31985L0503

L 308/12 *IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ* 20.11.1985

L-EWWEL DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI
tal-25 ta' Ottubru 1985
dwar il-metodi ta' l-analiżi għall-kaseini u l-kaseinati li jittieklu

(85/503/KEE)

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

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

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 83/417/KEE tal-25 ta' Lulju 1983 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri li għandhom x'jaqsmu ma' ċerti lattoproteini (kaseini u l-kaseinati) maħsuba għall-konsum mill-bniedem [1], u b'mod partikolari l-Artikolu 9(b) tagħha;

Billi l-Artikolu 9(b) tad-Direttiva 83/417/KEE jeħtieġ li jiġu stabbiliti l-metodi ta' l-analiżi Komunitarji sabiex tiġi ċċekkjata l-kompożizzjoni ta' ċerti kaseini u kaseinati li jittieklu;

Billi huwa possibbli li tiġi adottata serje inizjali tal-metodi li tlestew l-istudji dwarhom;

Billi l-miżuri pprovduti f'din id-Direttiva huma skond l-opinjoni tal-Kumitat Permanenti ta' l-Oġġetti ta' l-Ikel,

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

L-Artikolu 1

L-Istati Membri għandhom jieħdu l-miżuri kollha meħtieġa sabiex jiżguraw illi tiġi mwettqa kull analiżi meħtieġa għall-verifika tal-kriterji stabbiliti fl-Anness I skond il-metodi deskritti fl-Anness II.

L-Artikolu 2

L-Istati Membri għandhom idaħħlu fis-seħħ il-liġijiet, ir-regolamenti u d-dispożizzjonijiet amministrattivi meħtieġa sabiex jikkonformaw ma' din id-Direttiva l-aktar tard sa l-1 ta' Mejju 1987. Għandhom jgħarrfu minnufih lil Kummisjoni b'dan.

L-Artikolu 3

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, fil-25 ta' Ottubru 1985.

Għall-Kummissjoni
COCKFIELD
Viċi-President

[1] ĠU L 237, tas-26.8.1983, p. 25.

L-ANNESS I

L-ISKOP TA' L-EWWEL DIRETTIVA DWAR IL-METODI TA' ANALIŻI KOMUNITARJI GĦALL-KASEINI U L-KASEINATI LI JITTIEKLU

I. **Dispożizzjonijiet ġenerali**

II. **Il-mod kif tiġi stabbilita l-irtuba fi:**

— il-kaseini aċiduż bl-użu tal-metodu 1, fl-Anness II

— il-kaseini tat-tames bl-użu tal-metodu 1, fl-Anness II

— il-kaseinati bl-użu tal-metodu 1, fl-Anness II

III. **Il-mod kif jiġi stabbilit il-kontenut tal-proteini fi:**

— il-kaseini aċiduż bl-użu tal-metodu 2, fl-Anness II

— il-kaseini tat-tames bl-użu tal-metodu 2, fl-Anness II

— il-kaseinati bl-użu tal-metodu 2, fl-Anness II

IV. **Il-mod kif tiġi stabbilita l-aċidità li tista' tiġi ttitrata fi:**

— il-kaseini aċiduż bl-użu tal-metodu 3, fl-Anness II

V. **Il-mod kif jiġi stabbilit l-irmied (li jinkludi l-P_2O_5) fi:**

— il-kaseini aċiduż bl-użu tal-metodu 4, fl-Anness II

— il-kaseini tat-tames bl-użu tal-metodu 5, fl-Anness II

VI. **Il-mod kif jiġi stabbilit il-*pH* fi:**

— il-kaseinati bl-użu tal-metodu 6, fl-Anness II

L-ANNESS II

IL-METODI TA' L-ANALIŻI LI GĦANDHOM X'JAQSMU MAL-KOMPOŻIZZJONI TAL-KASEINI U L-KASEINATI LI JITTIEKLU

DISPOŻIZZJONIJIET ĠENERALI

1. THEJJIJA TAL-KAMPJUN TA' L-ANALIŻI

1.1. **Ġenerali**

Il-massa tal-kampjun ippreżentata lill-laboratorju għall-analiżi għandha tkun ta' mill-inqas 200 gramma.

1.2. **It-tħejjija tal-kampjun għall-analiżi fil-laboratorju**

1.2.1. Ħawwad sewwa u farrak kull boċċa, eċċ., fil-kampjun tal-laboratorju billi xxenglu u taqleb il-kontenitur ripetitivament (jekk meħtieġ, wara li tkun ittrasferit il-kampjun kollu tal-laboratorju f'kontenitur li ma tgħaddix arja minnu ta' kapaċità biżżejjed (darbtejn il-volum tal-kampjun) sabiex iħalli li titwettaq din l-operazzjoni).

1.2.2. Ittrasferixxi porzjon rappreżentattiv tal-kampjun, jiġifieri bejn wieħed u ieħor 50 gramma tal-kampjun tal-laboratorju mħawwad sewwa (1.2.1) għal ġol-passatur tat-test (3.3).

1.2.3. Jekk il-porzjon ta' 50 gramma jgħaddi kompletament jew kważi kompletament (mill-inqas 95 % tal-piż) mill-passatur (3.3), uża sabiex tistabbilixi l-kampjun kif imħejji fil-1.2.1.

1.2.4. Inkella, iħan il-porzjon ta' 50 gramma, billi tuża l-apparat tat-tħin (3.4) sakemm jissodisfa l-kriterju tal-mogħdija mill-passatur (1.2.3). Ittrasferixxi minnufih il-kampjun kollu mgħoddi mill-passatur għal ġo kontenitur li ma tgħaddix arja minnu ta' kapaċità biżżejjed (darbtejn il-volum tal-kampjun) u ħawwad sewwa bix-xengil u l-qlib rasu 'l isfel ripetutament. Matul dawn il-ħidmiet, ħu l-prekawzjonijiet li tevita kull bidla fil-kontenut ta' l-irtuba tal-prodott.

1.2.5. Wara li jkun tħejja l-kampjun għat-test, kull mod kif jiġi stabbilit għandu jsir kemm jista' jkun malajr.

1.3. **Il-kontenituri**

Il-kampjun għandu dejjem jinżamm f'kontenitur li ma tgħaddix arja minnu u li ma tidħolx umdità.

2. REAĠENTI

2.1. **L-ilma**

2.1.1. Kull fejn jissemma l-ilma għall-għanijiet ta' soluzzjoni, tagħmid jew ħasil, għandu jintuża ilma ddistillat, jew demineralizzat ta' mill-inqas is-safa ekwivalenti.

2.1.2. Kull fejn issir referenza għal "soluzzjoni" jew "tagħmid" mingħajr aktar indikazzjonijiet, ifissru "soluzzjoni fl-ilma" jew "tagħmid bl-ilma".

2.2. **Il-kimiċi**

Il-kimiċi kollha wżati għandhom ikunu tal-kwalità ta' reaġent analitiku magħruf għajr fejn speċifikat xorta oħra.

3. TAGĦMIR

3.1. **Il-listi ta' tagħmir**

Il-listi tat-tagħmir fihom biss dawk l-oġġetti b'użu speċjalizzat u l-oġġetti għal speċifikazzjoni partikolari.

3.2. **Il-miżien analitiku**

Miżien analitiku jfisser miżien kapaċi jiżen sa mill-inqas 0,1 mg.

3.3. **Il-passatur tat-test**

Il-passaturi tat-test li jridu jintużaw għandu jkollhom għatu, li jrid ikun tad-dijametru ta' 200 mm, li jrid ikun magħmul minn drapp tal-wajer b'daqs nominali ta' l-apertura ta' 500 μm. It-tolleranzi ta' l-aperturi u d-dijametri tal-wajer li jridu jkunu permessi huma kif mogħtija fl-*ISO* 3310/1. (Passaturi tat-testijiet - Il-ħtiġiet tekniċi u tat-testijiet - Parti 1: Id-drapp tal-wajer tal-metall L-*ISO* 3310/1 -1975).

Il-passaturi jridu jiġu mgħammra b'riċevitur.

3.4. **It-tagħmir tat-tħin**

Għat-tħin tal-kampjun tal-laboratorju jekk meħtieġ (ara l-1.2.4), mingħajr l-iżvilupp ta' sħana żejda u mingħajr it-telf jew l-assorbiment ta' l-irtuba, m'għandhiex tintuża mitħna tal-martell.

4. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

4.1. **Ir-riżultati**

Ir-riżultat iddikjarat fir-rapport analitiku għandu jkun il-valur medju miksub minn żewġ modi dwar kif jiġi stabbilit li jissodisfaw il-kriterju tat-tennija għal dan il-metodu.

4.2. **Il-kalkolu tal-perċentwal**

Għajr fejn speċifikat xorta oħra, ir-riżultat għandu jiġi kkalkolat bħala perċentwal skond il-massa tal-kampjun.

5. RAPPORT TAT-TEST

Ir-rapport tat-test għandu jidentifika l-metodu ta' l-analiżi kif ukoll ir-riżultati miksuba. B'żieda ma' dan, għandu jsemmi d-dettalji kollha tal-proċedura mhux speċifikati fil-metodu ta' l-analiżi jew li jkunu b'għażla, kif ukoll kull ċirkostanza li tkun setgħet influwenzat ir-riżultati miksuba. Ir-rapport tat-test għandu jagħti t-tagħrif kollu meħtieġ għall-identifikazzjoni kompleta tal-kampjun.

IL-METODU 1

MOD KIF JIĠI STABBILIT IL-KONTENUT TA' L-IRTUBA

1. SKOP U FIRXA TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jistabbilixxi l-kontenut ta' l-irtuba fi:

— il-kaseini aċiduża

— il-kaseini tat-tames

— il-kaseinati

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' l-irtuba fil-kaseini u l-kaseinati: it-telf tal-massa kif stabbilit bil-metodu speċifikat.

3. PRINĊIPJU

Il-massa li tifdal minn porzjon tat-test tiġi stabbilita wara t-tnixxif bi pressjoni atmosferika f'forn f'termperatura ta' 102 °C ± 1 °C għall-massa kostanti. It-telf tal-massa jiġi kkalkolat bħala l-perċentwal tal-piż tal-kampjun.

4. APPARAT

4.1. **Il-miżien analitiku**

4.2. **Dixxijiet**, bil-qiegħ ċatt u ta' materjal li ma jitmermirx fil-kondizzjonijiet tat-test eż. in-nikil, l-aluminju, l-i*stainless steel* jew il-ħġieġ. Il-dixxijiet irid ikollhom għotjien li jingħalqu ssikkati iżda li jkunu jistgħu jitneħħew fil-pront. Dimensjonijiet xierqa huma: dijametru ta' minn 60 sa 80 mm u fond ta' madwar 25 mm.

4.3. **Forn tat-tnixxif bil-pressjoni atmosferika**, ivventilat sewwa, ikkontrollat termostatikament bir-regolazzjoni tat-temperatura (102° Ċ ± 1 °C). It-temperatura għandha tkun uniformi f'kull parti tal-forn.

4.4. **Desikkatur**, li jkun fih il-ġel tas-silika attivat frisk b'indikatur tal-kontenut ta' l-ilma jew desikkant ekwivalenti.

4.5. **Mezz xieraq sabiex jitqandlu d-dixxijiet**, eż. l-imqassijiet (*tongs*) tal-laboratorju.

5. PROĊEDURA

5.1. **It-tħejjija tal-kampjun tat-test**

Kif deskritt fit-Taqsima 1.2 tad-Dispożizzjonijiet Ġenerali.

5.2. **Il-Preparazzjoni tad-dixx**

5.2.1. Saħħan id-dixx mhux mikxuf u l-għatu tiegħu (4.2) fil-forn (4.3.), ikkontrollat f'temperatura ta' 102 °C ± 1 °C, għal mill-inqas siegħa.

5.2.2. Qiegħed l-għatu fuq id-dixx, ittrasferixxi d-dixx mgħotti għad-dessikatur (4.4), ħallih jiksaħ għat-temperatura tal-kamra ta' bilanċ u iżen sa l-eqreb 0, 1 mg (m_0).

5.3. **Il-porzjon tat-test**

Qiegħed minn 3 sa 5 grammi tal-kampjun tat-test (5.1) fid-dixx, għatti bl-għatu u iżen sa l-eqreb 0,1 mg (m_1).

5.4. **Id-Determinazzjoni**

5.4.1. Ikxef id-dixx u qiegħdu bl-għatu tiegħu fil-forn (4.3), ikkontrollat f'102 °C ± 1 C, għal erba' sigħat.

5.4.2. Erġa' qiegħed l-għatu fuq id-dixx, ittrasferixxi għad-dessikatur, ħallih jiksaħ għat-temperatura tal-kamra tal-bilanċ u iżen sa l-eqreb 0,1 mg.

5.4.3. Ikxef id-dixx u erġa' saħħnu, bl-għatu tiegħu, fil-forn għal siegħa. Imbagħad irrepeti l-operazzjoni 5.4.2.

5.4.4. Jekk il-massa ottenuta f'5.4.3 hija inqas mill-massa ottenuta f'5.4.2 b'iktar minn 1 mg, irrepeti l-operazzjoni 5.4.3.

Jekk ikun hemm żieda fil-massa, uża l-inqas massa rreġistrata fil-kalkolu (6.1).

Ħalli li l-piż finali rreġistrat ikun m_2g. Il-ħin totali ta' tnixxif m'għandux normalment jeċċedi sitt sigħat.

6. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

6.1. **Il-Metodu tal-kalkolu**

In-nuqqas tal-massa mat-tnixxif tal-kampjun, espress bħala perċentwali skond il-massa, jingħata b':

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

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, l-għatu tiegħu u l-porzjon tat-test qabel it-tnixxif (proċess 5.3);

m_2 = il-massa, f'g tad-dixx, l-għatu tiegħu u l-porzjon tat-test wara t-tnixxif (proċess 5.4.3 jew 5.4.4).

Ikkalkula n-nuqqas mat-tnixxif sa l-eqreb 0,01 %.

6.2. **It-tennija**

Id-differenza fir-riżultati bejn żewġ determinazzjonijiet imwettqa simultanjament jew f'suċċessjoni rapida fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandhiex teċċedi 0,1 g tal-kontenut niedi għal kull 100 gramma tal-prodott.

Dan l-intervall ta' repetizzjoni għandu jintlaħaq f'95 % mid-drabi li jitwettaq il-metodu.

IL-METODU 2

MOD KIF JIĠI STABBILIT I-KONTENUT TAL-PROTEINI

1. SKOP U FIRXA TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jistabbilixxi l-kontenut tal-proteini fi:

— il-kaseini aciduži,

— il-kaseini tat-tames,

— il-kaseinati,

għajr dawk li jkun fihom l-ammonju tal-kaseinat jew komposti oħra ta' l-ammonju jew tan-nitroġenu li mhumiex proteini.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut tal-proteini: il-kontenut tan-nitroġenu kif stabbilit bil-metodu speċifikat u mbagħad immoltiplikat b'6,38 u espress bħala perċentwal skond il-massa.

3. PRINĊIPJU

Porzjon tat-test jiġi ddiġerit b'taħlita tas-sulfat tal-putassju u l-aċidu sulfuriku, fil-preżenza tas-sulfat tar-ram (II) bħala katalist, sabiex jikkonverti n-nitroġenu organiku għal nitroġenu ammonjaku. L-ammonja tiġi ddistillata u assorbita f'soluzzjoni ta' aċidu boriku mbagħad ittitrata b'soluzzjoni *standard* ta' l-aċidu idrokloriku. Il-kontenut tan-nitroġenu jinbidel f'kontenut tal-proteina billi jiġi mmoltiplikat b'6,38.

4. REAĠENTI

4.1. L-aċidu sulfuriku, ikkonċentrat, S_2O 1,84 g/ml.

4.2. Is-sulfat tal-putassju, anidru (K_2SO_4).

4.3. Is-sulfat tar-ram (II) pentaidrat ($CuSO_4 5H_2O$).

4.4. Is-sukrosi ($C1_2H_{22}O_{11}$).

4.5. Soluzzjoni ta' l-aċidu boriku, 40-g/l.

4.6. L-idrossidu tas-sodju, soluzzjoni kkonċentrata ta' l-ilma ta' 30 % (m/m), ħielsa mill-karbonat.

4.7. L-aċidu idrokloriku, 0,1 mol/l.

4.8. Indikatur imħallat. Ħallat volumi ndaqs tas-soluzzjoni ta' 2 g/l ta' metil aħmar f'mill inqas 95 % (V/V) ta' l-etanol u s-soluzzjoni ta' 1 g/l ta' metilene blu f'mill-inqas 95 % (V/V) ta' l-etanol.

5. APPARAT

5.1. **Il-miżien analitiku.**

5.2. **Il-flixkun tal-laboratorju** *Kjedahl*, b'kapaċità ta' 500 ml.

5.3. **Apparat tad-diġestjoni** sabiex iżomm il-flixkun tal-laboratorju *Kjeldahl* (5.2) f'pożizzjoni inklinata u b'tagħmir tas-sħana li ma jsaħħanx il-parti tal-fixkun 'il fuq mill-wiċċ tal-kontenuti likwidi.

5.4. **Kondensatur** bit-tubu ta' ġewwa dritt.

5.5. **Tubu tal-ħruġ b'bozza tas-sigurtà** kkonnettjata man-naħa ta' isfel tal-kondensatur (5.4) b'ġonta tal-ħġieġ maħkuk jew b'tubu tal-gomma. Jekk jintużaw it-tubi tal-gomma, it-truf tal-ħġieġ iridu jkunu qrib xulxin.

5.6. **Ras li żżomm it-titjir ta'** l-ilma mqabbda mal-flixkun tal-laboratorju *Kjeldahl* (5.2) u mal-kondensatur (5.4) b'gomma ratba, li tidħol issikkata jew tappijiet oħra xierqa.

5.7. **Flixkun tal-laboratorju koniku**, b'kapaċità ta' 500 ml.

5.8. **Ċilindri ggradati**, b'kapaċità ta' 50 ml u ta' 100 ml.

5.9. **Buretta**, b'kapaċità ta' 50 ml, iggradata f'0,1 ml.

5.10. **Għajnuniet tat-togħlija:**

5.10.1. Għad-diġestjoni: biċċiet żgħar tal-porċellana iebsa, jew żibeġ tal-ħġieġ.

5.10.2. Għad-distillazzjoni; biċċiet tal-ħaffiefa mfarrkin friski.

6. PROĊEDURA

6.1. **It-tħejjija tal-kampjun tat-test**

Kif deskritt fit-Taqsima 1.2 tad-Dispożizzjonijiet Ġenerali.

6.2. **It-test għall-preżenza tan-nitroġenu ammonjaku**

Jekk tkun issuspettata l-preżenza ta' l-ammonju tal-kaseinat jew ta' komponenti oħra ta' l-ammonju, wettaq it-test li ġej. Żid mal-1 gramma tal-kampjun u fi flixkun tal-laboratorju żgħir koniku 10 mg ilma u 100 mg ta' l-ossidu tal-manjeżju. Laħlaħ kull ossidu tal-manjeżju li jeħel mal-ħitan u għalaq il-flixkun tal-laboratorju b'tapp tas-sufra, billi ddaħħal biċċa karta ħamra tal-litmus imxarrba bejn it-tapp u l-għonq tal-flixkun tal-laboratorju. Ħallat il-kontenuti tal-flixkun tal-laboratorju b'kawtela u saħħan il-flixkun tal-laboratorju f'banju ta' l-ilma f'temperatura ta' minn 60 sa 65 °C. Jekk il-karta tal-litmus issir blu fi żmien 15-il minuta tkun preżenti l-ammonja, u l-metodu ma jkunx jista' jiġi applikat (ara t-Taqsima 1).

6.3. **It-test battal**

Fl-istess waqt jsir il-mod kif jiġi stabbilit il-kontenut tan-nitroġenu tal-kampjun wettaq mod battal dwar kif jiġi stabbilit billi tuża 0,5 grammi tas-sukrosi (4.4) minflok il-porzjon tat-test, bl-użu ta' l-istess apparat, l-istess kwantitajiet tar-reaġenti kollha u l-istess proċedura kif deskritta fis-6.5. Jekk it-titrazzjoni fil-mod battal dwar kif jiġi stabbilit hija aktar minn 0,5 ml ta' 0,1 mol/l ta' aċidu, ir-reaġenti għandhom jiġu ċċekkjati u r-reaġent jew ir-reaġenti li mhumiex safja jiġu ppurifikati jew jinbidlu.

6.4. **Il-porzjon tat-test**

Ittrasferixxi minn 0,3 sa 0,4 grammi mill-kampjun tat-test (6.1), miżun sa l-eqreb 0,1 mg għal ġol-flixkun tal-laboratorju *Kjeldahl*.

6.5. **Il-mod kif jiġi stabbilit**

6.5.1. Ittrasferixxi għal ġol-flixkun tal-laboratorju ftit biċċiet tal-porċellana jew ftit żibeġ tal-ħġieġ (5.10.1) u bejn madwar 10 grammi tas-sulfat tal-potassju anidru (4.2).

Żid 0,2 g sulfat tar-ram (II) (4.3) u aħsel l-għonq tal-flixkun tal-laboratorju bi ftit ilma. Żid 20 ml aċidu sulfuriku kkonċentrat (4.1). Ħallat il-kontenuti tal-flixkun tal-laboratorju.

Saħħan bil-mod fuq l-apparat tad-diġestjoni (5.3) sakemm tieqaf kull ragħwa, għalli bil-mod sakemm is-soluzzjoni tiċċara u jippersisti kulur aħdar-blu ċar. Matul is-sħana, kultant dawwar il-flixfun tal-laboratorju.

Issokta t-togħlija, filwaqt li tirregola s-sħana sabiex tikkondensa l-fwar fin-nofs tal-għonq tal-flixkun. Issokta t-togħlija għal 90 minuta u evita s-sħana żejda lokali.

Ħalli jiksaħ għal temperatura ambjentali. B'attenzjoni żid madwar 200 ml ilma u ftit biċċiet tal-ħaffiefa (5.10.2). Ħallat u erġa' kessaħ.

6.5.2. Ittrasferixxi għal ġol-flixkun koniku tal-laboratorju (5.7) 50 ml mis-soluzzjoni ta' l-aċidu boriku (4.5) u erba' qatriet ta' l-indikatur (4.8). Ħawwad. Qiegħed il-flixkun koniku taħt il-kondensatur (5.4) sabiex il-ponta tat-tubu tal-ħruġ (5.5) tkun imgħarrqa fis-soluzzjoni ta' l-aċidu boriku. Bl-użu ta' ċilindru ggradat (5.8), żid 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju (4.6) mal-flixkun *Kjeldahl*. Matul din il-ħidma, żomm il-flixkun tal-laboratorju f'pożizzjoni inklinata sabiex is-soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju tinżel tul il-ġenb tal-flixkun biex tifforma saff fil-qiegħ.

Qabbad minnufih il-flixkun *Kjeldahl* mal-kondensatur permezz tar-ras li żżomm it-titjir (5.6).

Dawwar il-flixkun *Kjeldahl* bil-ġentilezza sabiex tħawwad il-kontenuti tiegħu. Għalli ġentilment għall-ewwel, u evita kull raġħwa. Issokta d-distillazzjoni sabiex 150 ml mid-distillat jinġabru f'bejn wieħed u ieħor 30 minuta. Id-distillat għandu jkollu temperatura taħt il-25 °C. Madwar żewġ minuti qabel it-tmiem tad-distillazzjoni, baxxi l-flixkun koniku sabiex it-tarf tat-tubu tal-ħruġ ma jibqax imdaħħal fis-soluzzjoni ta' l-aċidu, u laħlaħ it-tarf bi ftit ilma. Waqqaf is-sħana, neħħi t-tubu tal-ħruġ u laħlaħ il-ġnub ta' barra u ta' ġewwa tiegħu bi ftit ilma, filwaqt li tiġbor il-ħasil fil-flixkun koniku.

6.5.3. Ittitra d-distillat fil-flixkun koniku, billi tuża s-soluzzjoni standard volumetrika ta' l-aċidu idrokloriku (4.7).

7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

7.1. **Il-formola u l-metodu tal-kalkolu**

Il-kontenut tal-proteina fil-kampjun, espress bħala perċentwal skond il-massa, jingħata bi:

$$\frac{(V_1 - V_2) \times T \times 14 \times 100 \times 6{,}38}{m \times 100} = \frac{8{,}932(V_1 - V_2) \times T}{m}$$

fejn:

V_1 huwa l-volum, f'millilitri, tas-soluzzjoni standard volumetrika ta' l-aċidu idrokloriku (4.7) użat fil-mod kif jiġi stabbilit (is-6.5);

V_2 huwa l-volum, f'millilitri, tas-soluzzjoni standard volumetrika ta' l-aċidu idrokloriku (4.7) użat fit-test battal (is-6.3);

it-T hija l-qawwa tas-soluzzjoni standard volumetrika ta' l-aċidu idrokloriku (4.7) f'mol/l;

l-m hija l-massa, fi grammi, tal-porzjon tat-test.

Ikkalkola l-kontenut tal-proteini sa l-eqreb 0,1 %.

7.2. **It-tennija**

Id-differenza bejn ir-riżulati ta' żewġ modi dwar kif jiġu stabbiliti imwettqa simultanjament jew wara xulxin bil-ħeffa fuq l-istess kampjun, mill-istess analist fl-istess kondizzjonijiet ma tistax taqbeż iż-0,5 grammi tal-proteini għal kull 100 gramma tal-prodott.

Dan l-intervall taż-żmien tat-tennija għandu jinkiseb f'95 % tad-drabi ta' meta l-metodu jitwettaq sew.

IL-METODU 3

MOD KIF TIĠI STABBILITA L-AĊIDITÀ LI TISTA' TIĠI TTITRATA

1. KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jistabbilixxi l-aċidità li tista' tiġi ttitrata ta':

— il-kaseini aċiduż

2. DEFINIZZJONI

L-aċidità li tista' tiġi ttitratat tal-kaseini aċiduż: il-volum f'millilitri, ta' soluzzjoni standard ta' l-idrossidu tas-sodju ta' 0,1 mol/l meħtieġa sabiex tinnewtralizza l-estratt ilmi ta' gramma tal-prodott.

3. PRINĊIPJU

Jinkiseb estratt ilmi tal-kampjun f'temperatura ta' 60 °C u jiġi ffiltrat. Il-filtrat jiġi ttitrat kontra l-idrossidu tas-sodju standard bl-użu ta' indikatur tal-fenolftalina.

4. REAĠENTI

Kull ilma wżat fil-proċedura tal-metodu jew fil-tħejjija tar-reaġenti għandu jkun ħieles mid-dijossidu tal-karbonju billi jitgħalla għal 10 minuti qabel l-użu.

4.1. **Is-soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju**: 0,1 Mol/l.

4.2. **Is-soluzzjoni ta' l-indikatur tal-fenolftalina**, 10 g/l f'etanol (95 % V/V) innewtralizzata għall-indikatur.

5. APPARAT

5.1. **Il-mżien analitiku.**

5.2. **Flixkun koniku tal-aboratorju,** b'kapaċità ta' 500 ml, b'għonq tond u mgħammar b'tapp tal-ħġieġ maħkuk.

5.3. **Pipetta b'marka waħda**, b'kapaċità ta' 100 ml.

5.4. **Pipetta**, xierqa sabiex tkejjel 0,5 ml mis-soluzzjoni indikatur (4.2).

5.5. **Flixkun koniku tal-laboratorju**, b'kapaċità ta' 250 ml.

5.6. **Ċilindru tal-kejl**, b'kapaċità ta' 250 ml.

5.7. **Buretta**, ġgradata f'0,1 ml.

5.8. **Banju ta' l-ilma**, kapaċi li jiġi kkontrollat għal temperatura ta' 60 °C ± 2 °C.

5.9. **Filtru approprjat**

6. PROĊEDURA

6.1. **It-tħejjija tal-kampjun tat-test**

Kif deskritta fit-Taqsima 1.2 tad-Dispożizzjonijiet Ġenerali.

6.2. **Il-porzjon tat-test**

Iżen madwar 10 grammi mill-kampjun tat-test (6.1) sa l-eqreb 10 mg u ttrasferihom għal ġol-flixkun tal-koniku laboratorju (5.2).

6.3. **Il-mod kif jiġi stabbilit**

Billi tuża ċ-ċilindru tal-kejl ta' 250 ml (5.6), żid 200 ml ilma mgħolli frisk u mkessaħ, li qabel kien imsaħħan għal temperatura ta' 60 °C. Qiegħed it-tapp fil-flask, ħawwad billi ddawwar il-flixkun u qiegħed fil-banju ta' l-ilma għal temperatura ta' 60 °C għal 30 minuta. Xengel il-flixkun f'intervalli taż-żmin ta' madwar 10 minuti.

Iffiltra, u kessaħ il-filtrat għal temperatura ta' madwar 20 °C. Il-filtrat irid ikun ċar.

Itrasferixxi 100 ml tal-filtrat imkessaħ għal ġol-flixkun koniku (5.5) billi tuża l-pipetta (5.3). Żid 0,5 ml mis-soluzzjoni tal-fenolftalina indikatur (4.2), billi tuża l-pipetta (5.4). Ittitra bis-soluzzjoni standard volumetrika ta' l-idrossidu tas-sodju (4.1), sakemm jidher kulur roża mitfi, li jippersisti għal mill-inqas 30 sekonda. Istabbilixxi u rreġistra l-volum użat sa l-eqreb 0,01 ml.

7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

7.1. **Il-formola u l-metodu ta' kalkolu**

L-aċidità li tista' tiġi ttitrata tal-kasein aċiduż tingħata bi:

$$\frac{20 \times V \times T}{m}$$

fejn:

il-V hija l-volum, f'millilitri, tas-soluzzjoni standard volumetrika tas-souzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju (4.1) użat;

it-T hija l-qawwaa tas-soluzzjoni standard volumetrika tas-soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju (4.1) f'mol/l;

l-m hija l-massa, fi grammi, tal-porzjon tat-test.

Ikkalkola l-aċidità li tista' titġi ttitrata sa żewġ punti deċimali.

7.2. **It-tennija**

Id-differenza fir-riżultati bejn iż-żewġ modi kif jiġu stabbiliti mwettqa simultanjament jew f'wara xulxin bil-ħeffa fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, fl-istess kondizzjonijiet, m'għandhiex taqbeż iż-0,02 ml ta' 0,1 mol/l ta' l-idrossidu tas-sodju għal kull gramma tal-prodott.

Dan l-intervall taż-żmien tat-tennija għandu jinkiseb f'95 % tad-drabi li dan il-metodu jitwettaq sew.

IL-METODU 4

MOD KIF JIĠI STABBILIT L-IRMIED

(li jinkludi l-P_2O_5)

1. SKOP U FIRXA TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jistabbilixxi l-kontenut ta' l-irmied (li jinkludi l-P_2O_5) ta':

— il-kaseini aċiduż

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' l-irmied (li jinkludi l-P_2O_5): il-kontenut ta' l-irmied kif stabbilit bil-metodu speċifikat.

3. PRINĊIPJU

Porzjon mill-kampjun jinħaraq għal temperatura ta' 825 °C ± 25 °C fil-preżenza ta' l-aċetat tal-manjeżju sabiex jorbot il-fosfru kollu ta' oriġini organiku. L-irmied finali jiġi kkalkolat wara l-użin talfdal u t-tnaqqis tal-massa ta' l-irmied li joriġina mill-aċetat tal-manjeżju.

4. REAĠENTI

4.1. **Is-soluzzjoni ta' l-aċetat tal-manjesju tetraidrat**, 120 g/l. Ħoll 120 gramma aċetat tal-manjesju tetraidrat [$Mg\ (CH_3\ CO_2)_2\ 4\ H_2\ O$] fl-ilma u imla bl-ilma sa litru.

5. APPARAT

5.1. **Il-miżien analitiku.**

5.2. **Pipetta b'marka waħda**, b'kapaċita ta' 5 ml.

5.3. **Dixxijiet tas-silika jew tal-platinum**, b'dijametru ta' madwar 70 mm u fond ta' bejn 25 u 50 mm.

5.4. **Forn għat-tnixxif**, kapaċi li jiġi kkontrollat għal temperatura ta' 102 °C ± 1 °C.

5.5. **Forn ta' l-elettriku**, kapaċi li jiġi kkontrollat għal temperatura ta' 825 °C ± 25 °C.

5.6. **Banju ta' ilma jagħli.**

5.7. **Desikkatur**, li jkun fih il-ġel tas-silika attivata friska b'indikatur tal-kontenut ta' l-ilma jew desikkant ekwivalenti.

6. PROĊEDURA

6.1. **It-tħejjija tal-kampjun tat-test**

Kif deskritt fit-Taqsima 1.2 tad-Dispożizzjonijiet Ġenerali.

6.2. **It-tħejjija tad-dixxijiet**

Saħħan żewġ dixxijiet (A,B) (5.3) fil-forn ta' l-elettriku (5.5) kkontrollat għal temperatura ta' 825 °C ± 25 °C, għal 30 minuta. Ħalli d-dixxijiet jiksħu xi ftit u mbagħad qiegħed id-desikkatur (5.7) fit-temperatura tal-kamra tal-miżien u iżen sa l-eqreb 0,1 mg.

6.3. **Il-porzjon tat-test**

Iżen, sa l-eqreb 0,1 mg madwar 3 grammi mill-kampjun tat-test (6.1), direttament f'wieħed mid-dixxijiet imħeejjija (A).

6.4. **Il-mod kif jiġi stabbilit**

Billi tuża l-pipetta (5.2), żid mad-dixx (A) eżattament 5 ml mis-soluzzjoni ta' aċetat tal-manjeżju (4.1) sabiex ixxarrab il-porzjon kollu tat-test, u ħallih joqgħod għal 30 minuta.

Mad-dixx imħejji l-ieħor (B), żid bil-pipetta (5.2) eżattament 5 ml mis-soluzzjoni ta' l-aċetat tal-manjeżju (4.1).

Evapora l-kontenut taż-żewġ dixxijiet (A u B) sakemm jinxfu sewwa fuq il-banju tal-misħun jagħli (5.6).

Qiegħed iż-żewġ dixxijiet fil-forn (5.4), ikkontrollat għal temperatura ta' 102 °C ± 1 °C, għal 30 minuta.

Saħħan id-dixx A bil-kontenut tiegħu fuq nar baxx, jew fuq l-elettriku (*hot plate*) jew taħt lampa tar-raġġi *infra red* (I/R), sakemm il-porzjon tat-test isir irmied għal kollox, u filwaqt li tieħu ħsieb li ma jeħux in-nar.

Ittrasferixxi ż-żewġ dixxijiet (A u B) għal ġol-forn ta' l-elettriku (5.5) ikkontrollat għal temperatura ta' 825 °C ± 25 °C, u saħħan għal mill-inqas siegħa sakemm il-karbonju kollu jkun sparixxa mid-dixx A. Ħalli ż-żewġ dixxijiet jiksħu xi ftit u mbagħad qegħidhom fid-desikkatur (5.7) sa l-eqreb temperatura tal-kamra tal-miżien u iżen sa l-eqreb 0,1mg.

Tenni l-ħidmiet tas-sħana għal madwar 30 minuta, fil-forn ta' l-elettriku (5.5), daqqa tkessaħ u daqqa tiżen, sakemm il-massa tibqa' kostanti sa ma tiġi għal 1 mg jew inkella tibda tiżdied. Irreġistra l-massa minima.

7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

7.1. **Il-metodu ta' kalkolu**

Il-kontenut ta' l-irmied, li jinkludi l-P_2O_5, fil-kampjun, bħala perċentwal skond il-massa, jingħata bi:

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

fejn:

m_0 hija l-massa, fi grammi, tal-porzjon tat-test;

m_1 hija l-massa, fi grammi, tad-dixx A u l-fdal;

m_2 hija l-massa, fi grammi, tad-dixx A mħejji;

m_3 hija l-massa, fi grammi, tad-dixx B u l-fdal;

m_4 hija l-massa, fi grammi, tad-dixx B imħejji.

Ikkalkola r-riżultat finali sa l-eqreb 0,01 %.

7.2. **It-tennija**

Id-differenza fir-riżulati bejn il-modi kif jiġu stabbiliti mwettqa simultanjament jew wara xulxin bil-heffa fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, fl-istess kondizzjonijiet ma tistax taqbeż iż-0,1 ta' gramma għal kull 100 gramma tal-prodott.

L-intervall taż-żmien tat-tennija għandu jinkiseb f'95 % tad-drabi li dan il-metodu jitwettaq sew.

IL-METODU 5

MOD KIF JIĠI STABBILIT L-IRMIED

(li jinkludi l-P_2O_5)

1. SKOP U FIRXA TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jistabbilixxi l-kontenut ta' l-irmied (li jinkludi l-P_2O_5) ta':

— il-kaseini tat-tames

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' l-irmied (li jinkludi l-P_2O_5): il-kontenut ta' l-irmied kif stabbilit bil-metodu speċifikat.

3. PRINĊIPJU

Porzjon tal-kampjun jinħaraq għal temperatura ta' 825 °C ± 25 °C għall-massa kostanti. Il-fdal jiġi stabbilit bl-użin u jiġi kkalkolat bħala perċentwal skond il-massa tal-kampjun.

4. APPARAT

4.1. **Il-miżien analitiku.**

4.2. **Dixx tas-silika jew tal-platinum**, b'dijametru ta' 70 mm u fond ta' minn 25 sa 50 mm.

4.3. **Forn ta' l-elettriku** biċ-ċirkolazzjoni ta' l-arja, kapaċi li jiġi kkontrollata għal temperatura ta' 825 °C ± 25 °C.

4.4. **Desikkatur**, li jkun fih il-ġel tas-silika attivata friska b'indikatur tal-kontenut ta' l-ilma jew desikkant ekwivalenti.

5. PROĊEDURA

5.1. **It-tħejjija tal-kampjun tat-test**

Kif deskritt fit-Taqsima 1.2 tad-Dispożizzjonijiet Ġenerali.

5.2. **It-tħejjija tad-dixx**

Saħħan id-dixx (4.2) fil-forn ta' l-elettriku l-(4.3), ikkontrollat għal temperatura ta' 825 °C ± 25 °C, għal 30 minuta. Ħalli d-dixx jiksaħ xi ftit imbagħad qiegħdu fid-desikkatur (4.4) fit-temperatura tal-kamra tal-miżien u iżen sa l-eqreb 0,1 mg.

5.3. **Il-porzjon tat-test**

Iżen, sa l-eqreb 0,1 mg madwar 3 grammi mill-kampjun tat-test (5.1), direttament għal ġod-dixx imħejji.

5.4. **Il-mod kif jiġi stabbilit**

Saħħan id-dixx bil-kontenut tiegħu fuq nar baxx, jew fuq l-elettriku (*hot plate*) jew taħt lampa tar-raġġi *infra red* (*I/R*), sakemm il-porzjon tat-test isir irmied għal kollox, u billi tieħu ħsieb li ma jeħux in-nar.

Ittrasferixxi d-dixx għal ġol-forn ta' l-elettriku (4.3), ikkontrollat għal temperatura ta' 825 °C ± 25 °C, u saħħan għal mill-inqas siegħa sakemm il-karbonju kollu jkun sparixxa mid-dixx. Ħalli d-dixx jiksaħ xi ftit imbagħad qiegħed fid-desikkatur (4.4) fit-temperatura tal-kamra tal-miżien u iżen sa l-eqreb 0,1 mg.

Tenni l-ħidmiet tas-sħana għal madwar 30 minuta, fil-forn ta' l-elettriku (4.3), daqqa tkessħu u daqqa tiżnu, sakemm il-massa tibqa kostanti sa ma tilħaq il-1 mg jew inkella tibda tiżdied. Irreġistra l-massa minima.

6. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

6.1. **Il-metodu tal-kalkolu u l-formola**

Il-kontenut ta' l-irmied fil-kampjun, li jinkludi l-P_2O_5, bħala perċentwal skond il-massa, jingħata bi:

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

fejn:

m_0 hija l-massa, fi grammi, tal-porzjon tat-test;

m_1 hija l-massa, fi grammi, tad-dixx u l-fdal;

m_3 hija l-massa, fi grammi, tad-dixx imħejji.

Ikkalkola r-riżultat finali sa l-eqreb 0,01 %.

6.2. **It-tennija**

Id-differenza bejn ir-riżulati ta' żewġ modi kif jiġu stabbiliti mwettqa simultanjament jew wara xulxin bil-ħeffa fuq l-istess kampjun, mill-istess analist fl-istess kondizzjonijiet ma tistax taqbeż iż-0,15 il-gramma ta' l-irmied għal kull 100 gramma tal-prodott.

Dan l-intervall taż-żmien tat-tennija għandu jinkiseb f'95 % tad-drabi li dan il-metodu jitwettaq sew.

IL-METODU 6

MOD KIF JIĠI STABBILIT IL- *pH*

1. SKOP U FIRXA TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jistabbilixxi l-*pH* ta':

— il-kaseinati.

2. DEFINIZZJONI

Il-*pH* tal-kaseinati: il-*pH*, f'temperatura ta' 20 °C, tas-soluzzjoni ilmija tal-kaseinati, kif stabbilit bil-metodu speċifikat.

3. PRINĊIPJU

Il-mod kif jiġi stabbilit elettrometrikament il-*pH* tas-soluzzjoni ilmija tal-kaseinati, bl-użu ta' l-arloġġ tal-*pH*.

4. REAĠENTI

Kull ilma wżat fit-tħejjija tar-reaġenti jew fil-Proċedura (6) għandu jkun ilma ddistillat reċentement li jkun ġie protett mill-assorbiment tad-dijossidu tal-karbonju.

4.1. **Is-soluzzjonijiet kuxxinett**, għall-kalibrazzjoni ta' l-arloġġ tal-*pH* (5.2).

Żewġ soluzzjonijiet kuxxinetti standard b'valuri tal-*pH* f'temperatura ta' 20 °C li jkunu magħrufa sat-tieni punt deċimali u jibbrakitjaw il-valur tal-*pH* tal-kampjun taħt it-test, per eżempju s-soluzzjoni kuxxinett tal-ftalat tal-*pH* ta' madwar 4 u s-soluzzjoni kuxxinett tal-burax tal-*pH* ta' madwar 9.

5. APPARAT

5.1. **Il-miżien**, bi preċiżjoni ta' 0,1 ta' gramma.

5.2. **Arloġġ li jimmarka l-pH**, b'sensittività minima ta' 0,05 ta' unità, b'elettrodu kkalibrat b'mod xieraq, eż. elettrodu tal-ħġieġ u kalomel jew elettrodu ieħor ta' referenza.

5.3. **Termometru**, bi preċiżjoni ta' 0,5 °C.

5.4. **Flixkun koniku tal-laboratorju**, b'kapaċità ta' 100 ml, imgħammar b'tapp tal-ħġieġ maħkuk.

5.5. **Tazza biż-żennuna**, b'kapaċità ta' 50 ml.

5.6. **Apparat li jħawwad.**

5.7. **Tazza biż-żennuna**, għall-apparat li jħawwad (5.6) b'kapaċità ta' mill-inqas 250 ml.

6. PROĊEDURA

6.1. **It-tħejjija tal-kampjun tat-test**

Kif deskritt fit-Taqsima 1.2 tad-Dispożizzjonijiet Ġenerali.

6.2. **Il-mod kif jiġi stabbilit**

6.2.1. *Il-kalibrazzjoni ta' l-arloġġ tal-pH*

Aġġusta t-temperatura tas-soluzzjoni kuxxinett (4.1) għal 20 °C u kkalibra l-arloġġ tal-*pH* skond l-istruzzjonijiet tal-fabbrikant.

NOTI

1. Il-kalibrazzjoni għandha titwettaq waqt li l-fliexken tal-laboratorju jkunu wieqfa għal 20 minuta (ara s-6.2.2).
2. Jekk ikun qiegħed jiġi ttestjat serje ta' kampjuni, iċċekkja l-kalibrazzjoni ta' l-arloġġ tal-*pH* ma' soluzzjoni kuxxinett standard jew aktar mill-inqas kull 30 minuta.

6.2.2. *It-tħejjija tas-soluzzjoni tat-test*

Ittrasferixxi 95 ml ilma għal ġot-tazza biż-żennuna (5.7), żid 5,0 grammi tal-kampjun tat-test (is-6.1), u ħawwad billi tuża l-apparat li jħawwad (5.6) għal 30 sekonda.

Ħalli jistrieħ għal 20 minuta f'temperatura ta' madwar 20 °C imgħotti bi ħġieġa tal-protezzjoni.

6.2.3. *Il-kejl tal-pH*

6.2.3.1. Ferragħ madwar 20 ml mis-soluzzjoni fit-tazza biż-żennuna (5.5) u minnufih stabbilixxi l-*pH* ta' dan il-likwidu, billi tuża l-arloġġ tal-*pH* (5.2) wara li tkun laħlaħt l-elettrodu tal-ħġieġ bil-kawtela bl-ilma.

6.2.3.2. Kejjel il-*pH*.

7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

7.1. **Ir-reġistrazzjoni tal-*pH***

Irreġistra, bħala l-*pH* tas-soluzzjoni ilmija tal-kaseinati, il-valur moqri mill-arloġġ tal-*pH* sa mill-anqas żewġ punti deċimali.

7.2. **It-tennija**

Id-differenza fir-riżulati taż-żewġ modi kif jiġu stabbiliti mwettqa simultanjament jew wara xulxin b'ħeffa fuq l-istess kampjun, mill-istess analist fl-istess kondizzjonijiet ma tistgħax taqbeż iż-0,5 ta' unità tal-*pH*.

Dan l-intervall taż-żmien tat-tennija għandu jinkiseb f'95 % tad-drabi li dan il-metodu jitwettaq sew.