A.L. 99 ta' 2005

ATT DWAR IS-SERVIZZI VETERINARJI (KAP. 437)

Regoli ta' l-2005 dwar Analiżi għall-Kontroll Uffiċjali tal-Għalf, 2004

BIS-SETGĦA mogħtija taħt artiklu 22 ta' l-Att dwar is-Servizzi Veterinarji, il-Ministru ta' l-Ambjent u l-Affarijiet Rurali għamel dawn ir-Regoli:-

Titlu, skop u applikabilità.

1. (1) It-titlu ta' dawn ir-regoli hu Regoli għall-Analiżi għall-Kontroll Uffiċjali ta' l-Għalf.

(2) L-iskop ta' dawn ir-Regoli hu biex jiġu implimentati ir-regoli taħt id-Direttiva tal-Kummisssjoni ta' l-UE 71/393/KEE li titstabbilixxi metodi għall-analiżi għall-kontroll uffiċjali ta' l-għalf.

(3) L-analiżi għall-kontroll uffiċjali ta' l-għalf li għandu kontenut ta' ilma, nitroġeni volatili, żjut fosforiċi u mhux maħdumin totali, u xaħam, għandhom isiru skond il-metodi li hemm fl-Iskeda ta' dawn ir-regoli.

SKEDA

1. DETERMINAZZJONI TA' L-ILMA

1. Għan u Skop

Dan il-metodu jiddetermina l-kontenut ta' l-ilma fl-għalf. Ma jkoprix l-analiżi tal-prodotti tal-ħalib bħala għalf waħdu, l-analiżi tas-sustanzi minerali u taħlit compost prinċipalment minn sustanzi minerali, l-analiżi ta' xaħmijiet u żjut kemm mill-annimali u kemm mil-ħaxix jew l-analiżi taż-żerriegħa u taż-żejt u frott żejtni mniżżlin fir-Regolament tal-Kunsill ta' l-UE 136/66/KEE tat-22 ta' Settembru 1966 dwar organizzazzjoni komuni taż-żejt u x-xaħam fis-suq.

Id-determinazzjoni tal-kontenut ta' ilma fiż-żerriegħa taż-żejt u frott żejtni hi mniżżla fit-tielet Anness tar-Regolament tal-Kummissjoni tal-UE numru 1470/68 tat-23 ta' Settembru 1968 dwar id-*drawing* u r-riduzzjoni ta' kampjuni u d-determinazzjoni tal-kontenut taż-żejt, impuritajiet u ilma fiż-żerriegħa taż-żejt.

2. Prinċipju

Il-kampjun jiġi mnixxef f'kundizzjonijiet speċifiċi li jverjaw skond in-natura ta'l-għalf. It-telf fil-massa huwa mkejjel billi tiżnu. Hu neċessarju li jsir tnixxif preliminary fil-każ ta' għalf solidu li għandu kontenut għoli ta' ilma.

3. Apparat

3.1 *Crusher* magħmul minn materjal li ma jassorbix ilma li jitnaddaf faċilment u jħalli l-*crushing* mingħajr ma jkun hemm ħafna sħana, ma jħallix kemm jista' jkun kuntatt ma' l-arja ta' barra u jissodisfa r-rekwiżiti mniżżla f' 4.1.1 u 4.1.2 (eż *hammer* jew *water-cooled micro-crushers, collapsible cone mills, slow motion* jew *cogwheeled crushers.)*

3.2 Bilanċ analitiku; sa l-eqreb 0.5mg.

3.3 Kontenituri nixfin ta' metal li ma jikkorrodix ruħu jew tal-ħġieġ b' għatu li jassikura li jingħalqu u ma tidħolx arja; superfiċi fejn isir ix-xogħol li jippermetti l-kampjun tat-test biex jinfirex xi 0.3g/cm kwadri.

3.4 Forn isotermiku li huwa msaħħan bl-elettriku (+/- 1 grad Celsius) li jkun regolat sew u li jiżgura regolazzjoni tat-temperatura rapida [3].

---

[3] Għat-tnixxif taċ- ċereali bħal, dqiq, *groats* u *meal*, il-form irid ikollu kapaċita'termika biex, meta jkun ippresettjat fuq 131 grad Celsius, ikun jista' jerġa jmur fuq dik it-temperatura f' inqas minn 45-il minuta wara li l-ikbar numru ta' kampjuni tat-test jkunu tpoġġew ġewwa biex jinxfu simultanjament. Il-ventilazzjoni trid tkun f' mod li, meta kemm jista' jkun qamħ komuni kemm jista'

3.5 Forn tal-valur aggustabbli li jissahhan bl-elettriku b'pompa taz-zejt u jew mekkanizmu biex tiddahhal arja shuna u niexfa jew agent ta' tnixxif (ez *calcium oxide*) .

3.6 Dessikatur bi *plate* hoxna u perforata tal-metall jew porcellana , li fiha agent ta' tnixxif efficjenti.

4. **Procedura**

N.B: L-operazzjonijiet imnizzla f' din is-sezzjoni jriidu jsiru immedjatament wara li jinfetħu l-pakketti tal-kampjuni. L-analizi trid issir mill-inqas darbtejn.

4.1 *Preparazzjoni*

4.1.1 *Ghalf hlief dak li jaqa' taht 4.1.2 u 4.1.3*

Hu mill-inqas 50g mill-kampjun . Jekk ikun necessarju, farrak jew aqsam f'mod li tigi evitata kull varjazzjoni fil-kontenut tal-ilma. (ara 6)

4.1.2 *Cereali u groats*

Hu mill-inqas 50g mil-kampjun. Farrak f'bicciet li minnhom mill-inqas 50% jista' jghaddi minn xibka ta' 0.5mm u thalli mhux iktar minn 10% *reject* fuq xibka tal-toqob tondi tal-1mm.

4.1.3 *Ghalf f'forma ta' likwidu jew paste, ghalf li ghandu kontenut ewlieni ta' zejt u xaham*

Hu xi 25g mil-kampjun, izen sa l-eqreb 10mg, zid ammont xieraq ta' ramel anidriku mwiezen sa l-eqreb 10mg u hallat sakemm ikollok tahlita omo genika.

4.2 *Tnixxif*

4.2.1 *Ghalf li ma jikklassifikax taht 4.2.2 u 4.2.3*

Izen kontenitur (3.3) bl-ghatu sa l-eqreb 0.5mg. Poggi fil-konenitur, sa l-eqreb 1mg, xi 5g mil-kampjun u xerred sew. Poggi l-kontenitur, minghajr l-ghatu, fil-forn li jkun issahhan minn qabel sa 103 gradi Celsius. Biex it-temperatura tal-forn ma tinzilx malajr, dahhal il-kontenitur malajr kemm jistra' jkun. Hallih jinxef ghal erba' sighat ikkalkulati minn meta t-temperatura terga' taqa' sa 103 gradi Celsius. Erga poggi l-ghatu fuq il-kontenitur, ohrog il-kontenitur mil-forn, hallih

---

jiehu jitnixxfu ghal saghtejn, ir-rizultati jvarjaw minn dawk ta' erba' sighat qabel b'inqas minn 0.15%.

jiksah bejn 30 u 45-il minuta fid-dessikatur (3.6) u izen sa l-eqreb 1mg.

Fil-kaz ta' ghalf komposti principalment minn zejt u xaham, nixxef ghal 30 minuta ohra f' temperatura ta' 130 grad Celsius. Id-differenza bejn uzin u iehor ma tistax teccedi 0.1% ilma.

4.2.2 *Dqiq, groats u meal*

Izen kontenitur (3.3) bl-ghatu sa l-eqreb 0.5mg. Poggi fil-konenitur, sa l-eqreb 1mg, xi 5g mil-kampjun u xerred sew. Poggi l-kontenitur,minghajr l-ghatu, fil-forn li jkun issahhan minn qabel sa 103 gradi Celsius. Biex it-temperatura tal-forn ma tinzilx malajr, dahhal il-kontenitur malajr kemm jistra' jkun. Hallih jinxef ghal saghtejn ikkalkulati minn meta t-temperatura terga' taqa' sa 103 gradi Celsius. Erga poggi l-ghatu fuq il-kontenitur, ohrog il-kontenitur mil-forn, hallih jiksah bejn 30 u 45-il minuta fid-dessikatur (3.6) u izen sa l-eqreb 1mg.

4.2. *Ghalf kompost li fih iktar minn 4% sukrozju jew laktozju: ghalf wahdu bhal locust beans,prodotti tac-cereali idrolizzati, zerriegha tal-malt, dried beet chips, solubbli tal-hut u z-zokkor; ghalf kompost li fih iktar minn 25% minerali inkluz ilma tal-kristallizzazzjoni.*

Izen kontenitur (3.3) bl-ghatu sa l-eqreb 0.5mg. Poggi fil-kontenitur, sa l-eqreb 1mg, xi 5g mil-kampjun u xerred sew. Poggi l-kontenitur, minghajr l-ghatu, fil-forn tal-vakum li jkun issahhan minn qabel bejn 80 u 85 grad celsius. Biex it-temperatura tal-forn ma tinzilx malajr, dahhal il-kontenitur malajr kemm jistra' jkun.

Tella' l-pressjoni sa 100 Torr u hallih jinxef ghal erba' sighat f'din il-pressjoni , jew f'kurrent ta' arja shuna u niexfa jew permezz ta' agent li jnixxef (xi 200g ghal 20 kampjun). Fis-sitwazzjoni ta' l-ahhar aqla' l-*vacuum pump* meta tintlahaq il-pressjoni mehtiega. Ikkalkula l-perijodu ta' tnixxif minn meta t-temperatura tal-forn tinzel ghal 80 sa 85 grad Celsius. Erga gib il-pressjoni tal-forn attentament ghal-pressjoni ambjentali. Ifteh il-forn, poggi l-ghatu fuq il-kontenitur, ohrog il-kontenitur mil-forn, hallih jiksah bejn 30 u 45-il minuta fid-dessikatur (3.6) u erga' izen. Id-differenza bejn uzin u iehor ma tistax teccedi 0.1% ilma.

4.3 Tnixxif preliminari

4.3.1 *Ghalf li ma jikklassifikax taht 4.3.2*

Ghalf solid b'kontenut gholi ta' ilma li jikkawza diffikulta' fil-tifrik tal-kampjun irid jkun soggett ghal tnixxif preliminari kif gej:

Izen 50 g mil-kampjun mhux imfarrak sa l-eqreb 10mg (Ghalf kompressat jew agglomerat jista' jitqassam approssimament jekk ikun necessarju) f'kontenitur xieraq (ez *aluminium plate* ta' 20 * 12cm b' rim ta' 0.5cm). Hallih jinxef f' forn bejn 60 u 70 grad Celsius sakemm l-ilma li hemm fih jitnaqqas sa bejn 8% u 12%. Ohorgu mil-forn, hallih jiksah minghajr ghatu fil-laboratorju ghal siegha u iznu sa l-eqreb 10mg. Farrku mil-ewwel kif indikat f' 4.1.1 u nixfu kif indikat f' 4.2.1 jew 4.2.3 skond in-natura ta' l-ghalf.

4.3.2 *Cereali*

Qamh b'kontenut ta' ilma ta' iktar minn 17% jrid ikun soggett ghal tnixxif preliminari kif gej:

Izen 50 g mil-qamh mhux imfarrak sa l-eqreb 10mg (Ghalf ikkompressati jew agglomerate jista' jitqassam approssimament jekk ikun necessarju) f'kontenitur xieraq (ez *aluminium plate* ta' 20 * 12cm b' rim ta' 0.5cm). Hallih jinxef f' forn bejn 60 u 70 grad Celsius ghal 5 sa 7 minuti . Ohorgu mil-forn, hallih jiksah minghajr ghatu fil-laboratorju ghal saghtejn u iznu sa l-eqreb 10mg. Farrku mil-ewwel kif indikat f' 4.1.2 u nixfu kif indikat f' 4.2.2 skond in-natura tal-*feedingstuff*.

5. **Kalkolu tar-rizultati**

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

Tnixxif wara li jkun diga` gie mnixxef

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

Fejn:

E= massa inizjali, fi grammi, ta' l-ezami tal-kampjun.
M= massa, fi grammi, ta' l-ezami tal-kampjuni wara t-tnixxif preliminari.
M'= massa, fi grammi, ta' l-ezami tal-kampjuni wara li jkun imfarrak u midhun.
M = massa, fi grammi, ta' l-ezami niexef tal-kampjuni.

5.3 *Repetizzjoni*

Id-differenza bejn ir-rizultati ta' zewg determinazzjonijiet paralleli mill-istess kampjun ma jistghux jeccedu 0.2% ilma.

6. **Osservazzjoni**

Jekk it-tifrik ikun necessarju u jekk dan jaltera l-kontenut ta' ilma tal-prodott, ir-rizultati ta'l-analizi tal-komponenti ta'l-ghalf iridu jitrangaw fuq il-bazi tal-kontenut tal-ilma tal-kampjun fl-istat inizzjali tieghu.

II **DETERMINAZZJONI TA' BAZIJIET NITROGENI VOLATILI**

A. MIKRODIFFUZJONI

1. **Ghan u skop**

Dan il-metodu jippermetti d-determinazzjoni tal-kontenut ta' bazijiet nitrogeni volatili, espressi bhala *ammonia*, fl-ghalf.

2. Principju

Il-kampjun jigi estratt bl-ilma u s-soluzzjoni tigi iccarata u iffiltrata. Il-bazijiet nitrogeni volatili jigu spustati bil-mokrodiffuzjoni permezz ta' soluzzjoni ta' *potassium carbonate* , migbura f' soluzzjoni ta' *boric acid* u titrati bis-*sulphuric acid*.

3. **Reagenti**

3.1. 20% (w/v) soluzzjoni ta' *trichloroacetic acid*.

3.2. Indikatur: holl 33 mg ta' *bromocresol green* u 65 mg *methyl red* f' 100 ml 95%—96% (v/v) *ethanol*.

3.3. Soluzzjoni ta' *boric acid:* holl fi *graduated flask* tal-1 litru 10 g *boric acid A.R* f' 200 ml ta' 95%—96% (v/v) *ethanol* u 700 ml ilma. Zid 10 ml indikatur (3.2.). Hallat u, jekk ikun necessarju, adatta l-kulur tas-soluzzjoni ghal ahmar car billi zzid soluzzjoni tas-*sodium hydroxide*. 1 ml minn din is-soluzzjoni tahdem fuq massimu ta' 300 µg NH_3.

3.4. Soluzzjoni ta' *potassium carbonate* issaturata : Holl 10.0g *potassium carbonate A.R.* f' 100 ml ilma jaghli. Hallih jiksah, u iffiltrah.

3.5. *Sulphuric acid* 0·02 N.

4. **Apparat**

4.1. *Mixer (tumbler*): approssimament bejn 35 u 40 r.p.m.

4.2. *Conway cells* tal-hgieg jew tal-plastik (ara d-*diagram*).

4.3. *Microburettes* iggradwati f' 1/100 ml.

5. **Procedura**

Izen 10g mil-kampjun sa l-eqreb 1mg u poggih f' 100ml ilma f' *graduated flask* tal-200ml. Hallat fit-*tumbler* ghal 30 minuta. Zid 50ml soluzzjoni ta' *trichloroacetic acid* (3.1), zid sal-marka bl-ilma, ixxekja bil-qawwa u iffiltra b'*pleated filter*.

Permezz ta' pipetta, qattar 1ml soluzzjoni ta' *boric acid* (3.3) fil-parti centrali tal-*Conway cell* u 1ml mil-filtrat tal-kampjun fil-*crown* tac-cellula. Aghtti parti minnha bl-ghatu iggrisjat. Qattar 1ml soluzzjoni issaturata ta' *potassium carbonate*(3.4) malajr fil-*crown* u aghlaq l-ghatu halli c-cellula tkun izolata ghal kollox mill-arja. Dawwar ic-cellula attentament u poggiha orizzontalmet biex iz-zewg reagenti jithalltu. Halliha inkubata ghal mill-inqas erba' sighat f'temperatura ambjentali jew ghal siegha f'40 grad Celsius.

Permezz ta' *microburette (4.3)*, ittitratja il-bazijiet volatili fis-soluzzjoni ta' *boric acid* bis-*sulphuric acid* 0.02 N (3.5).

Aghmel *blank test* bl-istess procedura izda minghajr kampjun biex jigi analaizzat.

6. **Kalkolu tar-Rizultati**

1ml H2SO4 0.02N jikkorrispondu ghal 0.34mg *ammonia*.

Esprimi r-riziltat bhala persentagg tal-kampjun.

Repetizzjoni

Id-differenza bejn ir-rizultati ta' zewg determinazzjonijiet paralleli mill-istess kampjun ma jistghux jeccedu :

10%, valur relattiv, ghal kontenut ta'*ammonia* ta' inqas minn 1%;

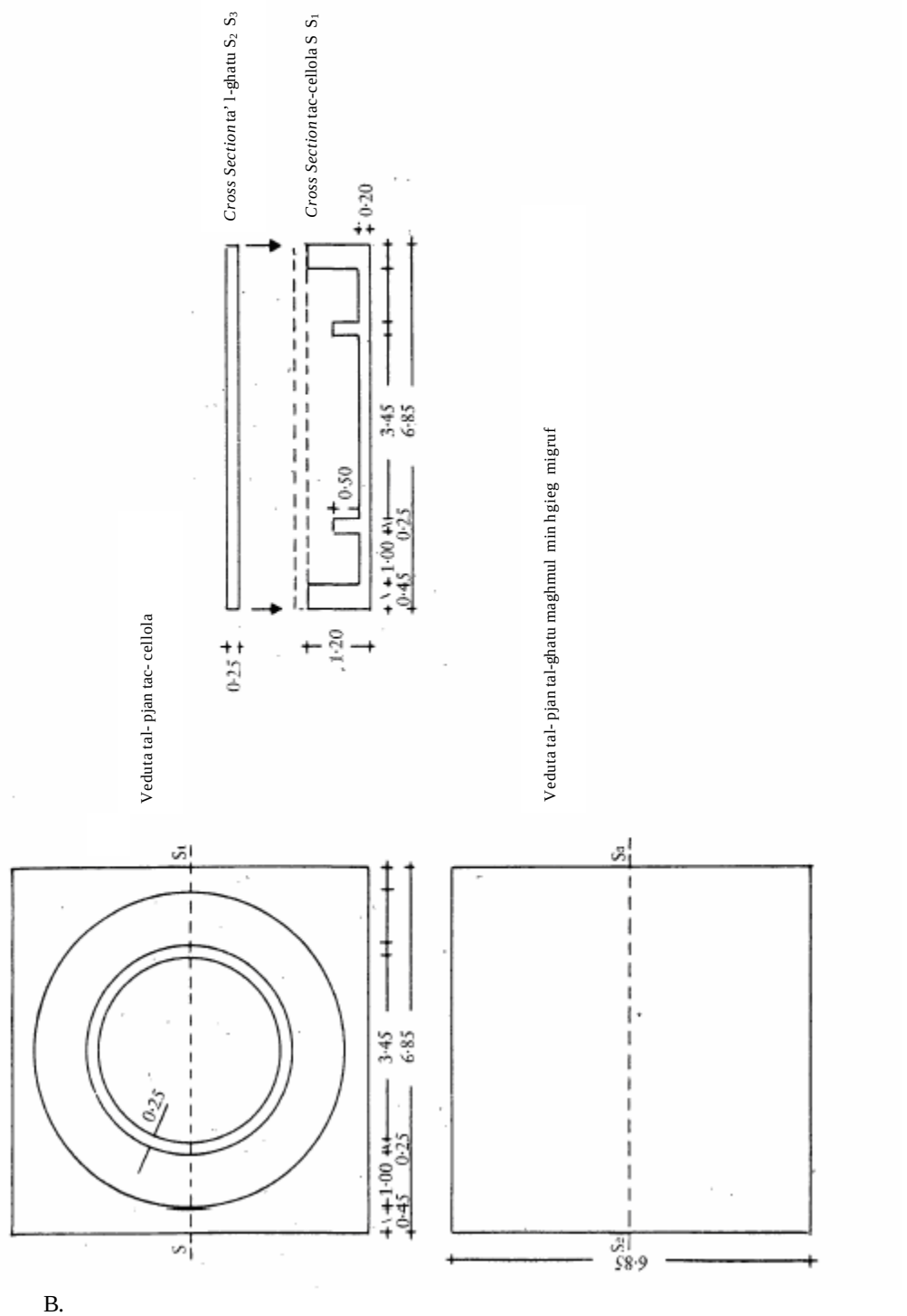
0.1%, valur assolut, ghal kontenut ta' *ammonia* ta' 1.0% jew iktar.

7. **Osservazzjoni**

Jekk il-kontenut ta' l-*ammonia* jeccedi 0.6%, hallat il-filtrat inizzjali.

Cellola ta' *Conway*

Skala 1/1



B.

BID-DISTILLAZZJONI

1. **Ghan u skop**

Dan il-metodu jippermetti d-determinazzjoni tal-kontenut ta' bazijiet nitrogeni volatili, espress bhala *ammonia,* fil-*fish meal* li ma fih prattikalment ebda *urea.* Dan il-metodu japplika biss fil-kaz ta' kontenut ta' *ammonia* ta' inqas minn 0.25%.

2. **Principju**

Il-kampjun jigi estratt bl-ilma u s-soluzzjoni iccarata u iffiltrata . Il-bazijiet nitrogeni volatili jigu spustati fil-*boiling point* billi zzid il-*magnesium oxide* u tigbru f' ammont specifiku ta' *sulphuric acid*, u l-eccess tieghu jigi titrati lura f' soluzzjoni ta' *sodium hydroxide.*

Reagenti

3.1. 20% (w/v) soluzzjoni *trichloroacetic acid*.

3.2. *Magnesium oxide A.R.*

3.3. *Anti-foaming emulsion* (ez. *silicone*).

3.4. *Sulphuric acid* 0·1 N.

3.5. Soluzzjoni ta' s*odium hydroxide* 0·1 N.

3.6. 0·3% (w/v) soluzzjoni ta' *methyl red* f' 95%—96% (v/v) *ethanol*.

4. **Apparatus**

4.1. *Mixer (tumbler)*: approssimament 35 sa 40 r.p.m.

4.2. Apparat ghad-distillazzjoni tat-tip *Kjeldahl*.

5. **Procedura**

Izen 10g mil-kampjun sa l-eqreb 1mg u poggi ma' 100ml ilma f'*graduated flask tal-200ml.* Hallat fit-*tumbler* ghal 30 minuta. Zid 50ml soluzzjoni ta' *trichloroacetic acid* (3.1), zid sal-marka bl-ilma, ixxekja bil-qawwa u iffiltra permezz ta' *pleated filter*.

Hu kemm hemm bzonn mil-filtrat car ghal-kontenut mistenni tal-bazijiet nitrogeni volatili (100ml ikunu bizzejjed is-soltu). Hallat sa 200ml u zid 2g *magnesium oxide* (3.2) u ftit qtar ta' *anti-foaming emulsion* (3.3). Is-soluzzjoni trid tkun *alkaline* fuq il-*litmus paper* , jekk le zid ftit *magnesium oxide (3.2).* Iddistilla xi 150ml mis-soluzzjoni fil-*Kjeldahl apparatus* u igbor id-distillat f'*Erlenmeyer flask* li fih volum preciz ta' (25 sa 50ml) *sulphuric acid* 0.1N (3.4). Waqti d-distillazzjoni, evita l-*overheating* tal-gnub. Aghlli s-*sulphuric acid* ghal zewg

minuti, keshu u aghmel *back-titration* ta' l-eccess ta' *sulphuric acid* bis-soluzzjoni ta' *sodium hydroxide* 0.1N (3.5) fil-prezenza indikatur tal-*methyl red (3.6).*

Aghmel *blank test* bl-istess procedura izda minghajr kampjun ghall-analizi.

6. **Kalkulazzjoni tar-Rizultati**

1ml H2SO4 0.1N jikkorrispondi ghal 1.7mg *ammonia.*

Esprimi r-rizultat bhala persentagg tal-kampjun.

Repeatiblitiy

Id-differenza bejn ir-rizultati ta' zewg determinazzjonijiet paralleli mill-istess kampjun ma ghandhomx jeccedu 10%, valur relattiv ta' *ammonia.*

III. **DETERMINAZZJONI TAT-FOSFRU TOTALI**

METODU FOTOMETRIKU

1. **Ghan u sskop**

Dan il-metodu jiddetermina l-kontenut ta' fosfru totali fl-ghalf. Huwa partikolarment approprjat ghall-analizi tal-prodotti b'kontenut baxx ta' fosfru. F' certu kazijiet (prodotti li fihom hafna fosfru), jista' jintuza metodu gravimetriku.

2. **Principju**

Il-kampjun jigi immineralizzat, jew bid-kombustjoni niexfa (fil-kaz ta' ghalf organici) inkella bl-digestjoni acidika (fil-kaz ta' kompostiminerali u ghalf likwidu), u mqieghdin f'soluzzjoni aciduza. Is-soluzzjoni tigi trattata bil-*molybdovanadate reagent*. L-densita` ottika tas-soluzzjoni safra li tifforma titkejjel f' spektrofotometru f' 430nm.

3. **Reagents**

3.1. *Calcium carbonate A.R.*

3.2. *Hydrochloric acid A.R.*, d: 1·1 (xi 6 N).

3.3. *Nitric acid A.R.*, d: 1·045.

3.4. *Nitric acid A.R.,* d: 1·38 sa 1·42.

3.5. *Sulphuric acid A.R.,* d: 1·84.

3.6. *Molybdovanadate reagent*: hallat 200 ml soluzzjoni ta' *ammonium heptamolybdate* (3.6.1), 200 ml soluzzjoni ta' *ammonium monovanadate* (3.6.2) u 134 ml *nitric acid* (3.4) f' *graduated flask* tal-I litru. Imla sal-marka bl-ilma.

3.6.1. Soluzzzjoni ta' *ammonium heptamolybdate* : holl 100 g *ammonium heptamolybdate A.R.* (NH4) 6Mo7O24.4H2O. Zid 10ml *ammonia* (d: 0·91) u imla sal-marka ta' 1litru bl-ilma.

3.6.2. Soluzzjoni ta' *ammonium monovanadate*: Holl 2·35 g *ammonium monovanadate* A.R. NH4VO3 f' 400 ml ilma jahraq. Filwaqt li thawwad bla waqfien, zid bil-mod 20 ml *dilute nitric acid* dilwit (7 ml HNO3 (3.4) + 13 ml H2O) u imla sal-marka ta' 1 litru bl-ilma..

3.7. *Standard solution* ta' 1 mg fosfru ghal kull ml: holl 4·387 g *potassium dihydrogen phosphate* A.R. KG2PO4 fl-ilma. Imla sal-marka ta' 1 litru bl-ilma.

4. **Apparat**

4.1. *Silica* jew *porcelain ashing crucibles.*

4.2 *Muffle-furnace* ta' l-elettriku bit- termostat issetjat fuq 550 ºC.

4.3. 250 ml *Kjeldahl flask*.

4.4. *Graduated flasks* u pipette tal-precizjoni.

4.5. Spektrofotometru.

4.6. *Test tubes* b'diametru ta' xi 16mm, b' *stoppers* iggradati ghal diametru ta' 14·5 mm; kapacita': 25 sa 30 ml.

5. **Procedura**

5.1 *Preparazzjoni tas-soluzzjoni*

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

5.1.1 *Procedura tas-soltu*

Izen 1g jew iktar mil-kampjun sa l-eqreb img. Poggi l-kampjun tat-test f'*Kjeldahl flask*, zid 20ml *sulphuric acid(3.5)*, ixxekja biex timla s-sustanza kompletament bl-acidu u biex tevita li tehel mal-gnub tal-*flask*, sahhan u zomm fuq il-*boiling point* ghal ghaxar minuti. Halliha tiksah ftit, zid 2ml *nitric acid* (3.4), sahhan ftit, halliha tiksah ftit, zid ftit iktar *nitric acid* (3.4) u erga' gibha ghal-*boiling point*. Irrepeti l-procedura sakemm ikollok soluzzjoni bla kulur. Kessah, zid ftit ilma, iddekantja l-likwidu f'*graduated flask* tal-500ml, u lahlah il-*Kjeldahl flask* bl-ilma

jahraq. Hallih jiksah, imla sal-marka bl-ilma, omogenizza u iffiltra.

5.1.2 Kampjuni li fihom sustanzi organici u minghajr *calcium* u *magnesium dihydrogen phosphates*

Izen xi 2.5g mil-kampjun sa l-eqreb mg f' *ashing crucible*. Hallat il-kampjun tat-test sakemm ikun imhallat kompletament ma' 1g *calcium carbonate* (3.1). Axxjah fil-forn f'temepratura ta' 550 grad ceslsius +/- 5 gradi Celsius sakemm ikollok irmied abjad jew griz (ma jimpurtax jekk ikun hemm xi ftit *charcoal*)

Poggi l-irmied f' *beaker* tal-250ml . Zid 20ml ilma u *hydrochloric acid (3.2)* sakemm tieqaf l-effervexxenza . Zid 10ml ohra *hydrochloric acid* (3.2). Poggi l-*beaker* fuq *sand bath* u evapora sakemm jinxef biex is-*silica* tkun insolubli. Erga' holl ir-residwu f'10ml *nitric acid* (3.3) u aghllih fuq is-*sand bath* ghal 5 minuti minghajr ma tevapora sakemm jinxef. Iddekantja l-likwidu go *graduated flask* tal-500ml, u lahlah il-*beaker* ghal numru ta' darbiet bl-ilma jahraq. Hallih jiksah, zid sal-marka bl-ilma, onogenizzah u iffiltrah.

5.2 Zvilupp tal-kulur u tkejjil tad-densita` ottika

Hallat parti alikwota tal-filtrat minn 5.1.1 jew 5.1.2 biex ikollok koncentrazzjoni ta' *phosphorus* ta' mhux iktar minn 40 ug/ml. Poggi 10ml minn din is-soluzzjoni f' *test tube* (4.6) u zid 10ml *molybdovanadate reagent* (3.6). Omogenizzah u hallih joqghod ghal mill-inqas 10 minuti f' temepratura ta' 20 grad Celsius. Kejjel id-densita` ottika f'spektrofotometru fuq 430nm kontra soluzzjoni billi zzid 10ml *molybdovanadate reagent* (3.6) ma' 10ml ilma.

5.3 Kurva ta' Kalibrazzjoni

Mis-*standard solution* (3.7) ipprepara soluzzjonijiet b' 5, 10, 20, 30, 40 u 50 ug *phosphorus* ghal kull ml rispettivament. Hu 10ml minn kull soluzzjoni u zid 10ml *molybdovanadate reagent* (3.6). Omogenizzah u hallih joqghod ghal mill-inqas 10 minuti f' temperatura ta' 20 grad Celsius. Kejjel id-densita` ottika kif indikat f'5.2.

Ittrejsja l-*calibration curve* billi tipplottja id-densitajiet ottici kontra l-kwantitajiet korrispondenti ta' fosfru. Ghal koncentrazzjonijiet bejn 0 u 40ug/ml, il-kurva ghandha tkun lineari.

6. **Kalkolu tar-rizultati**

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

Esprimi r-riziltat bhala persentagg tal-kampjun.

Repetizzjoni

Id-differenza bejn ir-rizultati ta' zewg determinazzjonijiet paralleli mill-istess kampjun ma jistghux jeccedu :

3%, valur relattiv, ghal kontenut ta'fosfru ta' inqas minn 5%;

0.15%, valur assolut, ghal kontenut ta' fosfru ta' 5% jew iktar.

IV. **DETERMINAZZJONI TA' ZJUT MHUX MAHDUMIN U XAHMIJIET**

1. **Ghan u skop**

Dan il-metodu jiddetermina l-zjut mhux mahdumin u l-xahmijiet fl-ghalf. Ma jkoprix l-analizi taz-zerriegha taz-zejt u frott zejtni iddefinit fir-Regolament tal-Kunsill tal-Unjoni Ewropea 136/66/KEE tat-22 ta' Settembru 1966.

L-uzu taz-zewg proceduri deskritti hawn taht jiddependi mil-kompozizzjoni u u n-natura ta' l-ghalf u r-raguni ghall-analizi.

1.1 *Procedura A – zjut mhux mahdumin u xahmijiet li jistghu jigu estratti direttament*

Dan il-metodu japplika ghal hwejjeg ta' l-ikel li gejjin mil-pjanti, hlief dawk li jaqghu taht Procedura B.

1.2 *Procedura B – zjut mhux mahdumin u xahmijiet totali*

Dan il-metodu japplika ghal hwejjeg ta' l-ikel li gejjin mill-annimali u ghal- ikel kompost. Ghandu jintuza ghal kull materjal ta' l-ikel li minnu ma jistghux jigu kompletamant estratti zjut u xaham minghajr *hydrolysis* (ez *glutens,* hmira, proteina tal-patata u prodotti soggetti ghal processi bhal *extrusion, flaking u* tishin*).*

1.3 *Interpretazzjoni tar-rizultati*
F'kull kaz fejn ikollok rizultat permezz ta' Procedura B li jkun oghla minn dak li ta' Procedura A, ir-Rizultat ta' Procedura B ghangu jkun accettat bhala l-valur reali.

2. **Principju**

2.1 *Procedura A*

Il-kampjun jigi estratt bil-*light petroleum.* Is-solvent jitnehha bid-distillazzjoni u r-residwu mnixxef u mwiezen.

2.2 *Procedura B*

Il-kampjun jigi trattat bit-tishin bil-*hydrochloric acid*. It-tahlita trid titkessah u tigi filtrata. Ir-residwu jrid jinhasel u jitnixxef u iddeterminat skond il-Procedura A.

3. **Reagents**

3.1. *Light petroleum, boiling range*: bejn 40 u 60 ºC. Il-valur tal- *bromine* irid ikun inqas minn 1 u r-residwu ta' l-evaporazzjoni inqas minn 2 mg/100 ml.

3.2. *Sodium sulfate, anhydrous*.

3.3. *Hydrochloric acid*, c = 3 mol HCl/l

3.4. Ghajnuna ghall-filtrazzjoni ez. *Kieselguhr, Hyflo-supercel*.

4. **Apparat**

4.1. Apparat ta' l-estrazzjoni . Jekk ikun armat b' *siphon* (*Soxhlet apparatus*),ir- *reflux rate* ghandha tkun tali li tipproduci madwar 10 cikli kull minuta; jekk mhux tat-tip tas-*siphon*, ir-*reflux rate* ghandha tkun madwar 10 ml kull minuta.

4.2. *Extraction thimbles*, minghajr sustanzi li jinhallu fil-*light petroleum* u li ghandhom porozita' li hija konsistenti mar-rekwiziti f'punt 4.1.

4.3. Forn ghat-tnixxif, jew forn bil-vakum issetjat fuq 75 ºC ± 3 ºC jewforn ta' l-arja issetjat fuq 100 ºC ± 3 ºC.

5. **Procedura**

5.1 Procedura A (ara punt 8.1)

Izen 5g mil-kampjun sa l-eqreb 1mg, poggih f'*extraction thimble* (4.2) u aghttih b'bicca tajjara li ma tkunx xahmija.

Poggi t-*thimble* f' *extractor* (4.1) u estratta ghal 6 sighat bil-*light petroleum* (3.1). Igbor l-estratt tal-*light petroleum* fi flask *niexef u mwiezen* li fih frammenti tal-gebla haffiefa.[1]

Nehhi s-solvent bid-distillazzjoni . Nixxef ir-residwu billi zzomm il-*flask* fil-forn ghat-tnixxif ghal siegha u nofs (4.3). Hallih jiksah f'dessikatur u iznu. Erga nixfu ghal 30 minuta biex tkun cert li l-piz taz-zejt u x-xaham jibqa' kostanti (telf fil-piz bejn id-darbtejn li tizen m'ghandux ikun ta' iktar minn 1mg).

[1] Fejn iz-zejt jew ix-xaham irid jghaddi minn certu testijiet ta' kwalita', uza bococ tal-hgieg minflok frammenti tal-gebla haffiefa.

5.4 Procedura B

Izen 2.5g mil-kampjun sa l-eqreb 1mg (ara punt 8.2), poggih f'ibeaker tal-400ml jew *conical flask tat-300ml* u zid 100ml *hydrochloric acid* (3.3) u frammenti tal-gegla haffiefa. Aghtti l-*beaker* b'*watch glass* jew qabbad il-*conical flask* ma' *reflux condenser*. Halli t-tahlita tghalli bil-mod fuq fjamma baxxa jew *hot-plate* u zommha hemm ghal siegha. Thallix il-prodott jehel mal-gnub tal-kontenitur.

Kessah u zid kwantita' ta' *filtration aid* (3.4) bizzejjed biex jigi evitat telf ta' zejt u xaham waqt il-filtrazzjoni. Iffiltraha minn go *filter paper* doppja li tkun imxarrba u li ma tkunx xahmija. Ahsel ir-residwu b'ilma kiesah sakemm tottjeni filtrat newtrali. Ara li l-filtrat ma jkunx fih zejt jew xaham. Il-prezenza ta' dawn hija indikazzjoni li l-kampjun irid jigi estratt bil-*light petroleum*, permezz ta' Procedura A, qabel l-idrolisi.

Poggi d-*filter paper* doppja bir-residwu fuq *watch glass* u nixxifha ghal siegha u nofs fil-forn ta' l-arja (4.3) 100 ºC ± 3 ºC.

Poggi l-*filter paper* doppja bir-residwu niexef) u aghttih b'bicca tajjara li ma tkunx xahmija . Poggi t-*thimble* f' *extractor* (4.1) u kompli kif indikat fit-tieni u t-tielet paragrafi ta' punt 5.1.

6. **Espressjoni tar-rizultat**

Esprimi l-piz tar-residwu bhala persentagg tal-kamjun.

7. **Repetizzjoni**

Id-differenza bejn ir-rizultati ta' zewg determinazzjonijiet paralleli fuq l-istess kampjun mill-istess analista ma jistghux jeccedu :

0.2%, valur assolut, ghal kontenut ta' zjut mhux mahdumin u xahmijiet ta' inqas minn 5%;

4% irrelatati mal-oghla rizultat ghal kontenut ta' 5 sa 10%,

0.4%, valur assolut, ghal kontenut ta' iktar minn 10%

8. **Osservazzjonijiet**

8.1 Fil-kaz ta' prodotti b'kontenut gholi ta' zejt u xaham, li ma jistghux jitfarku facilment jew mhux adattati biex tottjeni kampjun ta' test ridott omogeniku, agmel dan li gej.

Izen 20g mil-kampjun sa l-eqreb 1mg u hallat ma' 10g jew iktar soluzzjoni ta' *anhydrous sodium sulfate (3.2).* Estratta bil-*light petroleum* (3.1) kif indikat f' punt 5.1. Imla l-estratt sal-marka ta' 500ml bil-ilight petroleum (3.1) u hallat. Hu 50ml mis-soluzzjoni u poggih f'*flask* zghir, niexef u mwiezen li fih frammenti ta' gebla

haffiefa.[1] Iddistilla s-solvent, nixxef u ipprocedi kif indikat fl-ahhar paragrafu taht punt 5.1.

Elimina s-solvent mir-residwu tal-estrazzjoni li jibqa' fit-*thimble*, farrak ir-residwu sakemm ikollu finezza ta' 1mm, poggih lura fl-*extraction thimble* (izzidx *sodium sulfate*) u ipprocedi kif indikat fit-tieni u t-tielet paragrafu ta' punt 5.1.

Ikkalkula l-kontenut ta' zejt u xaham bhala persentagg tal-kampjun permezz tal-formula:

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

Fejn :

a= massa fi grammi tar-residwu wara l-ewwel estrazzjoni (l-parti alikwota mill-estratt)

b= massa fi grammi tar-residwu wara t-tieni estrazzjoni

8.2 Fil-kaz ta' prodotti li fihom kontenut baxx ta' zejt u xaham il-kampjun tat-test jista' jigi mizjud ghal 5g.

8.3 Fil-kaz ta' ikel ghall-annimali li ghandhom kontenut gholi ta' ilma jista' jkun hemm bzonn li jithaltu ma' *anhydrous sodium sulfate* qabel l-idrolisi u l-estrazzjoni bhal Procedura B.

8.4 F'paragrafu 5.2 jista' jkun iktar effettiv jekk jintuza ilma jahraq minflok ilma kiesah biex jinhasel ir-residwu wara l-filtrazzjoni.

8.5 Jista' jkun li l-perjodu ta' tnixxif ta' siegha u nofs ikollu jigi estiz fil-kaz ta' cert ghalf. Ghandu jigi evitat tnixxif eccessiv ghax dan jista' jaghti rizultati baxxi. Jista' jintuza forn *microwave.*

8.6 L-estrazzjoni minn qabel b'procedura A qabel l-idrolisi u l-estrazzjoni mill-gdid b'procecura B ghandha tintuza jekk il-kontenut ta' zejt mhux mahdum jew xaham ikun oghla minn 15%. Sa certu punt dan jiddependi min-natura ta' l-ghalf u n-natura taz-zejt jew xaham fl-ghalf.

[1] [1] Fejn iz-zejt jew ix-xaham irid jghaddi minn certu testijiet ta' kwalita', uza bococ tal-hgieg minflok frammenti tal-*pumice stone.*