31992D0608

31.12.1992 *IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ* L 407/29

ID-DEĊIŻJONI TAL-KUNSILL

ta' l-14 ta' Novembru 1992

li tistabbilixxi l-metodi għall-analiżi u t-testjar ta' ħalib ittrattat bis-sħana għall-konsum dirett mill-bnedmin

(92/608/KEE)

IL-KUNSILL TAL-KOMUNITAJIET EWROPEW,

Wara li kkunsidra t-Trattat li jistabilixxi l-Komunità Ekonomika Ewropea,

Wra li kkunsidra d-Direttiva tal-Kunsill 85/397/KEE tal-5 ta'Awissu 1985 dwar is-saħħa u problemi tas-saħħa ta' l-annimali affettwati b'kummertċ intra-Komunitarju f'ħalib ittrattat bis-sħana [1] u b' mod partikolari l-Artikolu 11(6) tiegħu,

Wara li kkunsidra l-proposta mill-Kummissjoni,

Billi, bis-saħħa ta' l-Artikolu 11(6) tad-Direttiva 85/397/KEE, il-Kunsill għandu jistabbilixxi l-arranġamenti dettaljati għall-verifiki li hemm dispożizzjoni dwarhom fl-Artikolu 11(2); billi l-iskop ta' dawn il-verifiki, li għandhom ikunu mwettqa mill-istabbilimenti taħt is-superviżjoni u r-responsabbilità tad-dipartiment uffiċjali u bi spezzjoni perjodika mid-dipartiment uffiċjali, hija li tkun assigurata l-konformità mal-ħtiġijiet tad-Direttiva 85/397/KEE u b' mod partikolari dawk stabbiliti fl-Artikolu 3(A)(3) tagħha;

Billi, l-istabbiliment ta' proċeduri għal verifiki jinkludi d-determinazzjoni tal-metodi li għandhom ikunu użati għall-implementazzjoni tagħhom;

Billi metodi għandhom ikunu preskritti għad-detterminar tal-kontenut totali ta' solidi, il-kontenut ta' grass, il-kontenut ta' solidi li ma humiex grass, il-kontenut totali ta' nitroġenu, il-kontenut ta' proteini u d-densità ta' ħalib ittrattat bis-sħana intenzjonat għall-konsum dirett mill-bnedmin;

Billi, għal raġunijiet tekniċi, il-ħtieġa inizjali hija li jkunu stabbiliti metodi ta' referenza għall-analiżi u l-ittestjar biex jiġi assigurat li n-normi preskritti fl-Artikolu 3(A)(3) tad-Direttiva 85/397/KEE jkunu milħuqa; billi huwa partikolarment importanti li jsir studju tal-kondizzjonijiet li bihom metodi ta' rutina għall-analiżi u l-ittestjar ikunu użati; billi, sa kemm iseħħ l-eżitu ta' dan l-istudju, sta għall-awtoritajiet kompetenti li jaraw li l-metodi xierqa ta' rutina jkunu użati bil-għan li jassiguraw li l-imsemmija normi jintlaħqu;

Billi d-determinazzjoni tal-metodi msemmija qabel tinkludi b' mod partikolari d-determinazzjoni ta' proċeduri analitiċi għall-iffissar ta' kriterji li tista' toqgħod fuqhom sabiex tiġi assigurata interpretazzjoni uniformi tar-riżultati,

ADOTTA DIN ID-DEĊIŻJONI:

Artikolu 1

Il-metodi għall-analizzar u l-ittestjar ta' ħalib ittrattat bis-sħana għandhom ikunu dawn li ġejjin:

— determinazzjoni tat-total tal-kontenut solidu,

— determinazzjoni tal-kontenut ta' grass,

— determinazzjoni tat-total tal-kontenut solidu li mhux grass,

— determinazzjoni tat-total tal-kontenut ta' nitroġenu,

— determinazzjoni tal-kontenut ta' proteini,

— determinazzjoni tal-massa speċifika.

[1] ĠU L 226, ta' l-24.8.1985, p. 13, kif l-aħħar emendat bid-Direttiva 89/662/KEE (ĠU L 395, tat-30.12.1989, p. 13).

Artikolu 2

L-implimentazzjoni tal-metodi ta' referenza għall-analiżi u l-ittestjar, id-determinazzjoni tal-kriterji ta' min jorbot fuqhom u l-ġbir ta' kampjuni għandu jkun imwettaq bi qbil mar-regoli stabbiliti fl-Anness I.

Artikolu 3

Il-metodi li hemm referenza dwarhom fl-Artikolu 1 huwa stabbiliti fl-Anness II.

Artikolu 4

Din id-Deċiżjoni hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, fl-14 ta' Novembru 1992.

Għall-Kunsill

Il-President

J. GUMMER

L-ANNESS I

I. **DISPOSIZZJONIJIET ĠENERALI**

1. INTRODUZZJONI

Dispożizzjonijiet ġenerali fir-rigward ta' reaġenti, tagħmir, espressjoni ta' riżultati, rapporti ta' preċiżjoni u testijiet huma deskritti. Awtoritajiet kompetenti ta' Stati Membri u laboratorji ta' inforzar inkarigati mill-kampjunar u l-ittastjar ta' ħalib għandhom jirrispettaw dawn id-dispożizzjonijiet.

2. REAĠENTI

2.1. **Ilma**

2.1.1. Kull meta jkun imsemmi l-ilma għal soluzzjoni, taħlita jew skopijiet ta' tlaħliħ, ilma ddistillat, ilma dejonizzat jew ilma dimineralizzat ta' mill-anqas purità ekwivalenti, għandu jkun użat sa kemm ma jkunx speċifikat mod ieħor.

2.1.2. Kull meta ssir referenza għal "soluzzjoni" jew "taħlita" mingħajr aktar indikazzjoni, "soluzzjoni fl-ilma" jew "taħlita bl-ilma" tkun indikata.

2.2. **Kimiċi**

Il-kimiċi kollha użati għandhom ikunu ta' kwalità analitika rikonoxxuta sakemm ma jkunx speċifikat mod ieħor.

3. APPARAT

3.1. **Lista ta' apparat**

Il-listi ta' apparat mogħtija fil-metodi differenti ta' referenza fihom biss dawk id-dettalji b'użu speċjalizzat u dettalji għal speċifikazzjoni partikolari.

3.2. **Miżien analitiku**

"Miżien analitiku" jfisser miżien li kapaċi jiżen f'0,1 mg.

4. ESPRESSJONI TA' RIŻULTATI

4.1. **Riżultati**

Sakemm ma jkunx speċifikat, mod ieħor ir-riżultati mistqarra fir-rapport tat-test (6) għandhom ikunu l-valur medju artimetiku minn żewġ testijiet li jissodisfaw il-kriterju ta' repetibbilità (5.1.1.) mistqarra għal dak il-metodu. Jekk il-kriterju ta' repetibbilità ma jkunx ġie sodisfatt, it-test għandu jekk ikun possibbli, ikun irrepetut, jew ir-riżultati ddikjarati invalidi.

4.2. **Kalkolazzjoni ta' perċentwali**

Ħlief fejn speċifikat mod ieħor, ir-riżultat għandu jkun ikkalkolat bħala perċentwali b'massa tal-kampjun.

5. KRITERJI TA' PREĊIŻJONI REPETIBBILITA' U RIPRODUĊIBBILITA'

5.1. Il-kriterji ta' preċiżjoni mogħtija għal kull metodu huma ddefiniti kif ġej:

5.1.1. *Repetibbilità (r)* hija l-valur taħt id-differenza assoluta bejn żewġ testijiet singoli akkwistati bl-istess proċedura fuq materjal identiku ta' testijiet, taħt l-istess kondizzjonijiet (l-istess operatur, l-istess apparat, l-istess laboratorju, u intervall qasir ta' żmien) tkun isseħħ.

5.1.2. *Riproduċibbilità (R)* hija l-valur taħt id-differenza assoluta bejn żewġ testijiet singoli akkwistati bl-istess proċedura fuq materjal identiku ta' testijiet, taħt l-istess kondizzjonijiet (operaturi differenti, apparati differenti, laboratorji differenti, u/jew żmien differenti) tkun isseħħ.

5.1.3. Sakemm ma jkunx speċifikat mod ieħor għal kull metodu differenti l-valuri għall-kriteji ta' repetibbilità - u riproduċibilità għal kull proċeduta jirrapreżentaw il-95 % ta' livell ta' fiduċja f'intervalli kif iddefiniti b' ISO 5725: 2'ed. 1986.

5.1.4. Il-provi u l-istudji kollaborattivi meħtieġa għandhom ikunu ppjanti u mwettqa bi qbil mal-linji ta' gwida internazzjonali.

6. RAPPORT TAT-TEST

Ir-rapport tat-test għandu jispeċifika l-metodu ta' analiżi użat kif ukoll ir-riżultati akkwistati. B'żieda. għandu jagħti xi dettalji ta' proċedura użata li ma hiex speċifikata fil-metodu ta' l-analiżi jew li hija voluntarja, kif ukoll xi ċirkostanzi oħra li setgħu influwenzaw ir-riżultati akkwistati. Ir-rapport tat-test għandu jagħti l-informazzjoni kollha meħtieġa għall-identifikazzjoni sħieħa tal-kampjun.

II. **KAMPJUNAR TA' ĦALIB ITTRATTAT BIS-SĦANA**

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Din il-proċedura tispeċifika l-metodu ta' referenza għall-kampjunar, it-trasport u l-ħażna ta' kampjuni ttrattati bis-sħana.

2. ĠENERALI

Kampjunar ta' ħalib ittrattat bis-sħana li jkun f'tankijet, eċċ., għandu jkun imwettaq minn operatur imħarreġ li kellu taħriġ adattat qabel ma jkun daħal għall-kampjunar tal-ħalib.

Jekk huma jqisu li tkun xierqa, l-awtoritajiet kompetenti jew il-laboratorju tat-testijiet għandhom jagħtu taħriġ lill-persuni tal-kampjunar f'tekniki ta' kampjunar biex jassiguraw li l-kampjun ikun rappreżentattiv ta' u in konformità ma', il-lott kollu.

Jekk huma jħossu li tkun xierqa, l-awtoritajiet kompetenti jew il-laboratorju tat-testijiet għandhom jagħtu taħriġ lill-persuni dwar l-immarkar tal-kampjun biex jassiguraw l-identità mhux-ambigwa tal-kampjun.

3. TAGĦMIR TA' KAMPJUNAR

3.1. **Ġenerali**

Tagħmir ta' kamjunar għandu jkun magħmul minn azzar inossidabbli, jew xi materjal ieħor adattat ta' saħħa adekwata u ta' kostruzzjoni adattata għall-iskop intenzjonat (taħlit, kamjunar, eċċ.). Deffusi u aġitaturi għal taħlit ta' likwidi f'kontenturi għandhom ikollhom spazju biż-żejjed biex jipproduċu taħlita adekwata tal-prodott, imma mingħajr ma jikkawżaw l-iżvilupp ta' togħma ta' tranġit. Kuċċaruni għandhom ikollhom manku solidu ta' tul suffiċjenti ħalli jkunu jistgħi jiġbru kampjun fi kwalunkwe fond fil-kontenitur kif ikun meħtieġ. Il-kapaċità tal-kuċċarun m'għandhiex tkun ta' anqas minn 50 ml.

Kontenituri tal-kampjuni u t-tiskir għandhom ikunu tal-ħġieġ, metalli jew plastka adattati.

Il-materjali li minnhom l-apparat tal-kampjunar (inklużi kontenituri jew tiskir) għandu jkun magħmul m'għandux jikkawża xi bidla fil-kampjun li tkun tista' taffetwa r-riżultati ta' l-eżamijiet. L-uċuħ kollha tat-tagħmir tal-kampjunar u l-kontenituri tal-kampjunar għandhom ikunu nodfa u xotti, lixxi u ħielsa minn xi xquq, u l-kantunieri għandhom ikunu mdawra.

4. TEKNIKA TA' KAMPJUNAR

4.1. **Ġenerali**

Irrispettivament mit-testijiet li għandhom ikunu mwettqa, il-ħalib għandu jkun imħawwad sewwa qabel il-kampjunar, jew b'mezzi manwali inkelli b'mezzi mekkaniċi.

Il-kampjun għandu jittieħed immedjetament wara t-taħwid waqt li l-ħalib ikunu għadu aġitat.

Il-volum tal-kampjun għandu jkun adekwat għall-ħtiġijiet tat-testijiet. Il-kapaċità tal-kontenituri tal-kampjunar użati għandha tkun tali li jkunu mimlija kważi kompletament bil-kampjun, b'ħekk jippermettu t-taħwid sewwa tal-kontenut qabel it-testijiet, imma jevitaw il-mastellar waqt it-trasport.

4.2. **Kampjunar manwali**

4.2.1. *Kampjunar ta' massa maqsuma*

Meta l-kwantità ta' ħalib li għandu jkun ittrasportat ikun f'aktar minn kontenitur wieħed, ħu kwantità rappreżentattiva minn kull kontenitur u nnota l-kwanità ta' ħalib li dwaru jkun jirrigwardja kull kampjun. Sakemm il-kampjuni minn kull kontenitur jeħtieġu li jkunu ttestjati individwalment, ħallat porzjonijiet ta' dawn il-kwantitajiet rappreżentattivi f'ammonti li huma proporzjonali għall-kwantità fil-kontenitur li minnu kull kampjun ikun ittieħed. Ħu kampjun(i) minn dawn l-ammonti proporzjonali ta' massa wara t-taħwid.

4.2.2. *Kampjunar minn btieti kbar - Ħażna, tankijiet tal-ferrovija u ta' fuq it-triq*

4.2.2.1. Ħawwad il-ħalib bi proċedura xierqa, qabel il-kampjunar.

Biex jitħawdu l-kontenuti ta' btieti kbar jew ta' ħażna, tankijiet tal-ferrovija jew tat-triq, l-użu ta' aġitazzjoni mekkanika hija rrakkomandata (4.2.2.2.).

Il-limitu ta' taħwid għandu jkun proporzjonat għall-perjodu ta' żmien li fih il-ħalib kien inżamm mingħajr ma jiċċaqlaq. L-effiċjenza tal-proċedura tat-taħwid applikata f'kull ċirkostanzi partikolari għandha tintwera bħala li tkun adekwata għall-iskopijiet ta' l-analisi maħsuba; il-kriterju ta' taħwid effiċjenti b' mod partikolari jinfluwenza s-similarità bejn ir-riżultati analitiċi minn kampjuni meħuda jew minn partijiet differenti ta' konsenji, jew mill-ħruġ tat-tank f'intervalli waqt it-tifrigħ. Proċedura għat-taħwid ta' ħalib (ħalib mhux ittrattat jew ħalib intier) għandha tkun meqjusa bħala effiċjenti jekk id-differenza fil-kontenut tal-grass bejn iż-żewġ kampjuni, meħuda skond dawn il-kondizzjonijiet, ikunu ta' anqas minn 0,1 %.

Bi btieti kbar li minnhom it-tifrigħ isir mill-qiegħ jista' jkun hemm, fil-pont tat-tifrigħ, kwantità żgħira ta' ħalib li ma tkunx rappreżentattiva tal-kontenuti intiera anki wara t-taħwid. Għalhekk kampjuni għandhom preferibbilment jittieħdu minn tappiera fin-naħa ta' fuq. Jekk kampjuni jittieħdu min-naħa ta' isfel minn fejn isir it-tifrigħ, ħalli ammont suffiċjenti ta' ħalib li jgħaddi biex tassigura li l-kampjuni huma rappreżentattivi ta' l-ammont kollu.

4.2.2.2. Taħwid tal-kontenuti ta' btieti kbar jew ta' ħażniet, tankijiet tal-ferrovija jew tat-triq għandu jsir:

— b'aġitatur mekkaniku mibni fit-tankijiet u mħaddem b'mutur elettriku;

— bi skrun jew aġitatur imħaddem b'mutur elettriku u mqiegħed fuq it-tappiera bl-aġitatur imdendel fil-ħalib;

— fil-każ ta' tankijiet tal-ferrovija jew tat-triq, b'riċirkulazzjoni tal-ħalib minn manka tat-trasferiment imwaħħla mal-pompa tal-ħatt tat-tank u mdaħħla mit-tappiera;

— b'arja kkompressata nadifa u ffiltrata. F'dan il-każ, pressa minima u volum ta' arja għandha tkun użata biex ma tħallix li jiżviluppa togħma ta' trankit.

4.3. **Kampjunar ta' ħalib ittrattat bis-sħana għall-konsum dirett f'pakketti bl-imnut**

Kampjuni ta' ħalib ittrattat bis-sħana għall-konsum dirett f'pakketti ta' l-imnut għandu jkun il-pakkett sħieħ issiġġillat. Jekk possibbli, il-kampjuni għandhom jittieħdu mill-magna ta' l-ippakkjar jew mill-kamra tal-kesħa fl-istabbiliment tat-trattar malajr kemm jista' jkun possibbli wara l-ipproċessar (għall-ħalib pasturizzat fl-istess jum ta' l-ipproċessar).

Il-kampjuni għandhom jittieħdu għal kull tip ta' ħalib ittratatt bis-sħana (pasturizzat, ittrattat UĦT u sterilizzat) f'numru korrespondenti ta' l-eżamijiet li għandhom isiru bi qbil ma' l-istruzzjonijiet stabbiliti mill-laboratorju tat-testijiet jew minn awtorità kompetenti oħra.

5. IDENTIFIKAZZJONIJIET TAL-KAMPJUNI

Il-kampjun għandu jkun immarkat b'kodiċi ta' identifikazzjoni ħekk li jista' jkun identifikat mingħajr tbatija billi juża struzzjonijiet mogħtija mil-laboratorju tat-testijiet jew mill-awtorità kompetenti.

6. PRESERVAZZJONI, TRASPORT U ĦAŻNA TA' KAMPJUNI

Bi qbil ma' l-awtorotà kompetenti nazzjonali, istruzzjonijiet li jikkonċernaw il-kondizzjonijiet għall-preservazzjoni (kimika, temperatura), it-trasport, il-ħażna u l-ħin bejn il-kampjunar u l-analiżi tal-ħalib għandhom ikunu mħejjija mil-labiratorju tat-testjar bi qbil mat-tip ta' ħalib u l-proċedura ta' analiżi użata.

Fl-istruzzjoni dawn il-punti segwenti għandhom ikunu inklużi:

— Waqt it-trasport u l-ħażna, għandhom jittieħdu prekwazzjonijiet biex ma jħallux esposizzjoni għall-irwejjaħ ta' kontaminazzjoni u għad-dawl dirett tax-xemx. Jekk il-kontenitur użat għall-kampjuni jkun trasparenti, għandu jkun maħżun f'post mudlam.

L-ANNESS II

I. DETERMINAZZJONI TA' KONTENUT TOTALI TA' SOLIDI

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Din il-proċedura tispeċifika l-metodu ta' referenza għad-dereminazzjoni tal-kontenut ta' solidi totali tal-ħalib.

2. DEFINIZZJONI

Kontenut ta' solidi totali: Il-massa li tibqa' wara t-twettiq tal-proċedura speċifikata ta' tnixxif u espressa bħala perċentwali b'massa.

3. PRINĊIPJU

Evaporazzjoni ta' l-ilma minn porzjon ta' test f'temperatura ta' 102 + 2 °C f'forn tat-tnixxif.

4. APPARTATUS U OĠĠETTI TAL-ĦĠIEĠ

Tagħmir tas-soltu tal-laboratorju, u b' mod partikolari:

4.1. **Miżien analitiku**

4.2. **Dessikatur**, ipprovdut b'dissekant effiċjenti (per eżempju boċċi ta' silika mnixxfa friski b'indikatur ta' kontenut ta' ilma).

4.3. **Forn tat-tnixxif**, ivventilat, ikkontrollat termostatikament fi 102 ± 2 °C ma tul it-total ta' l-ispazju.

4.4. **Dixxijiet bil-qiegħ ċatt**, ta' għoli ta' 20 sa 25 mm, dijametru 50 sa 75 mm, u minn materjal xieraq, ipprovduti b'għotjiet li jagħlqu sewwa u li jistgħu jinqalgħu faċilment.

4.5. **Banju** ta' l-ilma tat-tgħolija

4.6. **Omoġenizzatur**

5. PREPARAZZJONI TAL-KAMPJUN TAT-TEST

Wassal il-kampjun tal-ħalib bejn temperatura ta' 20 sa 25 °C Ħawwad tajjeb ħafna biex tassigura distribuzjoni omoġeniżżati tal-grass waqt il-kampjun. Evita li tħawwad b' tant qawwa li ttella' r-raġħwa jew l-immastellar tal-grass. Jekk jinstab li jkun diffiċli li jixtered is-saff tal-krema, saħħan bil-mod għal bejn 25 u 40 °C u b'taħwid bl-akbar kura, inkorpora xi krema li tkun waħlet mal-kontenitur. Kessaħ malajr il-kapjun għal bejn 20-25 °C.

Jekk mixtieq, omoġenizzatur jista' jkun użat biex jgħin fit-tixrid tal-grass.

Riżultati tajbin ma jistgħux ikunu mistennija jekk il-kampjun ikun fih grass likwidu separat jew viżibilment separat f'għamla rregolari ta' partiċelli bojod li jkunu mwaħħla mal-ġnub tal-kontenitur.

6. PROĊEDURA

6.1. **Tħejjija tad-dixx**

Saħħan dixx (4.4.) bl-għatu mqiegħed ma' ġenbu f'forn (4.3.), ikkontrollat fi 102 ± 2 °C, għal mill-anqas 30 minuta. Qiegħed l-għatu fuq id-dixx u immedjetament ittrasferixxi bejn id-dessikatur (4.2.), ħalli li jiksaħ għal temperatura tal-kamra (i.e. għal mill-anqas 30 minuta) u iżen għall-eqreb 0,1 mg.

6.2. **Porzjon tat-test**

Immedjetament iżen, bejn l-eqreb 0,1 mg, 3 sa 5 g tal-kampjun imħejji tat-test (5.) fid-dixx imħejji (6.1.).

6.3. **Determinazzjoni**

6.3.1. Nixxef minn qabel id-dixx għal 30 minuta billi ssaħħnu fuq banju b'ilma jagħli (4.5).

6.3.2. Saħħan id-dixx, bil-għatu ma' ġenbu, f'forn (4.3), ikkontrollat fi 102 ± 2 °C għal sagħtejn. Qiegħed l-għatu fuq id-dixx u oħorġu mill-forn.

6.3.3. Ħallih jiksaħ fid-dessikatur (4.2.) għat-temperatura tal-kamra (i.e. għal mill-anqas 30 minuta) u iżen għall-eqreb 0,1 mg.

6.3.4. Saħħan id-dixx mill-ġdid, bil-għatu ma' ġenbu, f'forn għal siegħa waħda. Qiegħed l-għatu fuq id-dixx u neħħi mill-forn. Ħalli jiksaħ għal madwar 30 minuta fid-dessikatur u iżen bejn l-eqreb 0,1 mg.

6.3.5. Irrepeti l-operazzjoni deskritta fi 6.3.4. sakemm id-differenza fil-massa bejn iż-żewġ piżijiet konsekuttivi ma taċċedix 0,5 mg. Irreġistra l-massa l-aktar baxxa.

7. ESPRESSJONI TA' RIŻULTATI

7.1. **Kalkolazzjoni u formola**

Ikkalkola l-kontenut totali ta' solidi bħala perċentwali tal-massa minn:

$$W_T = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

meta

W_T = il-kontenut totali ta' solidi fi g kull 100 g,

m_0 = il-massa, fi grammi, tad-dixx u l-għatu (ara 6.1.),

m_1 = il-massa, fi grammi, tad-dixx u l-għatu u l-porzjon tat-test (ara 6.2.),

m_2 = il-massa, fi grammi, tad-dixx u l-għatu u l-porzjon niexef tat-test (ara 6.3.5.).

Ressaq il-valur akkwistat bejn l-eqreb 0,01 % (perċentwli bil-massa).

7.2. **Preċiżjoni**

7.2.1. *Repetibbilità (r)*: 0,10 g tas-solidi totali għal kull 100 g ta' prodott.

7.2.2. *Reproduċibbilità (R)*: 0.20 g tas-solidi totali għal kull 100 g ta' prodott.

II. **DETERMINAZZJONI TA' KONTENUT TA' GRASS**

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Din il-proċedura tispeċifika l-metodu ta' referenza għad-determinar tal-kontenut ta' grass ta' ħalib nej u ta' ħalib intier, ħalib parzjalment xkumat u ħalib xkumat.

2. DEFINIZZJONI

Kontenut ta' grass fil-ħalib: il-materjal kollu huwa ddeterminat bil-metodu speċifikat. Huwa espress b'perċentwali bil-massa.

3. PRINĊIPJU

Soluzzjoni ammoniacal ethanolic ta' porzjon ta' test hija estratta b' eteru diethyl u petroleum ħafif, is-solventi mneħħija b'distillazzjoni jew evaporazzjoni, u l-massa tal-materjal estratt maħlul f'petroleum ħafif, hija ddeterminata. (Din il-proċedura normalment hija magħrufa bħala l-metodu Roese-Gottlieb).

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' kwalità analitika rikonoxxuta u m'għandhom iħallu l-ebda residwi apprezzabli meta meħuda minn test vojt.

Biex isir it-test tal-kwalità ta' reaġenti, wettaq determinazzjoni kif speċifikat f'6.3. Uża garafina, ważett jew dixx tal-metall (5.8.) għall-użin, ippreparat kif speċifikat f'6.4. bħala tara (biex tippermetti korrezjoni għall-effetti fuq ir-riżultat ta' l-użin, ikkawżat b'tibdil fil-kondizzjonijiet atmosferiċi). Jekk ir-residwu, ikkorreġut għall-kambju apparenti bil-massa tat-tara ikun akbar minn 2,5 mg, iddetermina r-residwu jew is-solventi separatament b'evaporazzjoni ta' 100 ml ta' eteru diethyl (4.4.) I 100 ml ta' petroleum ħafif (4.5.)rispettivament. Uża ukoll it-tara għall-użin. Meta r-residwu jkun akbar minn 2,5 mg, naddaf is-solvent permezz ta' distillazzjoni jew kambju tas-solvent.

4.1. **Soluzzjoni ta' l-ammonja**, li jkun fiha approssimament 25 % (m/m) ta' NH_3. Soluzzjoni aktar ikkonċentrata ta' ammonja tista' ukoll tkun użata (ara 6.5.1. u A.1.5.1.).

4.2. **Ethanol**, f'mill-anqas 94 % (v/v). Ethanol denaturizzat b'methanol jista' jkun użat basta li jkun żgur li r-riżultati tad-determinazzjoni ma jkunux affetwati.

4.3. **Soluzzjoni aħmar tal-Kongo jew aħmar ta' Kriżol**

Dewweb 1 g ta' aħmar tal-Kongo jew aħmar tal-Kriżol u ddilwixxi għal 100 ml.

Nota: *L-u*żu ta' din is-soluzzjoni, li tippermetti l-unjoni taż-żewġ uċuh tas-solventi u s-saffi akkweji biex ikunu jidhru aktar ċari, hija voluntarja (ara 6.5.2.). Soluzzjonijiet oħra ta' kulur akkweju jistgħu jintużaw basta li dawn ma jaffettwawx ir-riżultat tar-determinazzjoni.

4.4. **Diethylether**, ħieles minn perossidi li ma jkunx fih aktar minn 2 mg/kg ta' anti-ossidanti, u li jilħaq il-ħtiġijiet tat-test vojt (6.3.).

4.5. **Petroleum** ħafif, li jkollu l-medja ta' meta jibda jbaqbaq bejn 30 u 60 °C.

4.6. **Taħlita ta' solventi**, ippreparata ftit qabel l-użu b'taħlita ugwali ta' volumi ta' eteru *diethyl* (4.4.) u *petroleum* ħafif (4.5.).

5. APPARTATUS U OĠĠETTI TAL-ĦĠIEŻ

Avviż: La darba d-determinazzjoni tinvolvi l-użu ta' solventi fjammabbli volatili, xi apparat elettriku użat għandu jkun konformi mal-leġislazzjoni li tirrigwardja l-użu ta' solventi bħal dawn.

Tagħmir tas-soltu tal-laboratorju, u b' mod partikolari:

5.1. **Miżien analitiku**

5.2. **Ċentrifuga**, li fiha l-graffina jew tubi ta' estrazzjoni tal-grass (5.6.) tista' tkun imdawwra f'frekwenza rotazzjonali ta' 500 sa 600 tidwira f'minuta waħda fi stat ta' gravità ta' 80 sa 90 g fuq il-parti ta' barra tal-graffini jew tubi.

Nota: *L-u*żu ta' ċentrifuga huwa opzjonali (6.5.5.).

5.3. **Apparat ta' distillazzjoni jew evaporazzjoni**, biex jippermetti s-solventi u l-*ethanol* li jkunu ddistillati minn garafini jew li jkunu evaporati minn vażetti jew dixxijiet (ara 6.5.12. u 6.5.15.) f'temperatura li ma teċċedix 100 °C.

5.4. **Forn**, imsaħħal bl-elettriku, b'bokok ta'ventilazzjoni minfuħa beraħ, kapaċi li jkun ikkontrollar f'temperatura ta' 102 ± 2 °C waqt l-ispazju tax-xogħol. Il-forn għandu jkun mgħammar b'termometru adattat.

5.5. **Banju ta' l-ilma**, kapaċi li jkun jista' jinżamm f'temperatura ta' 35 - 40 °C.

5.6. **Garafini ħoxnin ta' estrazzjoni tat-tip Mojonnier**

Nota: *Huwa wkoll possibbli li jintużaw* tubi ħoxnin ta' estrazzjoni b'sifun jew apparat ta' flixkun tal-ħasil, imma l-proċedura mbagħad tkun differenti u hija speċifikata fl-Appendiċi.

Il-garafini (jew tubi) għandhom ikunu pprovduti bi ħġieġa mgħarika jew qoxra ta' sufra ta' kwalità tajba jew għeluq ieħor li ma jkunu affetwati bir-reaġenti użati. Qxur tas-sofra għandhom ikunu estratti bl-eteru *diethyl* (4.4.) miżmuma fl-ima f'60 °C jew aktar għal mill-anqas 15-il minuta, u mbagħad għandhom jitħallew jikxfu fl-ilma hekk li dawn ikunu ssaturati meta jkunu użati.

5.7. **Xtilliera**, biex iżżomm il-garafini ħoxnin ta' l-estrazzjoni (jew tubi) (ara 5.6.).

5.8. **Flixkun tal-ħasil**, adattat għall-użu mas-solvent imħallat (4.6.). Flixkun tal-ħasil tal-plastika m'għandux ikun użat.

5.9. **Vażetti ħoxnin tal-ġbir**, per eżempju garafini tat-tgħolija (qiegħ ċatt), jew garafini Erlenmeyer ta' kapaċità 125-250 ml jew dixxijiet tal-metall. Jekk dixxijiet tal-metall ikunu użati, dawn għandhom preferibilment ikunu ta' azzar inossidabbli, għandhom ikunu b'qiegħ ċatt, preferibbilment b'żennuna, u għandhom ikollhom dijametru ta' 80 sa 100 mm u għoli ta' ma dwar 50 mm.

5.10. **Apparat tat-tgħolija**, ħieles minn xaħmijiet, ta' proċellana mhux poruża jew ta' karbide tas-silikon jew żibeġ tal-ħġieġ (opzjonali fil-każ ta' dixxijiet tal-metall).

5.11. **Ċilindri tal-kejl**, ta' kapaċitajiet ta' 5 u 25 ml.

5.12. **Pipetti**, iggradwati b'sinjali, ta' kapaċità ta' 10 ml.

5.13. **Pinzetti**, magħmula mill-metal, adattati biex iżommu l-garafini, vażetti jew dixxijiet.

6. PROĊEDURA

Nota: Il-proċedura alternattiva li tuża tubi li jiġbdu l-grass b'sifun jew tagħmir ta' flixkun tal-ħasil (ara nota għal 5.6.) hija deskritta fl-Appendiċi.

6.1. **Tħejjija tal-kampjun għat-test**

L-aġġustament tat-temperatura tal-kampjun tal-laboratorju għal bejn wieħed u ieħor 35-40 °C għal 15 il-minuta, permezz ta' banju bl-ilma, huwa meħtieġ. Ħawwad il-kampjun sewwa, imma b'ġentilezza, billi ripetutament taqleb il-flikxun tal-kampjun ta' taħt fuq mingħajr ma toħloq ragħwa, u kessaħ malajr għal bejn wieħed u ieħor 20 °C

6.2. **Porzjon tat-test**

Ħallat il-kampjun tat-test (6.1.) billi b'ġentilezza taqleb il-flixkun tlieta jew erba' darbiet u iżen immedjetament, għall-eqreb 1 mg, 10 sa 11 g tal-kampjun tat-test, direttament jew b'differenza, f'wieħed mill-vażetti ta' l-estrazzjoni (5.6.).

Il-porzjon tat-test għandu jkun imwassal sħieħ kemm jista' jkun possibbli bejn il-bozza l-aktar baxxa (l-iżgħar) tal-garafina ta' l-estrazzjoni.

6.3. **Test vojt**

Wettaq it-test vojt simultanjament bid-determinazzjoni billi tuża l-istess proċedura u l-istess reaġenti, imma ibdel il-porzjon tat-test b' 10 sa 11 ml ta' ilma.

Il-kambjament fil-massa apparenti tal-vażett tal-ġbir tal-grass. ikkoreġut bejn il-kambju apparenti f'massa tal-vażett tal-kontroll, m'għandux ikunu akbar minn 2,5 mg.

6.4. **Preparazzjoni ta' vażett għall-ġbir tal-grass**

Nixxef vażett (5.9.) flimkien ma' ftit għajnuniet tat-tgħolija (5.10.) biex tħeġġeġ tgħolija ġentili waqt it-tneħħija sussegwenti tas-solvent fil-forn (5.4.) għal siegħa waħda. Ħalli l-vażett jibred (mhux f'dessikatur imma mħares mill-għabra) bejn it-temperatura tal-kamra ta' l-użin (għal vażetti tal-ħġieġ ħalli mill-anqas siegħa waħda, għal dixxijiet tal-metall ħalli mill-anqas 30 minuta). Ħu kura biex tevita varjazzjonijiet f'temperatura, uża pinzetti biex tqiegħed il-vażett fuq il-miżien u iżen lejn l-eqred 1,1 mg.

6.5. **Determinazzjoni**

6.5.1. Żid 2 ml ta' soluzzjoni ta' amonja (4.1.) jew volum ekwivalenti ta' soluzzjoni ta' ammonja aktar ikkonċentrata u ħawwad kompletament mal-porzjon tat-test fil-bozza żgħira tal-garafina. Wara ż-żieda ta' l-ammonja, wettaq id-determinazzjoni mingħajr dewmien.

6.5.2. Żid 10 ml ta' l-*ethanol* (4.2.) u ħawwad b'ġentilezza imma kompletament billi tħalli l-kontenuti tal-garafina li jmorru lura u ' l quddiem bejn iż-żewġ bozoz; evita li twassal il-likwidu qrib iż-żejjed lejn l-għonq tal-garafina. Jekk mixtieq, żid żewġ taqtirtiet tas-soluzzjoni ta' l-aħmar tal-Kongo jew ta' l-aħmar tal-Kriżol (4.3.).

6.5.3. Żid 25 ml ta' eteru *diethyl* (4.4.), għalaq il-garafina b'tapp tas-sufra ssaturat bl-ilma jew b'tapp imxarrab bl-ilma (ara 5.6.), u ċekċek il-garafina b'qawwa, imma mhux b'eċċessività (sabiex tevita l-formazzjoni ta' emulsjonijiet persistenti), għal minuta waħda bil-garafina f'pożizjoni orrizzontali u l-bozza ż-żgħita testendi ' l fuq. Perjodikament ħalli l-likwidu fil-bozza l-kbira li jgħaddi bejn il-bozza ż-żgħira. Jekk meħtieġ, berred il-garafina f'ilma ġieri, imbagħad bl-akbar kura neħħi t-tapp tas-sufra jew it-tapp u laħalħu u l-għonq tal-garafina bi ftit mis-solvent imħallat (4.6.) billi tuża l-flixkun tal-ħasil (5.8.) hekk li t-tlaħlieħ jinżel fil-garafina.

6.5.4. Żid 25 ml ta' *petroleum* ħafif (4.5.) għalaq il-garafina, bit-tapp tas-sufra jew it-tapp imxarrab mill-ġdid (erġa' xarrab billi ddeffes fl-ilma). u ċekċek il-garafina b'ġentilezza għal 30 sekonda kif deskritt f'6.5.3.

6.5.5. Iċċentrifuga l-garafina magħluqa għal minn minuta sa ħames minuti fi frekwenza rotazzjonali ta' 500 sa 600 rev^{-1} (5.2.). Jekk ċentrifuga ma tkunx disponibbli (ara nota għal 5.2.) ħalli l-garafina magħulqa li tistrieq fuq il-gradilja għal mill-anqas 30 minuta sa kemm is-saff supernatanti jkun ċar u distintament isseparat mis-saff akkweju. Jekk meħtieġ, berred il-garafina f'ilma ġieri.

6.5.6. Bl-akbar kura neħħi t-tapp tas-sufra jew it-tapp u laħalħu u l-ġewwieni ta' l-għonq tal-garafina bi ftit mis-solvent imħallat (4.6.) hekk li t-tlaħlieħ jinżel fil-garafina.

Jekk il-laqgħa taż-żewġ uċuħ tkun taħt il-għonq tal-garafina, erfa' din kemm xejn ' il fuq minn dan il-livell billi b'ġentilezza żżid ilma mal-ġenb tal-garafina biex tiffaċilita d-dekantinazzjoni tas-solvent.

6.5.7. Żomm il-garafina ta' l-estrazzjoni mill-bozza ż-żgħira, bl-akbar kura ferra' kemm jista' jkun possibbli mis-saff supernatanti fil-vasett imħejji għall-ġbir tal-grass (6.4.) li jkun fih xi ftit ta'għajnuniet tat-tgħolija (5.10.) fil-każ ta' garafini (opzjonali b'dixxijiet tal-metall), evita li tferra' xi parti mis-saff akkweju.

6.5.8. Laħlaħ in-naħa ta' barra ta' l-għonq tal-garafina ta' l-estrazzjoni bi ftit mis-solvent imħallat (4.6.), iġbor it-tlaħliħ f'vażett tal-ġbir tal-grass u ħu kura li s-solvent imħallat ma jinxteridx fuq in-naħa ta' barra tal-garafina ta' estrazzjoni.

Jekk mixtieq, is-solvent jew parti tas-solvent tista' tkun imneħħija mill-vażett b'distillazzjoni jew evaporazzjoni kif deskritt f'6.5.12.

6.5.9. Żid 5 ml ta' l-ethanol (4.2.) mal-kontenuti tal-garafina ta' l-estrazzjoni, tuża l-ethanol biex tlaħlaħ il-ġewwieni ta' l-għonq tal-garafina u ħallat kif deskritt f'6.5.2.

6.5.10. Wettaq it-tieni estrazzjoni billi tirrepeti l-operazzjoni deskritta f'6.5.3. sa 6.5.8. inklussivi, imma uża biss 15 ml ta' eteru *diethyl* (4.4.) u 15 ml ta' *petroleum* ħafif (4.5.); uża l-eteru biex tlaħlaħ il-ġewwieni ta' l-għonq tal-garafina ta' l-estrazzjoni. Jekk meħtieġ, tella' l-laqgħa taż-żewġ uċuh bejn in-nofs ta' l-istemma tal-garafina biex tgħin ħalli t-tifrigħ finali tas-solvent ikunu komplut kemm jista' jkun possibbli.

6.5.11. Wettaq it-tielet estrazzjoni billi tirrepeti l-operazzjonijiet deskritti f'6.5.3. sa 6.5.8. inklussivi, imma uża biss 15 ml ta' eteru *diethyl* (4.4.) u 15 ml ta' *petroleum* ħafif (4.5.); uża l-eteru biex tlaħlaħ il-ġewwieni ta' l-għonq tal-garafina ta' l-estrazzjoni. Jekk meħtieġ, tella' l-laqgħa taż-żewġ uċu bejn in-nofs ta' l-għonq tal-garafina biex tgħin ħalli t-tifrigħ finali tas-solvent ikun komplut kemm jista' jkun possibbli.

It-tielet estrazzjoni tista' tinqabeż għall-ħalib xkumat.

6.5.12. Neħħi s-solventi (inkluż l-ethanol) kompletament kemm jista' jkun possibbli mill-garafina b'distillazzjoni, jew mit-tazza biż-żennuna jew minn dixx bl-evaporazzjoni (5.3.), laħlaħ il-ġewwieni ta' l-għonq tal-garafina bi ftit mis-solvent imħallat (4.6.) qabel ma tibda d-distillazzjoni.

6.5.13. Saħħan il-vażett tal-ġbir tal-grass (bil-garafina mqiegħda fuq il-ġemb tagħha biex tħalli l-fwar tas-solvent jiskappa) għal siegħa waħda fil-forn (5.4.). Neħħi l-vażett tal-ġbir tal-grass mill-forn, ħalli jibdred (mhux f'dessikatur, imma mħares mill-għabra) għat-temperatura tal-kamra ta' l-użin (għal vażetti tal-ħġieġ ħalli mill-anqas siegħa waħda, għal dixxijiet tal-metall ħalli mill-anqas 30 minuta) u iżen għall-eqreb 0,1 mh.

Timsaħx il-vażett immedjetament qabel l-użin. Qiegħed il-vażett fuq il-miżien billi tuża pinzetta u evita, b' mod partikolari, varjazzjonijiet fit-temperatura.

6.5.14. Irrepti l-operazzjonijiet deskritti fi 6.5.13. sakemm il-massa tal-vażett tal-ġbir tal-grass tonqoss b'0,5 mg jew anqas, jew tiżdied, bejn żewġ użinijiet suċċessivi. Irreġistra l-massa minima osservata bħala l-massa tal-vażett tal-ġbir tal-grass u l-materjal estratt.

6.5.15. Żid 25 ml ta' *petroleum* ħafif mal-vażett tal-ġbir tal-grass sabiex tivverifika jekk jew le il-materjal estratt ikunx kollu jinħall. Saħħan b'ġentilezza u dawwar is-solvent sa kemm il-grass ikun imħall kollu.

Jekk il-materjal estratt ikun jinħall kollu *f'petroleum* ħafif, ħu l-massa tal-grass bħala d-differenza bejn il-massa finali tal-vażett li jkun fih il-materjal estratt (6.5.14) u l-massa inizjali (6.4.).

6.5.16. Jekk il-materja estratta ma tkonx kollha tinħall *f'petroleum* ħafif, jew fil-każ ta' dubju, iġbed il-grass kompletament mill-vażett billi ripetutament taħsel *b'petroleum* ħafif imsaħħan.

Ħalli xi traċċa ta' materjal li ma jinħallx li joqgħod fil-qiegħ u b'kura ferra' l-*petroleum* ħafif mingħajr ma tneħħi xi materjal li ma jkunx inħall. Irrepeti din l-operazzjoni tliet darbiet oħra, uża l-*petroleum* ħafif biex tlaħlaħ il-ġewwieni ta' l-għonq tal-vażett.

Finalment, laħlaħ il-barrani ta' fuq tal-vażett b'taħlita ta' solvent hekk li s-solvent ma jinxteridx fuq il-barrani tal-vażett. Neħħi l-fwar tal-*petroleum* ħafif mill-vażett billi ssaħħan il-vażett għal siegħa waħda fil-forn, ħallieh jibred u iżen, kif deskritt f'6.5.13. u 6.5.14.

Ħu l-massa tal-grass bħala d-differenza bejn il-massa ddeterminata fi 6.5.14. u din il-massa finali.

7. ESPRESSJONI TA' RIŻULTATI

7.1. **Kalkolazzjoni u formola**

Ikkalkola l-kontenut tal-grass bħala perċentwali bil-massa bi:

$$F = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

meta

F = il-kontenut tal-grass,

m_0 = il-massa, fi grammi, tal-porzjon tat-test (6.2.),

m_1 = il-massa, fi grammi, tal-vażett tal-ġbir tal-grass u materjal estratt iddeterminat fi 6.5.14.,

m_2 = il-massa, fi grammi, tal-vażett ippreparat għall-ġbir tal-grass jew, fil-każ ta' materjal mhux maħlul, tal-vażett tal-ġbir tal-grass u residwi li ma jinħallux iddeterminati fi 6.5.16.,

m_3 = il-massa, fi grammi, tal-vażett tal-ġbir tal-grass użat f'test vojt (6.3.) u xi materjal estratt iddeterminat fi 6.5.14.,

m_4 = il-massa, fi grammi, tal-vażett ippreparat għall-ġbir tal-grass (ara 6.4.) użat fit-test vojt (6.3.), jew, fil-każ ta' materjal mhux maħlul, tal-vażett tal-ġbir tal-grass u residwi li ma jinħallux iddeterminati fi 6.5.16.

Irrapporta r-riżultat għall-eqreb 0,01 %.

7.2. **Preċiżjoni**

7.2.1. *Repetibbilità (r)*:

— għal ħalib intier u ħalib parzjalment xkumat: 0,02 g ta' grass kull 100 g ta' prodott,

— għal ħalib xkumat: 0.01 g ta' grass kull 100 g ta' prodott.

7.2.2. *Reproduċibbilità (R)*:

— għal ħalib intier: 0.04 g ta' grass kull 100 g ta' prodott,

— għal ħalib parzjalment xkumat: 0.03 g ta' grass kull 100 g ta' prodott,

— għal ħalib xkumat: 0,025 g ta' grass kull 100 g ta' prodott.

III. DETERMINAZZJONI TA' SOLIDI TOTALI MHUX TAL-GRASS

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Din il-proċedura tispeċifika l-metodu ta' referenza għad-detereminazzjoni tal-kontenut ta' solidi totali mhux tal-grass f'ħalib ittrattat bis-sħana.

2. DEFINIZZJONI U KALKOLAZZJONI

Il-kontenut totali ta' solidi mhux tal-grass għandu jkun espress bħala perċentwali bil-massa.

Il-kontenut ta' solidi mhux tal-grass huwa:

Il-kontenut ta' solidi totali (ara Sezzjoni I) imnaqqas minnhom il-kontenut ta' grass (ara Sezzjoni II).

IV. DETERMINAZZJONI TAL-KONTENUT TOTALI TA' NITROĠENU

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Din il-proċedura tispeċifika l-metodu ta' referenza għad-determinazzjoni tal-kontenut totali ta' nitroġenu ta' ħalib nej u ta' ħalib intier, ħalib parzjalment xkumat u ħalib xkumat.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut totali ta' nitroġenu tal-ħalib: il-kontenut tan-nitrpġenu, espress bħala perċentwali b'massa, kif iddeterminat bil-metodu speċifikat Kjeldahl.

3. PRINĊIPJU

Kwantità miżuna tal-kampjun tal-ħalib hija inġestita b'aċidu sulforiku kkonċentrat u sulfat tal-putassa u sulfat tar-ramm (II) bħala katalist, sabiex tikkonverti n-nitroġenu tal-komponenti organiċi f'sulfat ta' l-ammonja. L-ammonija hija rrilaxxata biż-żieda ta' soluzzjoni ta' sodium hydroxide u mbagħad iddistillata u assorbita b'soluzzjoni ta' aċidu boriku. Din hija ttitrata b'soluzzjoni aċiduża.

4. REAĠENTI

4.1. **Sulfat tal-putassa** (K_2SO_4).

4.2. **Soluzzjoni ta' sulfat tar-ramm.** Dewweb 5,0 g ta' pentahydrate ta' sulfat tar-ramm (II) ($CuSO_4$,. $5H_2O$) f'ilma u żid l-ilma għal 100 ml (f'20 °C) f'garafina volumetrika.

4.3. **Aċidu sulforiku**, mill-anqas 98,0 % (m/m) H_2SO_4.

4.4. **Soluzzjoni ta' sodium hydroxide**, 47 % (m/m) 704 g NaOH/l (20 °C).

Nota: *Soluzzjoni anqas ikkon*ċentrata ta' sodium hydroxide tista' tintuża per eżempju: 40 % (m/m) 572 g/l, 20 °C; jew 30 % (m/m) 399 g/l, 20 °C.

4.5. **Soluzzjoni ta' aċidu boriku.** Dewweb 40g aċidu boriku (H_3BO_3) f'litru wieħed ta' ilma sħun, ħalli jibred, u aħżen fi flixkun tal-ħġieġ borosilikat.

4.6. **Soluzzjoni indikatriċi.** Dewweb 0,01g aħmar metiliku, 0,02g ikħal bromotimol u 0,06g aħdar bromokriżol f'100 ml ta' ethanol. Aħżen is-soluzzjoni fi flixkun kannella b'tapp, f'post frisk u mudlam.

4.7. **Soluzzjoni volumetrika**

c (½ H_2SO_4) or c(HCl) = 0,1 mol/l standardizzata bejn l-eqreb 0,0001 mol/l.

4.8. **Sucrose ħieles min-nitroġenu.**

4.9. **Melħ ta' l-ammonium**, pur, bħal ma huwa oxalat $(NH_4)_2C_2O_4,H_2O$ ta' l-ammonium jew sulfat ta' l-ammonju $(NH_4)_2SO_4$.

4.10. **Tryptophan** ($C_{11}H_{12}N_2O_2$), phenacetin ($C_{10}H_7CH_2CONH_2$) jew lysine mono- jew di-hydrochloride ($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl_6H_{14}N_2O_2 \cdot 2HCl$)

Nota: *Il-purità tar-reaġenti* f'4.9. u 4.10. għandha tkun ta' kwalità aktar għolja minn "grad analitiku". Jekk disponibbli, għandha tintuża soluzzjoni ta' melħ ta' l-*ammonium* iċċertifikat (4.9.).

5. APPARTATUS U OĠĠETTI TAL-ĦĠIEĠ

Tagħmir tas-soltu tal-laboratorju, u b' mod partikolari:

5.1. **Garafini Kjeldahl** ta' kapaċità 500 ml.

5.2. **Għajnuniet addattato għat-tgħolija**, żibeġ tal-ħġieġ ta' diamentru ta' madwar 5 mm, granuli Hengar, ħaffiefa.

5.3. **Pipetta Burette jew awtomatika**, biex twassal 1,0 ml.

5.4. **Ċilindri tal-kejl bil-gradwazzjonijiet**, ħġieġ, ta' kapaċitajiet 50, 100 u 250 ml.

5.5. **Apparat ta' diġestjoni** f'pożizzjoni inklinata (approssimament 45°), bi sħana elettrika jew b'burners tal-gass li ma jsaħħnux il-garafina aktar mil-livell tal-kontenut tagħhom, b'sistema ta' estrazzjoni tad-duħħan.

5.6. **Apparat tad-distillazzjoni**, magħmul minn ħġieġ borosilikat, li miegħu garafina Kjeldahl (5.1.) tista' tkun imwaħħla, li jikkonsisti f'ras tat-titjir effiċjenti konnessa ma' kondensatur effiċjenti b'tubu intern dritt u tubu tal-ħruġ imwaħħal mat-tarf ta'isfel tagħha; li jgħaqqad it-tubu u t-tapp(ijiet) għandu jkun jidhol inċin u preferibbilment ta' lastiku neoprene.

5.7. **Pipetta jew pipetta awtomatika**, biex twassal 0.10 ml.

5.8. **Garfina konikali**, ta' kapaċità 500 ml, iggradwata fi 200 ml.

5.9. **Buretta** ta' kapaċità 50 ml, iggradwata fi 0,1 ml, żball massimu ta' ± 0,05 ml.

5.10. **Lenti li tkabbar**, għall-qari tal-buretta (5.9.).

5.11. **Arloġġ pH**

5.12. **Buretta awtomatika.**

6. PROĊEDURA

6.1. Mal-garafina Kjelkahl (5.1.) żid għajnuna tat-tgħolija (5.2.) (e.g. tliet żibġiet tal ħġieġ), 15 g ta' sulfat tal-putassa (4.1.), 1,0 ml ta' soluzzjoni ta' sulfat tar-ramm (4.2.), madwar 5 g kampjun tal-ħalib (miżun għall-eqreb 0,001 g) u 25 ml ta' aċidu sulforiku (4.3.). Uża l-aċidu biex taħsel u twarrab xi soluzzjoni tas-sulfat tar-ramm, sulfat tal-putassa jew ħalib mill-għonq tal-garafina, u bil-ħlewwa ħallat il-kontenut tal-garafina.

Nota: *Min*ħabb li l-materjal organiku jikkonsuma l-aċidu sulfuriku waqt it-tgħolija, uża 30 ml ta' H_2SO_4 (4.3.), minflok il-25 ml għad-diġestjoni, jekk il-ħalib ikun fih aktar minn 5,0 % (m/m) ta' grass. Din għandha ssir ukoll fit-test fil-vojt.

6.2. Saħħan kull garafina Kjeldahl fuq l-apparat tad-diġestjoni (5.5.), l-ewwel b'ġentilezza kbira ħekk li r-ragħwa sewda kollha tibqa' fil-bozza. Meta r-rgħawa inizjali tkun waqfet u fwar folt abjad ikun jidher, għalli b'qawwa (il-fwar ta' l-aċidu jikkondensa għal nofs l-għonq tal-garafina) sakemm l-ebda partiċelli suwed ma jkunu baqgħu u sakemm id-diġest isir ta' lewn ċar ikħal-ħadrani. Imbagħad għalli bil-ħlewwa għal mill-anqas 1,5 sigħat. Innota dawn il-ħtiġijiet segwenti:

(a) Il-ħin tad-diġest biex isir ċar m'għandux ikunu ta' aktar minn sieġħa waħda, u t-total tal-ħin tad-diġistjoni m'għandux ikunu ta' anqas minn 2,5 sigħat. Jekk aktar minn sieġħa waħda tkun meħtieġa biex tintlaħaq iċ-ċarezza, il-ħin totali tad-diġestjoni għandu jkun miżjud kif meħtieġ.

(b) Is-sulfat tal-putassi miżjud għandu jħeġġeġ id-diġestjoni ħekk kif din tgħolli t-temperatura tat-tgħolija tat-taħlita. Jekk il-volum residwali ta' H_2SO_4 ikun anqas minn bejn wieħed u ieħor 15 ml fit-tmiem tal-ħin tad-diġestjoni, nitroġenu seta' kien mitluf minħabba sħana eċċessiva. Jekk is-sħana tkun bil-gass, saħħan il-garafina fuq pjanċa ta' materjal ta' insulazzjoni tas-sħana, li jkollhom ftuħ tond ta' ċertu dijametru li l-fjammi ħielsa jmissu biss il-parti tal-garafina li tkun taħt il-wiċċ tal-kontenut tal-likwidi (5.5.).

(ċ) Jekk partiċelli suwed jidħlu fl-għonq tal-garafina u ma jkunux kollha maħsula 'l isfel fil-bozza b'aċidu ta' reflużjoni waqt l-istadju inizjali tal-perijodu ta' tgħolija bil-qawwa (dan jista' jkun iffaċilitat bid-dawrien tal-garafina) ħalli l-garafina tibred biż-żejjed u b'kura aħsel bit-taħlita ta' ilma. Imbagħad kompli d-diġestjoni kif deskritt hawn fuq.

6.3. Meta l-garafini Kjeldahl ikunu kesħu, żid 300 ml ta' ilma (ara nota) ma' kull wieħed ħekk li taħsel bil-għaqal ' il isfel ta' l-għonq tal-garafina, u ħawwad il-kontenuti sewwa biex tassigura li l-kristalli li jkunu sseparaw ikunu nħallu. Żid għajuna tat-tgħolija (5.2.) biex tassigura tgħolija uniformi. Imbagħad ma' kull garafina, żid 70 ml ta' soluzzjoni idroxidu tas-soder (4.4.) (ara nota) billi b'ġentilezza tferra' s-soluzzjoni waqt l-għonq inklinat tal-garafina biex jifforma saff fil-qiegħ tal-bozza; ixxarabx in-naħa ta' fuq ta' l-għonq b'soluzzjoni ta' idroxidu tas-soder.

Nota: *Huwa meħtieġ* li l-volum sħieħ ta' ilma u soluzzjoni idroxida tas-soder ikollha total ta' 370 ml biex tiffaċilita madwar 150 ml ta' distillat li jkun miġbur ħekk qabel ma sseħħ it-tgħolija irregolari ("bumping") (6.4.). Hekk, jekk volum ekwivalenti akbar ta' soluzzjoni idroxida tas-soder li tkun anqas ikkonċentrata minn 47 % (m/m) tkun miżjuda, il-volum ta' l-ilma miżjud għandu jkun imnaqqas kif meħtieġ. Per eżempju, jekk 85 ml ta' 40 % (m/m) jew 125 ml ta' 30 % (m/m) ta' soluzzjoni idroxida tas-soder tkun miżjuda, il-volum ta' l-ilma għandu jkun 285 ml jew 245 ml rispettivament.

6.4. Immedjetament waħħal kull garafina Kjeldahl ma' apparat ta' distillazzjoni (5.6.). Assigura li l-ponta tat-tubu tal-ħruġ tal-kondensatur tkun imdeffsa fi 50 ml ta' soluzzjoni ta' aċidu boriku (4.5.) flimkien ma' 0,20 ml (5 6 taqtiriet) ta' soluzzjoni ta' indikatur (4.6.) kollha miżmuma fil-garafina konikali (5.8.). Dawwar il-kontenuti ta' kull garafina Kjeldahl biex tħawwad sewwa u għalli, imma ġentilment fil-bidu biex ma tħallix li jkun hemm ragħwa eċċessiva. Meta 100 sa 125 ml ta' distillat tkun ġiet miġbura, niżżel il-garafina konikali sal-ponta tat-tubu tal-ħruġ ta' kondensatur f'bejn wieħed u ieħor 40 mm il-fuq mill-marka 200 ml. Kompli b'kull distillazzjoni sakemm tgħolija irregolari ("bumping") tibda u mbagħad waqqaf immedjetament is-sħana. Skonnettja kull garafina Kjeldahl u laħlaħ il-ponta ta' kull tubu tal-ħruġ tal-kondensatur bi ftit ilma, iġbor it-tlaħlieħ fil-garafina konikali. Innota dawn il-ħtiġijiet segwenti:

(a) Ir-rata tad-distillazzjoni għandha tkun tali li madwar 150 ml ta' distillat ikunu miġbura meta tgħolija rregolari ("bumping") tibda, il-volum tal-kontenuti ta' kull garafina konikali għandu mbagħad ikun madwar 200 ml.

(b) L-effiċjenza ta' kull kondensatur għandha tkun tali li t-temperatura tal-kontenuti ta' kull garafina konikali ma teċċedix 25 °C waqt id-distillazzjoni.

6.5. Ittitra kull distillat b'soluzzjoni volumetrika normali (4.7.) sa kemm il-pH ikun 4,6 ± 0,1, billi tuża l-arloġġ tal-pH u jekk mixtieq il-buretta awtomatika. Żieda ta' indikatur tgħin biex tivverifika jekk it-titrazzjoni tkunx tipproċedi sewwa. Ħu l-qari ta' kull buretta bejn l-eqreb 0,01 ml bl-għajnuna ta' lenti li tkabbar (5.10.) evita l-iżbalji tal-parallax.

It-tittrat jista' jkun imwettaq bl-indikatur biss. Ittitra sa kemm il-kulur tad-distillat ikun jikkorrespondi ma' dak tas-soluzzjoni riċentament ippreparata minn 150 ml ta' ilma li kien ġie miżjud ma' soluzzjoni ta' aċidu boriku u 0,20 ml ta' l-indikatur li jkun jinstab fil-garafina konikali (5.8.).

6.6. Wettaq test vojt skond 6.1. sa 6.5. inklussivi, billi tieħu 5 ml ta' ilma ddistillat flimkien ma' madwar 0,1 g ta' sucrose (4.8.) waqt il-proċedura minflok il-kampjun tal-ħalib.

Nota: *It-titrazzjoni tad-distillat vojt tenħtieġ* biss volum ferm żgħir tas-soluzzjoni volumetrika normali (4.7.).

6.7. Regolarment ivverifika l-eżattezza tal-proċedura bl-użu ta' żewġ provi ta' rkupru billi ssegwi l-proċedura skond ta' 6.1. sa 6.5. inklussivi.

6.7.1. Ivverifika li l-ebda telf ta' nitroġenu ma jseħħ bħala riżultat ta' sħana eċċessiva jew xi tnixxija mekkanika waqt id-distillazzjoni, bl-użu ta' porzjon tat-test ta' 0,15 g ta' oxilata jew sulfata ta' l-ammonja (4.9.) miżuna għall-eqreb 0,001 g flimkien ma' 0,1 g ta' sucrose (4.8.).

Il-perċentwali ta' nitroġenu rikoverat għandu jkun bejn 99,0 u 100,0 %.

Riżultati aktar baxxi jew aktar għolja jkunu jindikaw fallimenti fil-proċeduri u/jew konċentrazzjoni mhux eżatta tas-soluzzjoni normali (4.7.).

6.7.2. Ivverifika li l-proċedura tad-diġestjoni tkun biżżejjed biex tirrilaxxa n-nitroġenu kollu tal-proteini bl-użu ta' porzjon ta' test ta' 0,20 g ta' triptofan pur, 0,35 g ta' fenaċetin jew 0,20 g ta' lysine hydrochloride (4.10.). L-użinijiet kollha għandhom ikunu għall-eqreb 0,001 g. Mill-anqas 98-99 % tan-nitroġenu għandu jkun irkuprat.

7. PEKWAZZJONIJIET TA' SIGURTA'

Meta taħdem b'aċidu sulforiku konċentrat u idroxidu tas-soder u meta jitqandlu l-garafini Kjeldahl, dejjem ilbes ġakketta tal-laboratorju, nuċċali tas-sigurtà u ngwanti li jirreżistu l-aċidu.

Waqt id-distillazzjoni, qatt tħalli l-garafini Kjeldahl mingħajr attenzjoni. Minnħabba l-potenzal tal-perikolu, waqqaf id-distillazzjoni immedjetament jekk il-kontenuti tal-garafini "bump" ibaqbqu żżejjed. Jekk ikun hemm qtugħ ta' l-elettriku għal aktar minn tnejn jew tliet minuti, baxxi l-garafina tal-ġbir ħekk li l-ponta tad-distillazzjoni tkun ' i lbarra mil-likwidu.

8. ESPRESSJONI TA' RIŻULTATI

8.1. **Kalkolazzjoni u formola:**

Ikkalkola l-kontenut tan-notroġenu (W_N), espress fi grammi ta' nitroġenu kull 100 g tal-prodott bi:

$$\frac{W_N = 1{,}40\ (V - V_O)\ c}{m}$$

meta:

W_N = il-kontenut tan-nitroġenu.

V = il-volum f'milimetri tas-soluzzjoni volumetrika normali ta' aċidu użat fid-determinazzjoni.

V_O = il-volum f'milimetri tas-soluzzjoni volumetrika normali ta' aċidu użat fit-test vojt.

c = il-konċentrazzjoni, espressa bħala nfafet kull litru ta' aċidu fis-soluzzjoni volumetrika normali (4.7.).

m = il-massa, fi grammi, tal-porzjon tat-test.

Ressaq ir-riżultat għall-eqreb 0,001 g kull 100 g.

8.2. **Preċiżjoni**

8.2.1. *Repitibbilità (r):* 0,007 g kull 100 g.

8.2.2. *Reproduċibbilità (R):* 0,015 g kull 100 g.

9. PROĊEDURI MODIFIKATI

9.1. Uża apparat ta' blokka ta' diġestjoni mgħammar b'garafini ċilindriċi, minflok l-apparat tad-diġestjoni u l-garafini Kjeldahl deskritti f'5.5. u 5.1. F'dan il-każ biex ikun identifikat kull inkwiet potenzali, kull tikka għandha tkun ivverifikata individwalment (6.7.).

9.2. Uża distillazzjoni tal-fwar minflok ta' sħana diretta tal-garafini (6.4.). Meta l-apparat ma jħallix l-użu ta' ilma ddistillat, għandha tittieħed attenzjoni biex jiġi żgurat li l-ilma ma jkunx fih aċidu jew alkalini volatili.

9.3. Porzjon ta' test ta' 1 g ta' ħalib (semi-macro Kjeldahl) jista' jkun użat minflok ta' 5 g (6.1.) basta li:

— l-ammonti tar-reaġenti użati għall-mineralizzazzjoni (6.1.): H_2SO_4, $CuSO_4 \cdot 5\ H_2O$, K_2SO_4, ikunu mnaqqsa għall-istess medja (1/5).

— il-ħin totali ta' diġestjoni (6.2.) huwa mnaqqas għal 75 minuta.

— l-ammont ta' soluzzjoni ta' idrossidu tas-soder (6.3.) jkun imnaqqas għall-istess medja (1/5).

— soluzzjoni aċiduża normali (4.7.) tal-konċentrazzjoni l-aktar baxxa (0,02 sa 0,03 mol/l) tkun ġiet użata.

Nota: *Billi tuża* waħda jew aktar minn dawn l-għażliet huwa aċċettabli biss jekk il-valur ta' repetibbilità (8.2.1.) u r-riżultati ta' żewġ testijiet ta' eżattezza (6.7.) jkunu skond il-ħtiġijiet mogħtija f'dan il-metodu.

V. DETERMINAZZJONI TA' KONTENUT TA' PROTEINI

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Din il-proċedura tispeċifika l-metodu ta' referenza għad-determinazzjoni tal-kontenut ta' proteini fil-ħalib ittrattat bis-sħana (L-Artikolu 3 A3 f'Direttiva 85/397/KEE).

2. DEFINIZZJONI

Kontenut ta' proteini: Il-valur akkwistat bil-multiplikar tal-kontenut totali ta' nitoġenu, espress bħala perċentwali bil-massa, iddeterminat skond il-metodu deskritt f'Sezzjoni IV (3) b' fattur xieraq (3.).

3. KALKOLAZZJONI

Kontenut ta' proteini ta' ħalib bħala perċentwali b'massa = 6,38 × total N ta' kontenut ta' ħalib %.

VI. DETERMINAZZJONI TA' MASSA SPEĊIFIKA

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Din il-proċedura tispeċifika l-metodu ta' referenza għad-determinazzjoni tal-massa speċifika fi 20 °C ta' ħalib nej u ta' ħalib intier, ħalib parzjalment xkumat u ħalib xkumat.

2. DEFINIZZJONI

Il-massa speċifika tal-ħalib hija l-medja tal-massa ta' ċertu volum ta' ħalib fi 20 °C ma' dik tal-massa ta' l-istess volum ta' ilma fi 20 °C.

3. PRINĊIPJU

Il-massa speċifika fi 20 °C hija ddeterminata b'idrometru.

4. APPARTATUS U OĠĠETTI TAL-ĦĠIEĠ

Tagħmir tas-soltu tal-laboratorju, u b' mod partikolari:

4.1. **Idrometru**

L-idrometru ta' gravità speċifika huwa strument li jikkonsisti f'sufrun tal-ħġieġ, li, fil-parti l-aktar baxxa tiegħu, ikun wiesa' u tqil. Hemm virga tal-ħġieġ ta' għamla ċilindika mwaħħla mal-parti ta' fuq tas-sufrun u orjentata magħha fuq lat koaxjali; il-parti ta' fuq tal-virga tkun magħluqa.

Is-sufrun tal-ħġieġ ikun fih it-tgħabija (ċomb, merkurju, eċċ.) intenzjonata biex taġġusta l-massa ta' l-idrometru. Il-virga tinkludi skala gradwata minn 1,025 sa 1,035 g/ml.

L-idrometru għandu jkun ivverifikat bil-metodi piknometriku, bl-użu ta' piknometriku ta' kapaċità ta' madwar 100 ml mgħammra b'termometru ta' preċiżjoni.

4.2. **Ċilindri** (ħġieġ jew azzar inossidabbli).

Qisien minimi għandhom ikunu:

— id-dijametru intern madwar 35 mm.

— il-għoli intern madwar 225 mm.

4.3. **Banju ta' l-ilma** rregolat fi 20 ± 1 °C.

4.4. **Banju ta' l-ilma** rregolat fi 40 ± 1 °C.

4.5. **Termometru**, iggradwat bejn 0,5 °C.

5. PROĊEDURA

5.1. Ħallat il-kampjum bili taqilbu biex jinxtered il-grass u qiegħed fil-banju ta' l-ilma (4.4.). Ħalli l-kampjun jilħaq temperatura ta' 40 °C u żomm dik it-temperatura għal ħames minuti. Ħawwad sewwa bi qlib ta' taħt fuq b'ċerta kura biex tassigura li l-grass ikunu omoġenizzament iddistribwit. Berred bejn 20 °C fit-tieni banju ta' l-ilma (4.3.).

5.2. Ħallat il-kampjun sewwa bi qlib ta' taħt fuq b'ċerta kura biex tevita l-inklużjoni ta' l-arja. Ferra' l-ħalib fiċ-ċilindru (4.2.), miżmum inklinat ħekk li tevita l-formazzjoni ta' ragħwa jew ta' bżieżaq. Uża kampjun ta' ħalib biżżjed biex tassigura li xi ftit ifur miċ-ċilindru meta l-idrometru (4.1.) ikun imqiegħed fih. B'kura niżżel l-idrometru fil-ħalib u ħalli li jgħin waħdu meta jilħaq il-pożizzjoni bbilanċjata tiegħu. Iċ-ċilindru għandu jkun imqiegħed f'pożizzjoni vertikali. L-idrometru għandu jkun imqiegħed fin-nofs tal-kolonna tal-likwidu u m'għandux imiss il-ġnub taċ-ċilindru.

5.3. Meta l-idrometru jilħaq l-ekwilibriju aqra l-gradwazzjoni fin-naħa ta' fuq tal-meniscus.

5.4. Immedjetament wara li tieħu l-qari ta' l-idrometru introduċi t-termometru (4.5.) fil-kampjun u aqra t-temperatura b'eżatezza ta' 0,5 °C. It-temperatura m'għandhiex tiddifferixxi b'aktar minn ± 2 °C minn ± 20 °C.

6. KORREZZJONI TAT-TEMPERATURA

6.1. Jekk it-temperatura tal-kampjun tal-ħalib ma tkunx eżattament 20 °C meta l-kejl tal-massa speċifika tagħha jittieħed, allura r-riżultat akkwistat għandu jkun ikkorreġut biż-żieda tal-massa speċifika ddeterminata ta' 0,0002 għal kull grad Celsius ' il fuq minn 20 °C, jew bit-tnaqqis ta' 0,0002 għal kull grad Celsius taħt il-20 °C. Din il-korrezzjoni hija valida biss jekk it-temperatura tal-kampjun tal-ħalib tvarja b'mhux aktar minn 5 °C minn 20 °C.

7. ESPRESSJONI TA' RIŻULTATI

Il-metodu ta' kalkolazzjoni u formula ta' massa speċifika tal-kampjun hija espressa fi g/ml ta' ħalib xkumat fi 20 °C skond il-formula segwenti:

$$\frac{1000 \times mv - MG \times mv}{1000 - \frac{MG \times mv}{0,92}} = \frac{0,92\ mv\ (1000 - MG)}{920 - MG \times mv}$$

meta

mv = l-massa speċifika tal-kampjun moqrija fuq l-idrometru (5.4.) fi g/l

MG = hija l-konteut ta' grass fil-kampjun fi g/l

0,92 = id-densità tal-grass.

8. PREĊIŻJONI

8.1. **Repitibbilità (r):** 0,0003 g/ml.

8.2. **Reproduċibbilità (R):** 0,0015 g/ml.

Appendiċi:

(għall-Anness II)

PROĊEDURA ALTERNATTIVA LI TUŻA TUBI TA' ESTRAZZJONI TA' GRASS B'SIFUN JEW TAGĦMIR TA' FLIXKUN TAL-ĦASIL

A.1. **PROĊEDURA**

A.1.1. **Preparazzjoni tal-kampjun għat-test**

Ara 6.1.

A.1.2. **Porzjon tat-test**

Ipproċedi kif speċifikat fi 6.2. imma uża t-tubi ta' estrazzjoni tal-grass (ara 5.6.).

Il-porzjon tat-test għandu jkun imwassal sħieħ kemm jista' jkun possibbli bejn il-qiegħ tat-tubu ta' l-estrazzjoni.

A.1.3. **Test vojt**

Ara 6.3.

A.1.4. **Preparazzjoni ta' vażett għall-ġbir tal-grass**

Ara 6.4.

A.1.5. **Determinazzjoni**

A.1.5.1. Żid 2 ml ta' soluzzjoni ta' ammonja (4.1.), jew volum ekwivalenti ta' soluzzjoni ta' ammonja aktar ikkonċentrata, u ħawwad kompletament mal-porzjon tat-test ittrattat minn qabel fil-qiegħ tat-tubu. Wara ż-żieda ta' l-ammonja, wettaq id-determinazzjoni mingħajr dewmien.

A.1.5.2. Żid 10 ml ta' l-ethanol (4.2.) u ħallat b'ġentilezza imma kompletament fil-qiegħ tat-tubu. Jekk mixtieq, żid żewġ taqtiriet tas-soluzzjoni ta' l-aħmar tal-Kongo jew ta' l-aħmar tal-Kriżol (4.3.).

A.1.5.3. Żid 25 ml ta' diethyl ether (4.4.), agħlaq it-tubu b'tapp tas-sufra ssaturat bl-ilma jew b'tapp imxarrab bl-ilma (5.6.), u ċekċek it-tubu b'qawwa, imma mhux b'eċċessività (sabiex tevita l-formazzjoni ta' emulsjonijiet persistenti), b'inverżjonijiet ripetuti għal minuta waħda. Jekk meħtieġ, berred it-tunu f'ilma ġieri, imbagħad bl-akbar kura neħħi t-tapp tas-sufra jew it-tapp u laħalħu u l-għonq tat-tubu bi ftit mis-solvent imħallat (4.6.) billi tuża l-flixkun tal-ħasil (5.8.) ħekk li t-tlaħlieħ jinżel fit-tubu.

A.1.5.4. Żid 25 ml ta' *petroleum* ħafif (4.5.) għalaq it-tubu bit-tapp tas-sufra jew it-tapp imxarrab mill-ġdid (erġa' xarrab billi d-deffes fl-ilma). u ċekċek it-tubu b'ġentilezza għal 30 sekonda kif deskritt f'A.1.5.3.

A.1.5.5. Iċċentrifuga t-tubu magħluq għal minn minuta sa ħames minuti fi frekwenza rotazzjonali ta' 500 sa 600 rev^{-1} (5.2.). Jekk ċentrifuga ma tkunx disponibbli (ara nota għal 5.2.) ħalli t-tubu magħluq jistrieq fuq il-gradilja (5.7.) għal mill-anqas 30 minuta sa kemm is-saff supernatanti ikun ċar u distintament isseparat mis-saff akkweju. Jekk meħtieġ, berred it-tubu f'ilma ġieri.

A.1.5.6. Bl-akbar kura neħħi t-tapp tas-sufra jew it-tapp u laħalħu u l-ġewwieni ta' l-għonq tat-tubu bi ftit mis-solvent imħallat hekk li t-tlaħlieħ jinżel fit-tubu.

A.1.5.7. Daħħal attrezzatura ta' sifun jew attrezzatura ta' flikxun tal-ħasil fit-tubu u mbotta 'l isfel matul il-parti t-twila interna ta' l-attrezzatura sakemm id-daħla tkun bejn wieħed u ieħor 3 mm ' il fuq minn fejn jiltaqgħu iż-żewġ uċuh bejn is-saffi. Il-parti interna ta' l-attrezatura għandha tkun parallela mal-fus tat-tubu ta' estrazzjoni.

Bl-akbar kura ttrasferixxi s-saff supernatanti ' il barra mit-tubu fil-vasett imħejji għall-ġbir tal-grass (6.4.) li jkun fih xi ftit ta'għajnuniet tat-tgħolija (5.10.) fil-każ ta' garafini (voluntarja b'dixxijiet tal-metall), evita li tittrasferixxi xi parti mis-saff akkweju. Laħlaħ il-ħruġ ta' l-attrezattura bi ftit mis-solvent imħallat, iġbor it-tlaħlieħ fil-vażett tal-ġbir tal-grass.

A.1.5.8. Illaxka l-attrezattura mill-għonq tat-tubu, laħlaħ ħafif l-attrezatura u laħlaħ il-parti ta' isfel tal-fergħa twila interna bi ftit solvent imħallat. Niżżel u daħħal mill-ġdid l-attrezatura u ttrasferixxi t-tlaħlieħ bejn il-vażett tal-ġbir tal-grass.

Laħlaħ il-ħruġ ta' l-attrezzattura bi ftit mis-solvent imħallat, iġbor it-tlaħlieħ fil-vażett. Jekk mixtieq, is-solvent jew parti tas-solvent tista' tkun imneħħija mill-vażett b'distillazzjoni jew evaporazzjoni kif deskritt f'6.5.12.

A.1.5.9. Erġa' llaxka l-attrezzatura mill-għonq, laħlaħ ħafif l-attrezzatura u żid 5 ml ta' ethanol mal-kontenut tat-tubu, uża l-ethanol biex tlaħlaħ il-fergħa interna twila ta' l-attrezzatura; ħallat kif deskritt f'A.1.5.2.

A.1.5.10. Wettaq it-tieni estrazzjoni billi tirrepeti l-operazzjoni deskritta f'A.1.5.3. sa A.1.5.8., imma uża biss 15 ml ta' diethyl ether (4.4.) u 15 ml ta' *petroleum* ħafif (4.5.). Uża l-ether biex tlaħlaħ il-fergħa twila interna ta' l-attrezzatura u neħħi l-attrazatura mit-tubu wara l-estrazzjoni preċedenti.

A.1.5.11. Wettaq it-tielet estrazzjoni billi għal darb'oħra tirrepeti l-operazzjonijiet deskritti f'A.1.5.3 sa A.1.5.8. billi tuża 15 ml ta' diethyl ether u 15 ml tal-*petroleum* ħafif u laħlaħ il-fergħa t-twila interna ta' l-attrezzatura kif deskritt f'A.15.10.

It-tielet estrazzjoni tista' tinqabeż għall-ħalib xkumat.

A.1.5.12. Ipproċedi kif deskritt fi 6.5.12 sa 6.5.16.