwistata fil-kalkolazjoni (7.1). Ħalli li l-piż finali rreġistrat ikun $m_1$ g.

6.2.16. Żid 15 sa 25 ml ta' petroleum ħafif sabiex tikkonferma li l-materja estratta tkun tinħall kollha. Saħħan ħafif u dawwar is-solvent sa-kemm il-grass kollu jkun inħall.

6.2.16.1. Jekk il-materja estratta tkun tinħall kollha f'petroleum ħafif, il-massa ta' xaħam hija d-differenza bejn il-piżijiet determinati fi stadji 6.2.1 u 6.2.15.

6.2.16.2. Jekk xi materja li ma tinħallx tkun preżenti, jew f'każ ta' dubju, estratta kompletament x-xaħam mill-kunjetti billi tirrepeti l-ħasil b'petroleum ħafif imsaħħan, tippermetti l-materja mhux maħlula li toqgħod qabel kull dekantazzjoni. Laħlaħ barra ta' l-għonq tal-kunjett tliet darbiet.

Saħan il-kunjett, qiegħed fuq il-ġenb tiegħu, għal siegħa waħda fil-forn, ħallih jiksaħ għat-temperatura tal-kamra ta' l-użin, bħal qabel (6.2.1.) U iżen lejn l-eqreb 0.1 mg. Il-massa tax-xaħam hija d-differenza bejn il-massa akkwistata fi 6.2.15 u din il-massa finali.

## 7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

### 7.1. **Il-kalkoluu**

Il-massa, f'*g* tax-xaħam estratt hija

$$(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)$$

U l-kontentut tax-xaħam tal-kampjun, espress bħala perċentwal, huwa

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

Fejn:

$M_1$ = il-massa f'*g* tal-flixkun *m* bix-xaħam wara l-istadju 6.2.15 -

$M_2$ = il-massa, f'*g* tal-flixkun wara l-istadju 5.2.1 jew, fil-każ ta' materjal mhux maħlul jew dubju, l-istadju 6.2.16.2;

$B_1$ = il-massa f'*g* tal-flixkun *b* tal-battal wara l-istadju 6.2.25;

$B_2$ = il-massa, f'*g* tal-flixkun wara l-istadju 6.2.1 jew, fil-każ ta' materjal mhux maħlul jew dubju, l-istadju 6.2.16.2;

S = il-massa, f'*g* tal-kampjun użat.

7.2. **Repetabilità**

Id-differenza fir-riżultati bejn iż-żewġ determinazzjonijiet imwettqa simultanjament jew f'segwenza mgħaġla fuq l-istess kampjun, mill-istess analista, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandhiex teċċedi 0.2 g ta' xaħam għal kull 100 g tal-prodott bl-eċċezzjoni ta' trab ta' ħalib xkumat li għalieh id-differenza m'għandiex teċċedi 0.1 g xaħam għal kull 100 g tal-prodott.

## METODU 5: DETERMINAZZJONI TA' KONTENUT TA' *SUCROSE* (metodu polarimetriku)

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddetermina l-kontenut ta' *sucrose* ta':

— ħalib ikkondensat biz-zokkor,

— ħalib ikkondensat biz-zokkor parzjalment xkumat,

— ħalib ikkondensat biz-zokkor xkumat.

Kampjuni m'għandhux ikun fihom zokkor invertit.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' *sucrose* ta' ħalib ikkondensat biz-zokkor: il-kontenut ta' *sucrose* kif determint bil-metodu speċifikat.

3. PRINĊIPJU

Il-metodu huwa bbażat fuq il-prinċipju ta' l-inverżjoni *clerget*, trattament ħafif tal-kampjun b'aċidu li jipproduċi idrolisis sħieħa ta' *sucrose* imma kważi l-ebda *lactose* jew zokkor ieħor. Il-kontenut tas-*sucrose* huwa akkwistat mil kambjament fil-qawwa rotanti tas-soluzzjoni.

Filtrat ċar tal-kampjun, mingħajr mutarotazzjoni b'*lactose*, huwa ppreparat bi trattament tas-soluzzjoni b'ammonja segwit b'newtralizazzjoni u tindif taż-żieda suċċessiva ta' soluzzjonijiet ta' aċetat taż-żingu u *hexacyanoferrate* tal-potassju ii.

F'porzjon tal-filtrat tas-*sucrose* huwa idroliżżat f'manjiera speċifikata.

Mir-rotazzjoni tal-filtrat qabel u wara l-inverżjoni, il-kontenut tas-*sucrose* huwa kkalkolat bl-użu ta' formoli xierqa.

4. REAĠENTI

4.1. Soluzzjoni ta' aċetat taż-żingu, 1 m: ħoll 21.9 g ta' aċetat diħadrat taż-żingu kristalizzat ZN $(C_2H_30_2)_2$.2O u 3 ml aċidu aċetiku glaċjali fl-ilma u għamel sa 100 ml bl-ilma.

4.2. Soluzzjoni ta' *hexacyanoferrate* tal-putassa (ii), 0.25 m: ħoll 10.6 g ta' *hexacyanoferrate* tal-putassa kristaliżżata (ii) *trihydrate* $K_4(FE(CN)_6).3H_2O$ f'ilma u għamel sa 100 ml bl-ilma.

4.3. Soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku, 6.35 aktar jew anqas 0.20 m (20 sa 22 %) jew 5.o aktar jew anqas 0.2 m (16 sa 18 %).

4.4. Soluzzjoni ta' l-ammonja, 2.0 aktar jew anqas 0.2 m (3.5 %).

4.5. Soluzzjoni ta' aċidu aċetiku, 2.0 aktar jew anqas 0.2 m (12 %).

4.6. Indikatur bromothymol ikħal, 1 % (m/v) soluzzjoni fl-etanol.

5. APPARAT

5.1. Miżien, sensitivita 10 mg.

5.2. Tubu ta' polarimetru, 2dm, ta' tul eżattament kalibrat.

5.3. Polarimetru jew sakkarimetru:

(a) polarimetru b'dawl ħafif tas-sodju jew dawl aħdar tal-merkurju (lampa tal-fwar tal-merkurju bi priżma jew *wratten screen* n 77 a speċjali), li għandu jinqara b'eżatezza għal mill-anqas 0.05 gradi angulari,

(b) sakkarimetru bi skala internazzjonali taz-zokkor, li juża dawl ħafif abjad li jgħaddi minn filtru ta' 15 mm ta' 6 % ta' soluzzjoni ta' bikromat tal-potassju jew dawl ħafif tas-sodju, li għandu jinqara b'eżatezza ta' mill-anqas 0.1 ° fuq l-iskala internazzjonali taz-zokkor.

5.4. Banju ta' l-ilma, irregolat fi 60 °C aktar jew anqas 1 °C.

6. PROĊEDURA

6.1. **Determinazzjoni tal-kontroll**

Sabiex tkun *standard*izzata l-proċedura, reaġenti u apparat, wettaq kontroll ta' determinazzjoni f'duplikat kif deskritt hawn taħt bl-użu ta' taħlita ta' 100 g ta' ħalib u 18 g *sucrose* pur jew taħlita ta' 110 g ta' ħalib xkumat u 18 g ta' *sucrose* pur, kull wieħed jikkorespondi għal 40 g ta' ħalib ikkondensat li jkun fih 45 % *sucrose*. Ikkalkola l-kontenut taz-zokkor bl-użu tal-formoli skond 7, tissostitwixxi għal m, f u p rispetivament fil-formula 1 il-kwantità ta' ħalib meħud u l-konteut ta' xaħam u proteini ta' dan il-ħalib, u fil-formula 2 għal m, il-valur ta' 40.00. Il-medja tal-valuri misjuba m'għandiex tiddifferixi b'aktar minn 0.2 % minn 45.0 %.

6.2. **Determinazzjoni**

6.2.1. Iżen sa limitu ta' 10 mg, bejn wieħed u ieħor 40 g tal-kampjun imħawwad sewwa f'vażett tal-ħġieġ ta' 100 ml. Żid 59 ml ta' ilma sħun (80 sa 90 °C) u ħawwad sewwa.

6.2.2. Ittrasferixxi t-taħlita b'mod kwantitativ lejn kunjett tal-kejt ta' 200 ml, laħlaħ il-vażett bi kwantitajiet suċesivi ta' ilma fi 60 °C, sakemm il-volum kollu jkun bejn 129 u 150 ml. Ħallat u kessaħ lejn it-temperatura tal-kamra.

6.2.3. Żid 5 ml ta' soluzzjoni ta' taħlita ta' l-ammonja (4.4). Ħallat għal darba oħra u imbagħad ħalli jogħod għal 15-il minuta.

6.2.4. Innewtralizza l-ammonja biż-żieda ta' kwantità ekwivalenti tas-soluzzjoni mħallta ta' aċidu aċetiku (4.5). Iddetermina n-numru eżatt ta' ml bil-quddiem bit-titrazzjoni tas-soluzzjoni ta' l-ammonja bl-użu ta' bromothymol ikħal bħala indikatur (4.6). Ħallat.

6.2.5. Żid, billi tħawwad ħafif f'rotazzjoni il-kunjett immejjel, 12.5 ml ta' soluzzjoni ta' aċetat taż-żingu (4.1).

6.2.6. Żid 12.5 ml ta' soluzzjoni ta' *hexacyanoferrate* tal-potassju (ii) (4.2) bl-istess mod bħas-soluzzjoni ta' l-aċetat.

6.2.7. Wassal il-kontenut tal-kunjett lejn 20 °C u għamel għall-marka ta' 200 ml bl-ilma fi 20 °C.

*Nota:*
Matul xi stadji diġa deskritti ż-żidiet kollha ta' ilma jew reaġenti għandhom ikunu saru b'tali mod ħekk li jevitaw il-formazzjoni ta' bżieżaq ta' l-arja, bl-istess għan, it-taħlit kollu kellu jkun twettaq b'dawrien tal-kunjett pjutost milli bit-taħwid. Jekk bżieżaq ta' l-arja jinstabu li jkunu preżenti qabel ma jitwassal għal volum ta' 200 ml, it-tneħħija tagħhom tista' tkun megħjuna b'konnessjoni temporanja tal-kunjett ma' pompa tal-vakum, u d-dawrien tal-kunjett.

6.2.8. Agħlaq il-kunjett b'tapp xott u ħallat sewwa b'taħwid qawwi.

6.2.9. Ħalli joqgħod għal ftit minuti u imbagħad iffiltra minn karta tal-filtru niexfa, warrab l-ewwel 25 ml tal-filtrat.

6.2.10. Polariżazzjoni diretta: iddetermina r-rotazzjoni ottika tal-filtrat fi 20 °C aktar jew anqas 1 °C.

6.2.11. Inverżjoni: ħu b'pipetta 40 ml tal-filtrat akkwistat hawn fuq ġewwa kunjett volumetriku ta' 50 ml. Żid 6.0 ml ta' 6.35 m aċidu idrokloriku jew 7.5 ml ta' 5.0 aċidu idrokloriku (4.3).

Qiegħed il-kunjett f'banju ta' l-ilma ta' 60 °C għal 15-il minuta, żgura li l-bozza kollha tal-kunjett tkun ġiet imdaħħla fil-likwidu. Ħallat b'moviment rotanti matul l-ewwel ħames minuti, li fihom il-kontenuti tal-kunjett għandhom ikunu laħqu t-temperatura tal-banju. Kessaħ għal 20 °C, u żid il-volum bl-ilma għal 20 °C. Ħawwad u ħalli joqgħod għal siegħa waħda f'din it-temperatura.

6.2.12. *Polariżazzjoni nvertita*

Iddetermina r-rotazzjoni tas-soluzzjoni nvertita fi 20 °C aktar jew anqas 0.2 °C. (madanakollu, jekk it-temperatura t tal-likwidu fit-tubu ta' polariżazzjoni tiddifferixxi b'aktar minn 0.2 °C matul il-kejl, il-korrezzjoni tat-temperatura li hemm referenza għaliha taħt 7.7 għandha tkun applikata.)

7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

7.1. **Metodu ta' kalkolazzjoni**

bla

$$1)\ v = \frac{M}{100}\ (1.08\ F + 1.55\ P)$$

$$2)\ S = \frac{D - 1.25\ I}{Q} \times \frac{V - v}{V} \times \frac{V}{L \times M}\ \%$$

Fejn:

S = il-kontenut tas-sukrosi;

M = il-massa tal-kampjun ippeżat fi grammi;

F = il-perċentwal tax-xaħam fil-kampjun;

P. = il-perċentwal *cif* tal-proteina (n x 6.38) fil-kampjun;

V = il-volum f'ml li miegħu il-kampjun jiġi dilwit qabel il-filtrazzjoni;

v = il-korrezzjoni f'ml għall-volum tal-preċipitat iffurmat matul il-kjarifika;

D = il-qari dirett tal-polarimetru (il-polarizzazzjoni qabel l-inverżjoni);

I = il-qari tal-polarimetru wara l-inverżjoni;

L = it-tul f'*dem* tat-tubu tal-polarimetru;

Q = il-fattur ta' l-inverżjoni, li l-valuri tiegħu huma mogħtija hawn taħt.

*Rimarki:*

(a) meta eżattament 40.00 g tal-ħalib ikkondensat jiġu miżuna u polarimetru bid-dawl tas-sodju, gradi angolari u tubu tal-polarimetru ta' *2dm* f'temperatura ta' 20.0 °C ± 0.1 °C jiġi wżat, il-kontenut tas-sukrosi fil-ħalib ikkondensat normali (c = 9) jista' jiġi kkalkolat mill-formola li ġejja:

$$S = (D - 1.25\ I) \times (2.833 - 0.00612\ F - 0.00878\ P)$$

(b) jekk il-polarizzazzjoni inverta tiġi mkejla f'temperatura oħra għajr ta' 20 °C, iċ-ċifri ma għandhomx jiġu mmoltiplikati bi:

$$(1 + 0.0037\ (T - 20\ ).$$

7.2. **Valuri ta' inverżjoni fattur q**

Il-formoli li ġejjin jgħatu valuri eżatti għal q, għal diversi sorsi ta' dawl b'korrezzjonijiet ta konċentrazzjoni u temperatura:

Dawl tad-sodju u polarimetru bi gradi angulari:

$q = 0.8825 + 0.0006\ (c - 9) - 0.0033\ (t - 20)$.

Dawl aħdar tal-merkurju u polarimetru bi gradi angulari:

$q = 1.0392 + 0.0007\ (c - 9) - 0.0039\ (t - 20)$.

Dawl abjad b'filtru dikromatiku u *saccharimeter* bi skali internazzjonali ta' gradi taz-zokkor:

$q = 2\ 549 + 0.0017\ (c - 9) - 0.0095\ (t - 20)$.

Fil-formoli ta' hawn fuq:

C = persentaġġ taz-zokkor totali fis-soluzzjoni nvertita kif polariżżata,

T = temperatura tas-soluzzjoni nvertita fil-qari polarimetriku.

*Nota 1:*

Il-persentaġġ totali taz-zokkor c fis-soluzzjoni nvertita jista' jkun ikkalkolat mill-qari dirett u l-kambjament fuq l-inverżjoni fil-manjiera tas-soltu, bl-użu tal-valuri tas-soltu għal rotazjonijiet sepċifiċi ta' *sucrose*, *lactose* u zokkor invertit.

Il-korrezzjoni 0.0006 (c - 9) eċċ., hija biss eżatta meta c ikun approssimament 9; għall-ħalib ikkondensat normali, din il-korrezzjoni tista' tkun injorata, c jkun qrib ta' 9.

*Nota 2:*
Varjazzjoni fit-temperatura minn 20 °C ta' 1 °C tagħmel ftit differenza fil-qari dirett, imma varjazzjoni ta' aktar minn 0.2 °C fil-qari nvertit teħtieġ korrezzjoni. Il-korrezzjoni - 0.0033 (t - 20) eċċ., hija biss eżatta bejn 18 °C u 22 °C.

7.3. **Repetabilità**

Id-differenza fir-riżultati bejn żewġ determinazzjonijiet imwettqa simultanjament jew f'sekwenza mgħaġla fuq l-istess kampjun, mill-istess analista, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandhiex teċċedi 0.3 g ta' *sucrose* għal kull 100 g ta' ħalib ikkondensat.

## METODU 6: DETERMINAZZJONI TA' AĊIDU LAKTIKU U LAKTATI FIL-KONTENUT

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddetermina l-aċidu laktiku u laktati, espressi bħala aċidu laktiku, kontenuti ta':

— ħalib niexef b'xaħam għoli jew trab tal-ħalib b'xaħam għoli,

— ħalib komplut niexef jew trab ta' ħalib komplut,

— ħalib niexef parzjalment xkumat jew trab ta' ħalib parzjalment xkumat,

— ħalib niexef xkumat jew trab ta' ħalib xkumat.

2. DEFINIZZJONI

Kontenut ta' aċidu laktiku u laktati ta' ħalib niexef: l-aċidu laktiku u laktati, espressi bħala aċidu laktiku, kontenuti kif determinati mil-metodu speċifikat.

3. PRINĊIPJU

Xaħam, proteina u *lactose* huma simultanjament imneħħija minn soluzzjoni tal-kampjun b'żieda ta' sulfat tar-ramm u idrossidu tal-ġir segwit b'filtrazzjoni.

L-aċidu laktiku u l-laktati fil-filtrat huma kkonvertiti fi *acetaldehyde* b'aċidu sulforiku kkonċentrat fil-preżenza ta' kubrit tar-ramm ii.

Il-kontenut ta' aċidu laktiku huwa ddetterminat kulurmetrikalment bl-użu ta' p- *hydroxydiphenyl*.

Il-kontenut ta' l-aċidu laktiku u laktati huwa espress bħala mg ta' aċidu laktiku għal kull 100 g ta' solidi mingħajr xaħam.

4. REAĠENTI

4.1. Soluzzjoni tas-sulfat tar-ramm (ii): ħoll 250 g ta' sulfat tar-ramm (ii) ($CuSO_4.5H_2O$) fl-ilma u dewweb għal 1 000 ml bl-ilma.

4.2. Sospenzjoni ta' idrossidu tal-kalċju.

4.2.1. Itħan 300 g ta' idrossidu tal-kalċju ($Ca(OH)_2$) f'mehrież bl-ilma, tuża b'kollox 900 ml. Is-sospensjoni għandha tkun ippreparata friska qabel l-użu.

4.2.2. Sospensjoni ta' idrossidu tal-kalċju: itħan 30 g ta' idrossidu tal-kalċju ($Ca(OH)_2$) f'mehrież bl-ilma, tuża b'kollox 1 400 ml. Is-sospensjoni għandha tkun ippreparata friska qabel l-użu.

4.3. Soluzzjoni ta' sulfat ta' aċidu sulforiku tar-ramm (ii): żid ma 300 ml ta' aċidu sulforiku, 95,9 sa 97.0 % (m/m) ta' $H_2SO_4$, 0.5 ml tas-soluzzjoni ta' sulfat tar-ramm (ii) (4.1).

4.4. Soluzzjoni p-*hydroxydiphenyl* ($C_6H_5C_6H_4OH$): ħoll, billi tħawwad u ssaħħan ħafif 0.75 g ta' p-*hydroxydiphenyl* fi 5 ml ta' soluzzjoni akweja ta' idrossidu tas-sodju, li jkun fih 5 g ta NaOH għal kull 100 ml. Dewweb għal 50 ml bl-ilma f'kunjett volumetriku. Żomm is-soluzzjoni fi flixkun tal-ħġieġ ta' lewn kannella f'post mudlam u kiesaħ. Tużahx jekk ikun hemm kambjament tal-kulur jew isseħħ tubiditá. Il-ħajja massima ta' fuq l-ixkaffa hija ta' 72 siegħa.

4.5. Soluzzjoni *standard* ta' aċidu laktiku: ħoll, ftit qabel l-użu, 0.1067 g ta' laktat tal-litjum ($CH_3CHOHCOOLi$) fl-ilma u dewweb għal 1 000 ml f'kunjett volumtriku. 1 ml ta' din is-soluzzjoni jikkorrespondi għal 0.1 mg ta' aċidu laktiku.

4.6. Ħalib normali rikostitwit: analizza bil-quddiem diversi kampjuni ta' ħalib niexef ta' kwalità għolja. Għall-preparazzjoni tal-kurva tal-kalibrazzjoni agħżel il-kampjun li jkollu l-anqas kontenut ta' aċidu laktiku, li jkun fih mhux aktar minn 30 mg ta' aċidu laktiku għal kull 100 g ta' solidi – mingħajr-xaħam. Segwi l-proċedura ta' l-operazzjoni kif deskritta fil-6.2.1 u 6.2.2 hawn taħt.

5. APPARAT

5.1. Miżien analitiku.

5.2. Spektrofotometru addattat għal qari f'*wavelength* ta' 570 nm.

5.3. Banju ta' l-ilma fi 30 °C aktar jew anqas 2 °C.

5.4. Mehrież u lida.

5.5. Karta tal-filtru (schleicher u schull 595, whatman 1 jew ekwivalenti).

5.6. Tubi tat-testijiet, pyrex jew ekwivalenti (dimenzjonijiet 25 bi 150 mm).

*Nota:*
L-apparat kollu tal-ħġieġ irid ikun perfettament nadif u intenzjonat għall-użu waħdieni f'din id-determinazzjoni. Laħlaħ l-apparat tal-ħġieġ li jkun fih residwi preċipitanti b'aċidu idrokloriku kkonċentrat qabel il-ħasil.

6. PROĊEDURA

6.1. **Test vġut**

Wettaq test vġut billi tqiegħed 30 ml ta' ilma f'tubu ta' gradwazzjoni ta' 50 ml u ttratta dan it-tubu kif deskritt taħt 6.2.4 sa 6.2.11 inklussivi. Jekk il-vġut imkejjel kontra l-ilma jeċċedi l-ekwivalenti ta' 20 mg ta' aċidu laktiku għal kull 100 g ta' solidi – mingħajr-xaħam, ir-reaġenti għandhom ikunu ivverifikati u r-reaġenti mhux puri jew reaġenti għandhom ikunu mibdula. Wettaq it-test vġut fl-istess waqt ta' l-analiżi tal-kampjun.

6.2. **Determinazzjoni**

*Nota:*
evita kontaminazzjoni b'impuritajiet speċjalment bil-bżieq u l-għaraq.

6.2.1. Iddetermina l-kontenut tas-solidi-mingħajr-xaħam (a) g tal-kampjun bit-tnaqqis tal-kontenut tax-xaħam (akkwistat b'metodu 4) u l-kontenut ta' umdità (a2kwistat b'metodu 2) minn 100.

6.2.2. Iżen $\frac{1000}{(a - 10)}$ g tal-kampjun lejn l-eqreb 0.1 g. Żid din il-kwantità tal-kampjun (a - 10) ma 100 ml ta' ilma u ħallat sewwa

6.2.3. Bil-pipetta għaddi 5 ml tas-soluzzjoni akkwistata f'tubigradwatii ta' 50 ml u dewweb bl-ilma għal madwar 30 ml.

6.2.4. Żid bil-mod waqt li tħawwad, 5 ml tas-soluzzjoni tas-sulfat tar-ramm (ii) (4.1) u ħalli joqgħod għal 10 minuti.

6.2.5. Żid bil-mod waqt li tħawwad, 5 ml ta' sospensjoni ta' l-idrossidu tal-kalċju (4.2.1) jew 10 ml tas-sospensjoni ta' l-idrossidu tal-kalċju (4.2.2).

6.2.6. Dewweb għal 50 ml bl-ilma, ħawwad bil-qawwa, ħalli joqgħod għal 10 minuti u mbagħad iffiltra. Warrab l-ewwel ħasil.

6.2.7. Bil-pipetta qiegħed 1 ml tal-filtrat f'tubu tat-testijiet (5.6).

6.2.8. Żid mat-tubu permezz ta' buretta jew pipetta gradwata, 6.0 ml tas-soluzzjoni tas-sulfat ta' l-aċdu ta-ramm sulfuriku (ii) (4.3). Ħallat.

6.2.9. Saħħan fil-banju bl-ilma jgħali għal ħames minuti. Kessaħ lejn it-temperatura ta' l-ambjent taħt ilma ġieri.

6.2.10. Żid żewġ taqtiriet ta' reaġent p-hydroxydiphenyl (4.4) u ħawwad bil-qawwa biex jinxtered ir-reaġent matul il-likwidu kollu. Qiegħed it-tubu fil-banju ta' l-ilma fi 30 °C aktar jew anqas 2 °C; ħalli joqgħod għal 15-il minuta tħawwad minn ħin għall-ieħor.

6.2.11. Qiegħed it-tubu fil-banju ta' l-ilma jgħali għal 90 sekonda. Kessaħ lejn it-temperatura ta' l-ambjent taħt ilma ġieri.

6.2.12. Kejjel id-densità ottika kontra t-test vġut (6.1) fi żmien tliet siegħat fil-*wavelength* speċifikata fi 5.2.

6.2.13. Jekk id-densità ottika teċċedi dik ta' l-għola punt tal-kurva normali, irrepeti t-test billi tuża tidwib adegwat tal-filtrat akkwistat permezz ta' 6.2.6.

6.3. **Preparazzjoni ta' l-i*standard***

6.3.1. Bil-pipetta qiegħed 5 ml tal-ħalib rikostitwit (4.6) f'ħames tubi gradwati ta' 50 ml. Bil-pipetta itfa' f'dawn it-tubi 0, 1, 2, 3 u 4 ml rispettivament tas-soluzzjoni *standard* (4.5), ħekk li takkwista medda ta' *standards* korrispondenti għal 0, 20, 40,60 u 80 mg ta' aċidu laktiku miżjud għal kull 100 g ta' solidi mingħajr xaħam, tal-ħalib niexef.

6.3.2. Dewweb bl-ilma għal madwar 30 ml u ttratta kif deskritt fi 6.2.4 sa 6.2.11.

6.3.3. Kejjel id-densità ottika ta' l-i*standards* (6.3.1) kontra t-test vġut (6.1) fil-*wavelength* speċifikat fi 5.2. Immarka f'dijagramma d-densitajiet ottiċi kontra l-kwantitajiet ta' aċidu laktiku kif mogħti fi 6.3.1, i.e. o mg, 20 mg, 40 mg, 60 mg u 80 mg għal kull 100 g ta' solidi mingħajr xaħam. Pinġi l-aħjar linja dritta li toqgħod matul il-punti u pprepara il-kurva *standard* billi ċċaqlaq din il-linja paralella fiha nnifisha b'tali mod hekk li tgħaddi mill-oriġinu.

7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

7.1. **Metodu ta' kalkolazzjoni**

Ikkonverti d-densità ottika mkejla permezz ta' 6.2.12 jew 6.2.13 fi mg ta' aċidu laktiku għal kull 100 g ta' solidi mingħajr xaħam fil-kampjun b'referenza għall-kurva *standard*. Immoltiplika dan ir-riżultat bil-fattur tat-tidwib meta l-filtrat ikun ġie mdewweb skond 6.2.13.

7.2. **Repetabilità**

Id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet imwettqa simultanjament jew f'segwenza mgħaġla fuq l-istess kampjun, mill-istess analista, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandhiex teċċedi 8 mg ta' aċidu laktiku għal kull 100 g ta' solidi mingħajr xaħam għal kontenut ta' mhux aktar minn 80 g għal valuri għola, din id-differenza ma tistax teċċedi 10 % tal-valur l-aktar baxx.

## METODU 7: DETERMINAZZJONI TA' L-ATTIVITÀ FOSFATAŻI (PROĊEDURA MMOFIDIKATA SANDERS U SAGER)

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddeskrivi d-determinazzjoni ta' l-attività fosfataži fi:

— ħalib niexef b'xaħam għoli jew trab tal-ħalib b'xaħam għoli,

— ħalib komplut niexef jew trab ta' ħalib komplut,

— ħalib niexef parzjalment xkumat jew trab ta' ħalib parzjalment xkumat,

— ħalib niexef xkumat jew trab ta' ħalib xkumat.

2. DEFINIZZJONI

L-attività fosfataži ta' ħalib niexef hija miżura tal-kwantità ta' fosfataži alkalina attiva preżenti. Din hija espressa bħala l-kwantità ta' fenol fi µg illiberata bi 1 ml ta' ħalib rikostitwit, kif determinat bil-proċedura deskritta hawn taħt.

3. PRINĊIPJU

L-attività fosfataži ta' ħalib niexef hija ddeterminata bil-kapaċità tal-fosftaži li tillibera l-fenol mid*disodium*phenyl*phosphate*. Il-kwantità ta' fenol illiberata permezz tal-kondizzjonijiet preskritti hija ddeterminata b'kejl spektrofotometriku tal-kulur żviluppat bil-gibb tar-reagent.

4. REAĠENTI

4.1. **Soluzzjoni a**

Kuxxinett tal-barium borate hydroxide: ph 10.6 c aktar jew anqas 0.1 fi 20 c.

Ħoll: 25.0 g ta' *barium hydroxide* ($Ba(OH)_2.8H_2O$) fl-ilma u dewweb sa 500 ml.

Ħoll: 11.0 g ta' aċidu boriku (h3bo3) fl-ilma u dewweb sa 500 ml.

Saħħan iż-żewġ soluzzjonijiet sa' 50 °C u ħawwad.

Ħawwad u kessaħ lejn it-temperatura tal-kamra.

Aġġusta l-ph għal 10.6 aktar jew anqas 0.1 bis-soluzzjoni *barium hydroxide* u iffiltra.

Aħżen is-soluzzjoni f'kontenitur b'tapp li jagħlaq sewwa.

Qabel l-użu, dewweb il-kuxxinett bi kwantità ugwali ta' ilma.

4.2. **Soluzzjoni b:**

Żvilupp tal-kuxxinett tal-kulur.

Ħoll: 6.0 g ta' sodium metaborate ($NaBO_2$) (jew 12.6 ta' $NaBO_2.4H_2O$) u 20.0 g ta' klorat tas-sodju (NaCl) fl-ilma u dewweb għal 1 000 ml bl-ilma.

4.3. **Soluzzjoni c**

Kuxxinett ta' soluzzjoni ta' substrate.

4.3.1. Ħoll 0.5 g ta' *disodium*phenyl*phosphate* ($Na_2C_6H_5PO_4.2H_2O$) fi 4.5 ml ta' soluzzjoni b (4.2). Żid 2 taqtiriet ta' soluzzjoni e (4.5) u ħalli joqgħod għal 30 minuta. Estratta l-kulur bi 2.5 ml butanol (4.10). Jekk meħtieġ, irrepeti l-estrazzjoni tal-kulur. Wara s-separazzjoni, warrab il-butanol. Din is-soluzzjoni tista' tinżamm għal diversi jiem f'refriġerejter. Żviluppa u oħroġ il-kulur darba oħra qabel l-użu.

4.3.2. B'pipetta qiegħed 1 mg ta' din is-soluzzjoni f'kunjett volumetriku ta' 100 ml u imla l-volum b'soluzzjoni a. Ipprepara s-soluzzjoni tal-kuxxinett immedjatament qabel l-użu.

4.4. **Soluzzjoni d**

Preċipitant

Ħoll 3.0 g ta' sulfat taż-żingu ($ZnSO_4.7H_2O$) u 0.6 g ta' sulfat tar-ramm (ii) ($CuSO_4.5H_2O$) fl-ilma u ħoll għal 100 ml bl-ilma.

4.5. **Soluzzjoni e**

Il-gibb tar-reaġent

Ħoll 0 040 g ta' 2,6-dibromoquinone 1,4-chloroimide ($O.C_6H_2Br_2.NCl$) fi 10 ml ta' 96 % *etanol*. Aħżen is-soluzzjoni fi flixkun tal-ħġieġ skur miżmum f'refriġerejter. Warrab dan ir-reaġent meta jkun tilef il-kulur.

4.6. Kuxxinett ta' tidwib ta' kulur

Dewweb 10 ml ta' soluzzjoni b (4.2), kuxxinet ta żvilupp ta' kulur, ma 10 ml bl-ilma.

4.7. Soluzzjoni tas-sulfat tar-ramm

Dewweb 0.05 g ta' sulfat tar-ramm (ii) ($CuSO_4.5H_2O$) fl-ilma u wassal għal 100 ml bl-ilma.

4.8. Soluzzjoni *standard* tal-fenol

Ħoll0 200 aktar jew anqas 0 001 g ta' fenol pur fl-ilma u wassal għal 10 ml f'kunjett volumetriku bl-ilma. Din is-soluzzjoni tista' tkun maħżuna għal diversi xhur f'refriġerejter. Dewweb 10 ml ta' din is-soluzzjoni ma 100 ml bl-ilma. Din is-soluzzjoni mdewwba fiha 200 µg ta' fenol fi 1 ml u tista' tkun użata għal preparazzjoni ta' soluzzjonijiet aktar imdewwba.

4.9. Ilma ddistillat mgħolli.

4.10. N-*butanol*.

5. APPARAT

5.1. Miżien analitiku.

5.2. Banju ta' l-ilma, ikkontrollat termostatikament fi 37 °C aktar jew anqas 1 °C.

5.3. Spektrofotometru tajjeb għal qari f'wavelengths ta' 610 nm.

5.4. Karta tal-filtru (schleicher u schull 597, whatman 42 jew karta tal-filtru ekwivalenti).

5.5. Banju għat-tgħollija ta' l-ilma.

5.6. Folja ta' l-aluminju.

6. PROĊEDURA

**Prekawzjonijiet**:

1. Evita l-esposizzjoni diretta għad-dawl tax-xemx.
2. L-apparat kollu tal-ħġieġ, tappini u materjal tat-tneħħija għandu jkun perfettament nadif. Huwa rrakkomandat li dawn ikunu mlaħalħa u mgħollija fl-ilma jew li jkunu trattati fil-fwar.
3. Evita l-użu ta' materjali tal-plastik (per eżempju tappini) minħabba li dawn jista' jkun fihom il-fenoli.
4. Il-bżieq fih fosfataži; kontaminazzjoni bi traċċi ta' bżieq għandhom għalhekk ikunu evitati bil-galbu.

6.1. **Preparazzjoni tal-kampjun**

6.1.1. Iżen, sa marġini ta' 0.1 g, 10 grammi tal-kampjun u ħoll fi 90 ml ta' ilma. It-temperatura għall-ħall tat-trab għandha, fi kwalunkwe ċirkostanza, teċċedi 35 °C.

6.2. **Determinazzjoni**

6.2.1. Introduċi f'kull wieħed miż-żewġ tubi tat-testijiet 1 ml ta' ħalib rikonstitwit ippreparat kif deskritt fi 6.1.1.

6.2.2. Saħħan wieħed mit-tubi fl-ilma jagħli għal żewġ minuti. Għatti t-tubu u l-banju ta' l-ilma (5.5) jew, per eżempju, ważett b'folja ta' l-aluminju (5.6) biex tiżgura li t-tubu kollu jkun imsaħħan. Kessaħ f'ilma kiesaħ lejn it-temperatura tal-kamra. Uża dan it-tubu għat-test vġut. Għall-operazzjonijiet sussegwenti kollha, ittratta ż-żewġ tubi ugwalment.

6.2.3. Żid 10 ml ta' soluzzjoni c (4.3.2). Ħawwad u qiegħed it-tubu fil-banju ta' l-ilma fi 37 °C (5.2).

6.2.4. Inkuba għal 60 minuta fil-banju ta' l-ilma tħawwad perjodikament.

6.2.5. Trasferixxi t-tubi mmedjetament lejn il-banju ta' l-ilma jgħali (5.5) u saħħan għal żewġ minuti; kessaħ lejn it-temperatura tal-kamra f'ilma kiesaħ.

6.2.6. Żid 1 ml ta' soluzzjoni d (4.4), ħawwad u ffiltra minn karta tal-filtru niexfa; warrab l-ewwel filtrati sakemm likwidu ċar ikun akkwistat.

6.2.7. Qiegħed 5 ml minn kull filtrat f'tubi tat-testijiet, żid 5 ml ta'soluzzjoni b (4.2) u 0.1 ml ta' soluzzjoni c (4.5). Ħallat.

6.2.8. Ħalli li l-kulur jiżviluppa f'temperatura tal-kamra għal 30 minuta lil hinn minn dawl dirett tax-xemx.

6.2.9. Kejjel id-densità ottika tas-soluzzjoni tal-kampjun, kontra l-vġut, fil-*wavelength* indikata fi 5.3.

6.2.10. Irrepeti d-determinazzjoni jekk id-densità ottika tas-soluzzjoni tkun il-fuq minn dik tal-kampjun *standard* b'20 µg ta' fenol ippreparat skond 7.

Jekk dan il-limitu jkun misbuq, dewweb volum addattat ta' ħalib rikonstitwit bi qbil ma 6.1.1 b'volum xieraq ta' dan il-ħalib u b'galbu għalli kif indikat fi 6.2.2 biex tiddiattiva l-fosfataži preżenti.

7. PREPARAZZJONI TAL-KURVA *STANDARD*

7.1. Bil-pipetta qiegħed f'erba' kunjetti volumetrii ta 100 ml, 1, 3, 5 u 10 ml tas-soluzzjoni *standard* mdewwba skond 4.8 u wassal il-volum bl-ilma; dan it-tidwib fih rispettivament 2, 6, 10 u 20 µg ta' fenol għal kull ml.

7.2. Bil-pipetta qiegħed 1 ml ta' ilma jew 1 ml ta' kull waħda mis-soluzzjonijiet normali (7.1) fit-tubi tat-testijiet sabiex takkwista serje ta' kampjuni li jkun fihom 0 (valur vġut akkwistat bl-użu tal-1 ml ta' ilma) - 2 -6 - 10 u 20 µg ta' fenol.

7.3. Bil-pipetta qiegħed suċessivament f'kull tubu tat-testijiet 1 ml tas-soluzzjoni ta' sulfat tar-ramm (ii) (4.7), 5 ml tas-soluzzjoni tal-kuxxinett tat-tidwib tal-kulur (4.6), 3 ml ta' ilma u 0.1 ml ta' soluzzjoni (4.5). Ħallat.

7.4. Ħalli t-tubi tat-testijiet għal 30 minuta f'temperatura tal-kamra lil hinn minn dawl dirett tax-xemx.

7.5. Kejjel l-assorbenza tas-soluzzjonijiet f'kull wieħed mit-tubi, mqabbla mall-valur il-vġut, fil-*wavelength* indikata fi 5.3.

7.6. Ipprepara l-kurva *standard* billi timmarka l-valuri ta' l-assorbenza kontra l-kwantitajiet ta' fenol f'ug kif indikat fi 7.2.

8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

8.1. **Kalkolazzjoni**

8.1.1. Ikkonverti l-figuri kif determinat skond 6.2.9 ma µg ta' fenol, b'referenza għal kurva *standard*.

8.1.2. Ikkalkola l-attività tal-fosfataži espressa bħala µg ta' fenol għal kul ml ta' ħalib rikonstitwit skond il-formula segwenti:

Attività fosfataži = 2.4 × p

Fejn p = il-kwantità ta' fenol f'uh bi qbil ma 8.1.1.

8.1.3. Jekk kien meħtieġ li jkun hemm tidwib kif indikat permezz ta' 6.2.10 immultiplika r-riżultat akkwistat fi 8.1.2 bil-fattur tat-tidwib.

8.2. **Repetabilità**

Id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet imwettqa simultanjament jew f'sekwenza mgħaġla fuq l-istess kampjun, mill-istess analista, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandhiex teċċedi 2 µg ta' fenol liberat bi 1 ml ta' ħalib rikonstitwit.

## METODU 8:
## DETERMINAZZJONI TA' ATTIVITA TA' FOSFATAŻI (PROĊEDURA ASCHAFFENBURG U MULLEN)

1. **SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI**

Dan il-metodu jiddeskrivi d-determinazzjoni ta' l-attività tal-fosfataži fi:

— ħalib niexef b'xaħam għoli jew trab tal-ħalib b'xaħam għoli,

— ħalib komplut niexef jew trab tal-ħalib komplut,

— ħalib niexef parzjalment xkumat jew trab tal-ħalib parzjalment xkumat,

— ħalib niexef xkumat jew trab tal-ħalib xkumat.

2. DEFINIZZJONI

L-attività fosfataži ta' ħalib niexef hija kejl tal-kwantità ta' attività ta' fosfataži alkalina preżenti fil-prodott. Hija espressa bħala l-kwantità ta' p-*nitrophenol*, f'mikrogrammi liberati b'1 ml ta' kampjun rikonstitwit, skond il-kondizzjonijiet deskritti.

3. PRINĊIPJU

Il-kampjun rikonstitwit huwa mdewweb b'substrata tal-kuxxinett fi ph 10.2 u inkubat f'temperatura ta' 37 °C għal sagħtejn. Xi fosfataži alkalina preżenti fil-kampjun għandha, skond dawn iċ-ċirkostanzi, tillibera p-*nitrophenol* minn *disodium p-nitrophenyl phosphate* miżjud. Il-p-*nitrophenol* illiberat huwa ddeterminat bi tqabbil dirett mal-ħġieġ tal-kulur *standard* fi tqabbil sempliċi billi tuża dawl rifless.

4. REAĠENTI

4.1. Soluzzjoni tal-kuxxinet tal-karbonat-bikarbonat tas-sodju.

Ħoll 3.5 g ta' karbonat tas-sodju anhydrous u 1.5 g ta' bikarbonat tas-sodju fl-ilma u dewweb għal 1 000 ml f'kunjett volumtriku bl-ilma.

4.2. Kuxxinett sub-strata.

Ħoll 1.5 g ta' disodju *p-nitrophenyl phosphate* f'kuxxinett ta' sodju tal-karbonat-bikarbonat (4.1) u dewweb lejn 1 000 ml f'kunjett volumetriku b'kuxxinett (4.1).

Din is-soluzzjoni hija stabbli jekk maħżuna f'refriġerejter ( 4 °C) għal xhar wieħed imma test ta' konroll tal-kulur għandu jkun imwettaq fuq soluzzjonijiet bħal dawn li jkunu maħżuna - ara 6, prekwazjoni numru 3.

4.3. Soluzzjonijiet ta' kjarifika.

4.3.1. Soluzzjoni tas-sulfat taż-żingu.

Ħoll 30.0 g ta' sulfat taż-żingu ($ZnSO_4$) fl-ilma u dewweb għal 100 ml f'kunjett volumetriku bl-ilma.

4.3.2. Soluzzjoni ta' *hexacyanoferrate* tal-potassju (ii).

Dewweb 17.2 g ta' *hexacyanoferrate* tal-potassju (ii) *trihydrate* ($K_4Fe(CN)_6.3H_2O$) u dewweb għal 100 ml f'kunjett volumetriku bl-ilma.

5. Apparat

5.1. Miżien analitiku.

5.2. Banju ta' l-ilma, ikkontrollat termostatikament fi 37 °C aktar jew anqas 1 °C.

5.3. Komparatur, b'diska speċjali li jkun fiha ħġieġ *standard* tal-kulur ikkalibrat f'ug p-*nitrophenol* għal kull ml ħalib, u 2 ċelloli ta' 25 mm.

6. PROĊEDURA

**Prekawzjonijiet**:

1. Wara l-użu, it-tubi tat-testijiet għandhom ikunu mbattla, mlaħalħa fl-ilma, maħsula f'ilma sħun li jkun fih deterġent alkalin, segwit bi tlaħlieħ intensiv f'ilma sħun nadifmil-vit. Finalment, għandhom ikunu mlaħalħa f'ilma u mnixxfa qabel l-użu.

   Il-pipetti għandhom ikunu kompletament imlaħalħa f'ilma frisk nadif tal-vit immedjetament wara l-użu, segwit bi tlaħlih fl-ilma u mnixxfa qabel l-użu.

2. It-tappini tat-tubi tat-testijiet għandhom ikunu kompletament imlaħalħa fl-ilma sħun tal-vit immedjetament wara l-użu segwiti b'tgħolija għal żewġ minuti fl-ilma.

3. Is-soluzzjoni ta' substrata tal-kuxxinett (4.2) għandha tibqa stabbli mill-anqas xhar wieħed jew maħżuna f'refriġerejterfi 4 °C jew anqas. Xi instabilità hija murijha bil-formazzjoni ta' lewn safrani. Waqt li t-test għandu dejjem jinqara kontra l-prodott mgħolli tal-kontroll li jkun fih l-istess soluzzjoni substrata tal-kuxxinett, huwa rrakkomandat li s-soluzzjoni m'għandiex tkun użata jekk tgħati qari ta' kulur b'eċċess ta' 10 µg meta l-qari jsir f'ċellola ta' 25 mm fil-kumparatur li juża ilma ddistillat fiċ-ċellola l-oħra ta'25 mm.

4. Uża pipetta separata għal kull kampjun u evita l-kontaminazjoni tal-pipetta bil-bżieq.

5. It-test m'għandux ikun espost għal dawl dirett tax-xemx fi kwalunkwe ħin.

6.1. **Preparazzjoni tal-kampjun**

Ħoll 10 g tat-trab fi 90 ml ta' ilma. It-temperatura għat-tħollija tat-trab m'għandiex teċċedi 35 °C.

6.2. **Determinazzjoni**

6.2.1. Bil-pipetta għaddi 15 ml tas-substrata tal-kuxxinett (4.2) f'tubu tat-testijiet li jkun nadif u xott, segwit b'2 ml tal-kampjun rikonstitwit (6.1) li għandu jkun ittestjat. Poġġi t-tappin fuq it-tubi, ħawwad bit-taqlib u qiegħed fil-banju ta' l-ilma fi 37 °C (5.2).

6.2.2. Fl-istess waqt, qiegħed fil-banju ta' l-ilma tubu ta' kontroll li jkun fih 15 ml ta' kuxxinett ta' substrata u 2 ml ta' kampjun mgħolli rikonstitwit simili għal dak li jkun qiegħed jiġi ttestjat.

6.2.3. Wara sagħtejn neħħi iż-żewġ tubi mill-banju ta' l-ilma, żid 0.5 ml ta' preċipitant tas-sulfat taż-żingu (4.3.1), erġa' poġġi t-tappin, ħawwad bil-qawwi u ħalli joqgħod għal tliet minuti. Żid 0.5 ml ta' preċipitant ta' *hexacyanoferrate* tal-potassju (ii) (4.3.2), ħawwad kompletament u iffiltra minn karta tal-filtru f'għamla ta lembut (5.4) u iġbor il-filtrat ċar fit-tubu tat-testijiet nadif.

6.2.4. Trasferixxi l-filtrat lejn ċellola ta' 25 mm u qabbel kontra l-filtrat tal-kampjun mgħolli kkontrollat fil-kumparatur bl-użi tad-diska speċjali (5.3).

7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

7.1. **Kalkolazzjoni**

Il-qari dirett akkwistat permezz ta' 6.2.4 huwa rreġistrat bħala µg p-*nitrophenol* għal kull ml tal-kampjun jew għal kull ml tal-kampjun rikonstitwit.

7.2. **Repetabilità**

Id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet imwettqa simultanjament jew f'sekwenza mgħaġla fuq l-istess kampjun, mill-istess analista, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandhiex teċċedi 2 µg ta' p. *Nitrophenol* illiberat bi 1 ml ta' ħalib rikonstitwit.