

31971L0250

12.7.1971

IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ

L 155/13

L-EWWEL DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI**tal-15 ta' Ġunju 1971****li tistabbilixxi l-metodi ta' analiżi tal-Komunità għall-kontroll uffiċjali ta' l-għalf**

(71/250/KEE)

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

Wara li kkunsidrat it-Trattat li jwaqqaf il-Komunità Ekonomika Ewropea,

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill ta' l-20 ta' Lulju 1970 dwar l-introduzzjoni ta' metodi tal-Komunità dwar teħid ta' kampjuni u analiżi għall-kontroll uffiċjali tat-tgħam, ⁽¹⁾ u b'mod partikolari l-Artikolu 2 tiegħu,

Billi dik id-Direttiva tenhtieg li l-kontrolli uffiċjali ta' tgħam jitwettqu permezz ta' metodi tal-Komunità ta' teħid ta' kampjuni u analiżi għall-għan ta' l-ivverifikar ta' konformità ma' htigijiet li jinholqu taħt id-disposizzjonijiet preskritti mil-liġi, regolament jew azzjoni amministrattiva li tikkonċerna l-kwalità u l-komposizzjoni tat-tgħam;

Billi l-metodi kollha ta' analiżi meħtieġa għandhom jiġu stabbiliti kemm jista' jkun malajr; billi t-tweħtieġ ta' metodi biex jiġu stabbiliti aċidu idroċjaniku, kalċju, karbonati, irmied mhux raffinat, irmied li ma jinħallx f'HCl klorin minn klorur, żejt tal-mustarda, lattosju, potassju, sodju, zokkor, theobromine u urea, u biex jiġu stabbiliti *alkaloids* flupini u l-istima ta' attività ta' *urease* ta' prodotti li johorġu mis-soja huma l-ewwel stadju f'dan il-proċess;

Billi l-miżuri li għalihom tipprovdi din id-Direttiva huma skond l-Opinjoni tal-Kumitat Permanetti għat-Tgħam,

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

*Artikolu 1*L-Istati Membri għandhom jinhtieġu li analiżi għall-kontrolli uffiċjali għat-tgħam fir-rigward tal-livelli tagħhom ta' aċidu idroċjaniku, kalċju, karbonati, irmied mhux raffinat, irmied li ma jinħallx f'HCl, klorin minn klorur, żejt tal-mustarda, lattosju, potassju, sodju, zokkor, theobromine u urea, u biex jiġu stabbiliti *alkaloids* flupini u l-istima ta' attività ta' *urease* ta' prodotti li johorġu mis-soja jitwettqu permezz tal-metodi stipulati f'din id-Direttiva.*Artikolu 2*

L-Istati Membri għandhom, sa mhux aktar tard mill-1 ta' Lulju 1972, idahhlu fis-seħħ, il-liġijiet, ir-regolamenti u d-disposizzjonijiet amministrattivi meħtieġa sabiex jikkonformaw ma' din id-Direttiva. Għandhom minnufih jgħarrfu bihom lill-Kummissjoni.

Artikolu 3

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, fil-15 ta' Ġunju 1971.

Għall-Kummissjoni
Franco M. MALFATTI
Il-President

(¹) ĠU L 170, tat-3.8.1970, p. 2.

ANNEX

METODI GĦAL ANALIŻI TAL-KOMPONENTI TAT-TGĦAM**1. DAHLA**

Il-metodi ta' analiżi ta' komponenti tat-tgħam huma ġeneralment applikabbli għat-tgħam kollu dritt u kompost. Iżda ċertu tgħam, minhabba fil-karatteristiċi tal-komposizzjoni inerenti tiegħu, jeħtieġ il-metodi individwali ta' analiżi tiegħu. Dawn il-kazijiet ġew ipprovduti taħt l-intestatura "osservazzjonijiet" fid-deskrizzjoni tal-metodi.

Meta żewġ metodi jew aktar jistgħu jintużaw biex jiġi stabbilit komponent taat-tgħam, l-għażla ta' metodu għandha, hlief meta jkun indikat mod iehor, tithalla f'idejn il-laboratorju tat-test ikkonċernat; il-metodu użat irid iżda jiġi indikat fiċ-ċertifikat ta' analiżi.

Preparazzjoni tal-kampjun għall-analiżi

Huwa *essenzjali* li l-analiżi kimika titwettaq fuq *kampjun omoġenju*. Għandu iżda jkun possibbli li jitwettaq ċertu stabilir makroskopiku jew mikroskopiku u wkoll li tiġi stabbilita l-umdità fuq il-kampjun fl-istat li jasal fih fil-laboratorju. Sabiex jiġu sodisfatti dawn iż-żewġ htigiet, *il-kampjun għandu jiġi maqsum f'żewġ partijiet. Parti waħda għandha tittiehed kif inhi; l-oħra għandha tiġi ppreparata kif ġej għall-analiżi kimika.*

Aqsam il-kampjun permezz ta' apparat mekkaniku jew bl-idejn wara li thallat b'attenzjoni l-kampjun kollu fuq wiċċ nadif u niexef. Fil-każ ta' l-ahħar huwa ta' min li jintuża l-metodu li jinqasam f'erba' partijiet li jinvolvi t-tehid ta' kampjuni wiehed wara l-iehor minn żewġ taqsimijiet biswit xulxin. Fl-ahħar nett, nehhi għall-analiżi porzjon li jiżen bejn wiehed u iehor 100 g u jekk meħtieġ għaffġu sabiex il-kampjun shiħ ikun jista' jgħaddi minn ġo għarbiel b'toqob ta' 1 mm. Itrasferixxi dan il-kampjun minnufuh għal ġo kontenitur niexef b'għatu li ma jkunx tista' tidhol l-arja minnu u ssiġillah.

Jekk il-kampjun ikun umdu hafna jrid jitnixxef minn qabel sabiex il-kontenut ta' l-umdità jitnaqqas għal livell ta' bejn 8 u 12 %. Biex tagħmel dan, nixxef il-kampjun f'temperatura addattata għal tul ta' hin adegwat.

Reaġenti u apparat

Strumenti jew apparat speċjali biss jew dawk li jeħtieġu standards speċjali huma msemmija fid-deskrizzjoni tal-metodi ta' analiżi. Mhuwiex meqjus meħtieġ li jissemma l-apparat jew l-istrumenti kollha li jiffurmaw parti mit-tagħmir ta' kull jum tal-laboratorji tat-test.

Ukoll, fejn *l-ilma* huwa msemmi b'konnessjoni ma' dilwit jew hasil dan dejjem ifisser *ilma distillat*. Bl-istess mod, fejn *soluzzjoni* ta' reaġent hija msemmija mingħajr xi indikazzjoni oħra, dan ifisser *soluzzjoni f'ilma distillat*.

L-espressjoni tar-riżultati

Ir-riżultat mogħti fiċ-ċertifikat ta' analiżi għandu jkun il-valur medju miksub fuq il-baži ta' għall-inqas żewġ testijiet. Bla ħsara għal disposizzjonijiet speċjali, għandha tiġi espressa bhala persentaġġ tal-kampjun oriġinali kif kien meta wasal fil-laboratorju. Ir-riżultat m'għandux jingħata sa aktar ċifri sinifikattivi milli l-eżattezza tal-metodu ta' analiżi tippermetti.

2. STABBIR TA' AĊIDU IDROĊJANIKU

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit il-livell ta' aċidu idroċjaniku, hieles u maqgħud fil-forma ta' *glycosides*, ftgħam u b'mod partikolari fi prodotti li johorġu minn żerriegħa tal-kittien, dqiq manjoku u ċerti speċi ta' fazola.

2. Il-prinċipju

Dan il-kampjun huwa mdendel fl-ilma. L-aċidu idroċjaniku huwa rilaxxat permezz ta' l-azzjoni ta' enzimi, imdahħal permezz ta' distillazzjoni tal-fwar u miġbur f'volum speċifiku ta' soluzzjoni aċidifikata ta' nitrat tal-fidda. Iċ-ċjanat tal-fidda huwa separat permezz ta' filtrazzjoni u n-nitrat tal-fidda żejjed huwa titratat ma' soluzzjoni ta' tijoċijanat ta' l-ammonju.

3. Riaġenti

- 3.1. Sospensjoni ta' lewż helu: għaffegħ għoxrin lewża helwa mqaxxa bil-mishun f'100 ml ta' ilma f'temperatura ta' 37 sa 40 °C. Iverifika li ma hemm l-ebda aċidu idroċjaniku f'10 ml tas-sospensjoni permezz ta' karta *sodiumpicrate* jew billi twettaq test bjank kif deskritt fl-aħħar paragrafu tal-5.
- 3.2. Soluzzjoni ta' 10 % (w/v) ta' aċetat tas-sodju, newtrali għall-*phenolphthalein*.
- 3.3. Emulsjoni kontra r-raġħwa (p.e. siliku).
- 3.4. Aċidu nitriku, d: 1·40.
- 3.5. Soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda: 0·02 N.
- 3.6. Soluzzjoni tat-tijoċijanat ta' l-ammonju: 0·02 N.
- 3.7. Soluzzjoni saturata ta' sulfat tal-ammonju ferriku.
- 3.8. Ammonju, d: 0·958.

4. Apparat

- 4.1. Forn b'termostat imqiegħed f'temperatura ta' 38 °C.
- 4.2. Apparat għad-distillazzjoni permezz ta' dhul fil-fwar iffittjat b'kondensatur b'biċċa ta' l-estensjoni mġhawġa.
- 4.3. Fjaskuni bil-qiegħ ċatt ta' 1000 ml b'tappijiet tal-ħgiegħ immattjat.
- 4.4. Banju taż-żejt.
- 4.5. Burette gradwata f'1/20 ml.

5. Il-proċedura

Iżen 20 g tal-kampjun sa l-eqreb 5 mg, qiegħed go fjaskun b'qiegħ ċatt tal-litru u žid 50 ml ta' ilma u 10 ml ta' sospensjoni ta' lewż helu (3.1). Għalaq il-fjaskun u ttrasferixxi għall-form għal sittax-il siegħa f'temperatura ta' 38 °C. Wara, kessaħ għat-temperatura tal-kamra u žid 80 ml ta' ilma, 10 ml soluzzjoni ta' aċetat tas-sodju (3.2) u qatra emulsjoni kontra r-raġħwa (3.3).

Qabbad il-fjaskun ma' l-apparat tad-distillazzjoni tal-fwar u qiegħed go banju taż-żejt li qabel it-temperatura tkun ittelleġġet għal f'it aktar minn 100 °C. Iddistilla minn 200 sa 300 ml tal-likwidu billi tgħaddi kurrent qawwi ta' fwar minn ġol-fjaskun u saħħan bil-mod il-banju taż-żejt. Iġbor id-distillat fi fjaskun Erlenmeyer protett mid-dawl u li jkun fih eżattament 50 ml ta' soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda 0,02 N (3.5) u 1 ml ta' aċidu nitriku (3.4). Kun žgur li l-biċċa ta' l-estensjoni tal-kondensatur hija mdahħla fis-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda.

Itrasferixxi l-kontenut tal-fjaskun Erlenmeyer għal go fjaskun volumetriku ta' 500 ml, žid il-volum bl-ilma, hawwad u ffiltra. Nehhi 250 ml tal-filtrat, žid bejn wieħed u iehor 1 ml ta' soluzzjoni ta' sulfat ta' l-ammonju ferriku (3.7) u nehhi n-nitrat tal-fidda żejjed bis-soluzzjoni ta' tijoċijanat ta' l-ammonju 0,02 N (3.6) meħud mill-burette gradwata f'1/20 ml.

Test bjank jista', jekk ikun meħtieġ, jitwettaq permezz ta' l-applikazzjoni ta' l-istess proċedura għall-10 ml ta' sospensjoni ta' lewż helu (3.1), waqt li jithalla barra l-kampjun li jrid jiġi analizzat.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

Jekk it-test bjank jindika li s-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda 0.02 N ikun ġie kkonsumat, naqqas il-valur ta' dan mill-volum ikkonsumat mid-distillat tal-kampjun. 1 ml ta' AgNO_3 0.02 N jikkorrespondi għal 0.54 mg ta' HCN. Aġhti r-riżultat bhala perċentwali tal-kampjun.

7. Osservazzjoni

Jekk il-kampjun ikun fih kwantità kbira ta' *sulphides* (p.e. fażla), precipitat iswed ta' *sulphide* tal-fidda jiffirma li huwa filtrat flimkien mad-depożitu taċ-ċjanat tal-fidda. Il-formazzjoni ta' dan il-precipitat tikkawża telf tas-soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda 0.02 N, li l-volum tiegħu irid jitnaqqas mill-volum użat biex jiġi kkalkolat il-kontenut ta' HCN. Sabiex isir dan, ipproċedi kif ġej:

Ittratta d-depożitu li jkun baqa' fuq il-filtru b'50 ml ta' ammonju (3.8) sabiex jinħall iċ-ċjanat tal-fidda. Aħsel ir-residwu f'ammonju dilwit u mbagħad stabbilixxi l-kontenut ta' fidda tiegħu. Aqleb il-valur miksub f'ml ta' soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda 0.02 N.

Il-kontenut tal-kampjun ta' HCN jista' jiġi stabbilit ukoll permezz ta' titrazzjoni tal-filtrat acidifikat ta' l-ammonja ma' l-aċidu nitriku.

3. STABBILIR TALKALĊJU.

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit il-kontenut tal-kalċju fit-tgħam.

2. Il-prinċipju

Il-kalċju huwa fil-forma ta' rmied, l-irmied huwa trattat b'aċidu idrokloriku u l-kalċju huwa precipitat bhala oksalat tal-kalċju. Holl il-precipitat faċidu sulfiriku u nehhi l-aċidu oksalu li jiffirma b'soluzzjoni ta' permanganat tal-potassju.

3. Riagenti

- 3.1. Aċidu idrokloriku A.R., d: 1:14
- 3.2. Aċidu nitriku A.R., d: 1:40
- 3.3. Aċidu sulfiriku A.R., d: 1:13
- 3.4. Ammonja A.R., d: 0:98
- 3.5. Soluzzjoni kiesha saturata ta' oksalat ta' l-ammonju A.R.
- 3.6. 30 % soluzzjoni (w/v) ta' aċidu ċitriku A.R.
- 3.7. 5 % soluzzjoni (w/v) ta' klorur ta' l-ammonju A.R.
- 3.8. 0.04 % soluzzjoni (w/v) ta' bromo-cresol aħdar
- 3.9. Soluzzjoni ta' permanganat tal-potassju 0.1 N

4. Apparati

- 4.1. *Muffle-furnace* ta' l-elettriku b' ċirkolazzjoni ta' l-arja u termostat.
- 4.2. Kontenitur tal-platinu, silika jew tal-porċellana biex isir l-irmied.
- 4.3. Kontenituri tal-ħġieġ għall-iffiltrar ta' porosita G4.

5. Il-proċedura

Iżen bejn wiehed u iehor 5 g tal-kampjun (jew aktar jekk ikun mehtieg) sa l-eqreb mg, aghmel irmied f'temperatura ta' 550 °C u ttrasferixxi l-irmied għal go f'jaskun ta' 250 ml.

Żid 40 ml ta' aċidu idrokloriku (3.1), 60 ml ta' ilma u f'tit taqtir ta' aċidu nitriku (3.2). Hallih jiftaħ jagħli u zommu jagħli għal tletin minuta. Hallih jiksah u ttrasferixxi s-soluzzjoni għal go f'jaskun volumetriku ta' 250 ml. Lahlah, žid il-volum sal-marċa bl-ilma, omoġenizza u ffiltra.

Bl-użu ta' pipetta, nehhi u qiegħed go f'jaskun ta' 250 ml ammont li huwa diviżibbli eżatt li jkun fih minn 10 sa 40 mg ta' kalċju skond il-kontenut tal-kalċju meqjus. Żid 1 ml ta' soluzzjoni ta' aċidu citriku (3.6) u 5 ml ta' soluzzjoni ta' klorur ta' l-ammonju (3.7).

5. Żid il-volum sa bejn wiehed u iehor 100 ml bl-ilma. Hallih jiftaħ jagħli, žid minn tmienja sa għaxar taqtiriet ta' soluzzjoni ta' *bromo-cresol* aħdar (3.8) u 30 ml ta' soluzzjoni shuna ta' oksalat ta' l-ammonju (3.5). Jekk jiffirma preċipitat, hollu billi žżid f'tit taqtiriet ta' aċidu idrokloriku (3.1).

Innewtralizza bil-mod bl-ammonju (3.4), hawwad kontinwament sakemm jinkiseb qari ta' pH ta' minn 4.4 sa 4.6 (jiġifieri meta l-indikatur jibdel il-kulur). Qiegħed il-fjaskun go banju bl-ilma jagħli u zommu hemm għal tletin minuta sabiex il-preċipitat li fforma joqgħod. Nehhi l-fjaskun minn go-banju ta' l-ilma. Hallieh joqgħod għal siegħa u ffiltra minn go G4 filtru griġjol.

Ahsej il-fjaskun u l-griġjol bl-ilma sakemm l-oksalat ta' l-ammonju żejjed jitnehha kompletament (in-nuqqas ta' klorid fl-ilma tal-ħasil jindika li nħaslu biżżejjed).

Holl il-preċipitat fuq il-filtru f'50 ml ta' aċidu sulfiriku shun (3.3). Lahlah il-griġjol bl-ilma shun u žid il-filtrat sa' bejn wiehed u iehor 100 ml. Ghollu t-temperatura sa 70-80 °C u nehhi qatra qatra ma' soluzzjoni tal-permanganat tal-potassju (3.9) sakemm jinkiseb kulur roża li jdum għal minuta.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

1 ml ta' permanganat tal-potassju 0.1 N jikkorrespondi għal 2.004 mg ta' kalċju. Aġhti r-riżultat miksub bħala perċentwali tal-kampjun.

7. Osservazzjonijiet

7.1. Għal kontenuti baxxi hafna ta' kalċju pproċedi kif ġej: Iffiltra l-preċipitat ta' l-oksalat tal-kalċju minn go karta tal-filtru hielsa mill-irmied. Wara li taħslu, nixxef il-filtru u l-irmied f'temperatura ta' 550 °C f'griġjol tal-platinu. Erġa' holl ir-residwu fi f'tit taqtiriet ta' aċidu sulfiriku (3.3), evapora sakemm jinxf, erġa' ġib irmied f'temperatura ta' 550 °C u ižen. Jekk W huwa l-użin tas-sulfat tal-kalċju miksub, il-kontenut tal-kalċju ta' l-ammont li huwa diviżibbli eżatt mehud bħala kampjun = $W \times 0.2944$.

7.2. Jekk il-kampjun ikun magħmul unikament minn sustanzi minerali, holl fl-aċidu idrokloriku mingħajr ma l-ewwel tagħmlu rmied. Fil-każ ta' prodotti bħal ma huma fosfat tal-kalċju aluminju li huma diffiċli biex thollhom fl-aċidu, dewweb kif ġej permezz ta' proċess alkalini qabel ma tholl; hawwad sew il-kampjun li jrid jiġi analizzat f'griġjol tal-platinu ma' tahlita li tiżen hames darbiet aktar minnu, li tikkonsisti f'ammonti ndaqs ta' karbonat tal-potassju u karbonat tas-sodju. Saħħan b'attenzjoni sakemm it-tahlita ddub kompletament. Kessaħ, u holl fl-aċidu idrokloriku.

7.3. Jekk il-kontenut tal-manjeżju tal-kampjun huwa għoli, ippreċipita l-oksalat tal-kalċju għal darb'ohra.

4. STABILIR TAL-KARBONATI

1. Għan u Skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit l-ammont ta' karbonati, konvenzjonalment espress bħala karbonat tal-kalċju fil-biċċa l-kbira tat-tgħam.

Iżda f'ċerti każi (per eżempju, karbonat tal-hadid) metodu speċjali għandu jintuża.

2. Il-prinċipju

Il-karbonati huma dekomposti faċidu idrokloriku; id-dijossidu karboniku rilaxxat huwa miġbur f'tubu gradwat, u l-volum tiegħu mqabbel ma' dak rilaxxat taht l-istess kondizzjonijiet permezz ta' kwantità magħrufa ta' karbonat tal-kalċju A.R.

3. Riaġenti

3.1. Aċidu idrokloriku, d: 1:10.

3.2. Karbonat tal-kalċju, A.R.

3.3. Aċidu sulfiriku, bejn wieħed u iehor 0.1 N, kulurit b'metil aħmar.

4. L-apparat

Apparat Scheibler-Dietrich (ara d-dijagramma) jew apparat ekwivalenti.

5. Il-proċedura

Skond il-kontenut tal-karbonat tal-kampjun, iżen porzjon tal-kampjun kif muri hawn taht:

0,75 g għall-prodotti li jkun fihom minn 50 sa 100 % ta' karbonati, espressi bħala karbonat tal-kalċju;

1 g għall-prodotti li jkun fihom minn 40 sa 50 % ta' karbonati, espressi bħala karbonat tal-kalċju;

2 sa 3 g għall-prodotti ohra.

Qiegħed il-porzjon tal-kampjun fil-fjaskun speċjali (4) ta' l-apparat, b'tubu ta' materjal li ma jinkisirx imwahhal miegħu li jkun fih 10 ml ta' aċidu idrokloriku (3.1), u qabbad il-fjaskun ma' l-apparat. Dawwar il-vit ta' bi tlieta (5) sabiex it-tubu (1) jaqbad ma' barra. Bl-użu tat-tubu mobbli (2), li huwa mimli b'aċidu sulfiriku kkulurit (3.3) u mqabbad mat-tubu gradwat (1), ġib il-livell tal-likwidu sal-marka zero. Dawwar il-vit (5) sabiex tqabbad it-tubi (1) u (3) u vverifika li l-livell huwa fuq iż-żero.

Halli l-aċidu idrokloriku johroġ (3.1) bil-mod fuq il-porzjon tal-kampjun, waqt li tmejjel il-fjaskun (4). Aghmel il-pressjoni ndaqsbilli tbaxxi t-tubu (2). Hawwad il-fjaskun (4) sakemm ir-rilaxx tad-dijossidu karboniku jkun waqaf kompletament.

Reġġa' lura l-pressjoni billi tirritorna l-likwidu lura sa l-istess livell fit-tubi (1) u (2). Wara ftit minuti, meta l-volum tal-gass isir kostanti, ara l-qari.

Wettaq test ta' kontroll fl-istess kondizzjonijiet fuq 0.5 g ta' karbonat tal-kalċju (3.2).

6. Il-Kalkolu tar-riżultati

Il-kontenut fi grammi ta' karbonati, espressi bħala karbonat tal-kalċju, bħala perċentwali tal-kampjun, huwa kkalkolat permezz tal-formula:

$$\frac{V \times 100}{T \times 2W}$$

fejn:

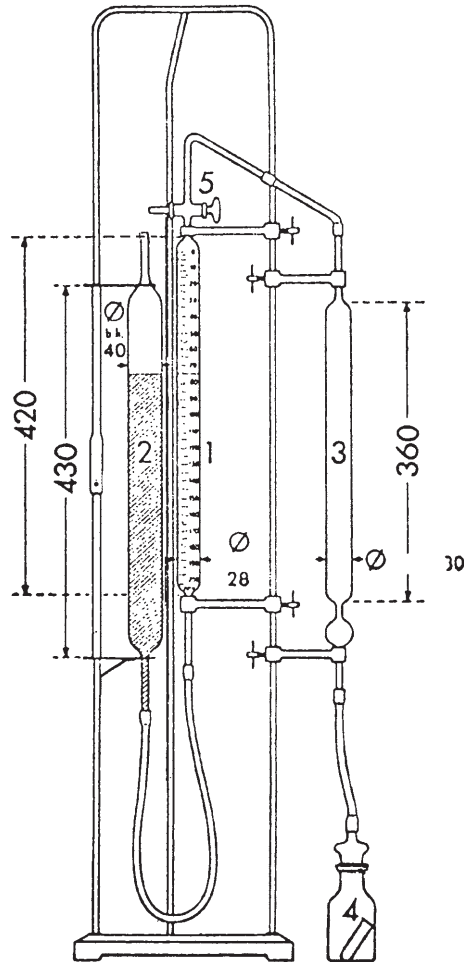
V = ml ta' CO₂ rilaxxat mill-porzjon tal-kampjun.

T = ml ta' CO₂ rilaxxat minn 0.5 g ta' CaCO₃, A.R.

W = piż, fi grammi, tal-porzjon tal-kampjun.

7. Osservazzjonijiet

- 7.1. Meta l-porzjon tal-kampjun jiżen aktar minn 2 g, l-ewwel qiegħed 15 ml ta' ilma distillat fil-fjaskun (4) u hawwad qabel ma tibda t-test. Uża l-istess volum ta' ilma għat-test ta' kontroll.
- 7.2. Jekk l-apparat użat ikollu volum differenti minn dak ta' l-apparat Scheibler-Dietrich, il-porzjonijiet mehuda mill-kampjun u mis-sustanza ta' kontroll u l-kalkolu tar-riżultati għandhom jiġu addattati kif jixraq.

APPARAT SCHEIBER-DIETRICH GĦALL-ISTABILIZZAZZJONI TA' CO₂

skala 1/8
(imkejla fmm)

5. STABILIZZAZZJONI TA' RMIED MHUX RAFFINAT.

1. Għan u Skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit il-kontenut ta' rmied mhux raffinat fit-tgħam.

2. Il-prinċipju

Il-kampjun jintgħamel irmied f'temperatura ta' 550 °C; ir-residwu jintiżen.

3. Riġenti

20 % soluzzjoni (w/v) ta' nitrat ta' l-ammonju.

4. Apparat

4.1. Hotplejt.

4.2. Muffle-furnace ta' l-elettriku bit-termostat.

4.3. Griġjoli biex isir l-irmied magħmula mill-platinu jew illigu ta' platinu u deheb (10 % Pt, 90 Au), jew f'għamla rettangolari (60 × 40 × 25 mm) jew fit-tond (dijametru: 60 sa 75 mm, għoli: 20 sa 25 mm).

5. Il-proċedura

Iżen sa l-egreb mg bejn wieħed u iehor 5 g tal-kampjun (2.5 fil-każ ta' prodotti li għandhom tendenza li jinteffu) u qiegħdu go griġjol biex jintgħamel l-irmied wara li l-ewwel ikun ġie kalcinat u tnaqqaslu l-piż fi proporzjon mat-toqol tal-kontenitur. Qiegħed il-griġjol fuq il-hotplejt u saħhan gradwalment sakemm is-sustanza tikkarbonizza. Dahhal il-griġjol go *muffle-furnace* f'temperatura ta' 550 °C ± 5 °C. Żomm din it-temperatura sakemm irmied abjad, griż ċar jew hamrani jinkiseb li jidher li huwa hieles minn partikoli li jkun fihom il-karbonju. Qiegħed il-griġjol go apparat li jnixxef, hallih jiksah u iżen minnufih.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

Ikkalkola l-piż tar-residwu billi tnaqqas il-piż fil-proporzjon mat-toqol tal-kontenitur.

Agħti r-riżultat bhala percentwali tal-kampjun.

7. Osservazzjonijiet

7.1. L-irmied ta' *sustanzi li huwa diffiċli biex isiru rmied* għandhom jiġu suġġetti għall-proċess ta' produzzjoni ta' rmied inizjali ta' mill-inqas tliet sigħat, jiteksshu u mbaġħad f'tit taqtir ta' 20 % soluzzjoni ta' nitrat ta' l-ammonju jżiedu magħhom (b'attenzjoni, sabiex jiġi evitat it-tixrid ta' l-irmied jew il-formazzjoni ta' għoqod). Kompli kkalċina wara li tnixxef fil-forn. Irrepeti l-proċess kif meħtieġ sakemm il-produzzjoni ta' l-irmied titlesta.

7.2. Fil-każ ta' *sustanzi li huma resistenti għat-trattament* deskritt taħt 7.1, ipproċedi kif ġej: Wara l-produzzjoni ta' l-irmied ta' tliet sigħat, qiegħed l-irmied go ilma sħun u ffiltra minn go filtru żgħir, hieles mill-irmied. Aghamel l-irmied mill-filtru u l-kontenuti tiegħu go griġjol oriġinali. Qiegħed il-filtrat go griġjol imkessah, evapora sakemm jinxf, aghmel irmied minnu u iżen.

7.3. Fil-każ ta' *żjut u xahmijiet*, iżen b'mod eżatt kampjun ta' bejn wieħed u iehor 25 g go griġjol ta' daqs addattat. Ikkarbonizza billi tqabbd is-sustanza bi strixxa ta' karta tal-filtru hielsa mill-irmied. Wara li jkun qabad, xarrab bl-inqas ilma possibbli. Nixxef u għamlu rmied kif deskritt taħt 5.

6. STABILIR TA' RMIED LI MA JINHALLX FL-AĊIDU IDROKLORIKU

1. Għan u Skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit il-livell fit-tgħam ta' sustanzi minerali li ma jinħallux fl-aċidu idrokloriku. Żewġ metodi jistgħu jintużaw, skond in-natura tal-kampjun.

- 1.1. *Metodu A:* jgħodd għal tgħam mhux imħallat u organiku u għall-maġġoranza ta' tgħam kompost;
- 1.2. *Metodu B:* jgħodd għal komposti u tahlitiet minerali u għal tgħam kompost li l-kontenut tagħhom f'sustanzi li ma jinħallux fl-aċidu idrokloriku, kif stabbilit minn Metodu A, huwa aktar minn 1 %.

2. Il-prinċipju

- 2.1. *Metodu A:* il-kampjun jintgħamel irmied, l-irmied jiġi mgħolli fl-aċidu idrokloriku u r-residwu li ma jinħallx filtrat u miżun.
- 2.2. *Metodu B:* il-kampjun huwa ttrattat bl-aċidu idrokloriku. Is-soluzzjoni hija ffiltrata, ir-residwu jintgħamel irmied u l-irmied miksub ittrattat skond il-Metodu A.

3. Riagenti

- 3.1. Aċidu idrokloriku 3 N.
- 3.2. 20 % soluzzjoni (w/v) ta' aċidu trichloroacetic.
- 3.3. 1 % soluzzjoni (w/v) ta' aċidu trichloroacetic.

4. Apparat

- 4.1. *Hot plate.*
- 4.2. *Muffle-furnace* ta' l-elettriku bit-termostat.
- 4.3. Griġjoli biex isir l-irmied magħmula mill-platinu jew illigu ta' platinu u deheb (10 % Pt, 90 Au), jew f'għamla rettangolari (60 × 40 × 25 mm) jew fit-tond (dijametru 60 sa 75mm, għoli: 20 sa 25 mm).

5. Il-Proċedura

5.1. *Metodu A:*

Ipproduċi rmied mill-kampjun permezz tal-metodu deskritt għall-istabbilir ta' rmied mhux raffinat. Irmied miksub minn dik l-analiżi jista' jintuża wkoll.

Qiegħed l-irmied go fjaskun ta' 250 sa 400 ml bl-użu ta' 75 ml ta' aċidu idrokloriku 3 N (3.1). Hallieh jiftah jagħli bil-mod u għalli bil-mod għal hmistax-il minuta. Iffiltra s-soluzzjoni shuna minn go karta tal-filtru ħielsa mill-irmied u aħsel ir-residwu b'ilma shun sakemm ir-reazzjoni ta' l-aċidu ma tidhirx aktar. Nixxef il-filtru li jkun fih ir-residwu u aghmlu rmied go griġjol li jkun tnaqqaslu l-piż skond il-proporzjoni tiegħu f'temperatura ta' mhux inqas minn 550 °C u mhux aktar minn 700 °C. Kessah go apparat li jnixxef u ižen.

5.2. *Metodu B:*

Ižen 5 g tal-kampjun sa l-eqreb mg u qiegħdu go fjaskun ta' 250 sa 400 ml. Żid 25 ml ta' ilma u 25 ml ta' aċidu idrokloriku 3 N (3.1) suċċessivament, hawwad u stenna sakemm tieqaf l-effervexxenza. Żid 50 ml iehor ta' aċidu idrokloriku 3 N (3.1). Stenna sakemm jieqaf xi rilaxx ta' gass imbagħad qiegħed il-fjaskun f'banju bl-ilma jagħli u zommu hemm għal tletin minuta jew aktar, jekk ikun meħtieġ, sabiex xi lamtu li jista' jkun preżenti jiġi idrolizzat sew.

Iffiltra waqt li hu shun minn ġo filtru hieles mill-irmied u aħsel il-filtru ġo 50 ml ta' ilma shun (ara osservazzjoni 7). Qiegħed il-filtru li jkun fih ir-residwu u aghmlu rmied ġo grigjol biex isir rmied ftemperatura ta' mhux inqas minn 550 °C u mhux aktar minn 700 °C. Qiegħed l-irmied ġo fjaskun ta' 250 sa 400 ml bl-użu ta' 75 ml ta' aċidu idrokloriku 3 N (3.1); kompli kif deskritt fit-tieni subparagrafu tal-5.1.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

Ikalkula l-piż tar-residwu billi tnaqqas il-piż skond il-proporzjon tal-toqol tal-kontenitur. Aġhti r-riżultat bħala perċentwali tal-kampjun.

7. Osservazzjoni

Jekk il-filtrazzjoni tkun diffiċli erga' ibda l-analizi, billi tibdel il-50 ml ta' aċidu idrokloriku 3 N (3.1) ma' 50 ml ta' 20 % aċidu trichloroacetic (3.2) u taħsel il-filtru ġo soluzzjoni shuna ta' 1 % aċidu trichloroacetic (3.3).

7. STABILIR TA' KLORIN MINN KLORUR

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit l-ammont ta' klorin fi klorur li jinhallu fl-ilma, konvenzjonalment espressi bħala klorur tas-sodju. Huwa applikabbli għat-tgħam kollu.

2. Il-prinċipju

Il-klorur huma maħlula fl-ilma. Jekk il-prodott ikun fih materjal organiku huwa ċċarat. Is-soluzzjoni hija kemm kemm aċidifikata bl-aċidu nitriku u l-klorur huma preċipitati fil-forma ta' klorur tal-fidda permezz ta' soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda. In-nitrat tal-fidda żejjed jitnaqqaslu l-piż bi proporzjoni tal-piż tal-kontenitur permezz ta' soluzzjoni ta' tjoċijanat ta' l-ammonju bil-metodu Volhard.

3. Riġenti

- 3.1. Soluzzjoni ta' tjoċijanat ta' l-ammonju 0.1 N.
- 3.2. Soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda 0.1 N.
- 3.3. Soluzzjoni saturata ta' sulfat ta' l-ammonju ferriku.
- 3.4. Aċidu nitriku, d: 1.38.
- 3.5. Diethyl ether A.R.
- 3.6. Aċeton A.R.
- 3.7. Soluzzjoni Carrez I: holl fl-ilma 21.9 g ta' aċetat taż-żingu, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ u 3 g ta' aċidu aċetiku inġazzat. Żid għal 100 ml bl-ilma.
- 3.8. Soluzzjoni Carrez II: holl fl-ilma 10.6 g ta' ferrocynaide tal-potassju $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$. Żid għal 100 ml bl-ilma.
- 3.9. Karbonju attiv A.R., hieles mill-klorur u li ma jassorbihomx.

4. L-apparat

Kontenitur biex tħallat (tazza): bejn wieħed u ieħor 35 sa 40 rpm.

5. Il-Proċedura

5.1. Preparazzjoni tas-soluzzjoni

Skond in-natura tal-kampjun, ipprepara soluzzjoni kif muri taħt 5.1.1, 5.1.2 jew 5.1.3.

Fl-istess hin wettaq test bjank mingħajr il-kampjun li jrid jiġi analizzat.

5.1.1. *Kampjuni hielsa minn materjal organiku*

Iżen sa l-eqreb mg kampjun ta' mhux aktar minn 10g u li jkun fih mhux aktar minn 3 g ta' klorin fil-forma ta' klorur. Qieghed ma' 400 ml ta' ilma ġo f'jaskun volumetrik u ta' 500 ml f'temperatura ta' bejn wiehed u iehor 20 °c. Hawwad għal tletin minuta ġot-tazza, žid sal-volum, omoġenizza u ffiltra.

5.1.2. *Kampjuni li jkun fihom materjal organiku, minbarra l-prodotti elenkati taħt 5.1.3.*

Iżen bejn wiehed u iehor 5 g tal-kampjun sa l-eqreb mg u qieghed ġo f'jaskun volumetrik u ta' 500 ml ma' 1g ta' karbonju attiv. Žid 400 ml ta' ilma f' temperatura ta' bejn wiehed u iehor 20 °c u 5 ml ta' soluzzjoni Carrez I (3.7), hawwad u mbagħad žid 5 ml ta' soluzzjoni Carrez II (3.8). Hawwad għal tletin minuta ġot-tazza, žid sal-volum, omoġenizza u ffiltra.

5.1.3. *Tgħam msajjar, kejkijiet tal-kittien u dqiq, prodotti bi dqiq tal-kittien għoli u prodotti oħra b'mucilagni għoli jew sustanzi kolloidali (per eżempju, lamtu iddextrinat)*

Ipprepara s-soluzzjoni kif deskritt taħt 5.1.2 imma tiffiltrax. Ferra minn flixkun għall-iehor (jekk meħtieġ iċċentrifuga), nehhi 100 ml tal-likwidu li jitla' fil-wiċċ u ttrasferixxi għal ġo f'jaskun iggradat ta' 200 ml. Hawwad ma' aċeton (3.6) u žid sal-volum b'dan is-solvent, omoġenizza u ffiltra.

5.2. *Titrazzjoni*

Permezz ta' pipetta, ittrasferixxi għal ġo f'jaskun Erlenmayer minn 25 ml sa 100 ml tal-filtrat (skond il-kontenut ta' klorin meqjus) miksub kif deskritt taħt 5.1.1, 5.1.2 jew 5.1.3. Il-porzjon li jiġi diviż bl-eżatt ma jridx ikun fih aktar minn 150 mg ta' klorin (Cl). Žid bl-ilma kif meħtieġ sa mhux inqas minn 50 ml bl-ilma, žid 5 ml ta' aċidu nitriku (3.4), 20 ml ta' soluzzjoni saturata ta' sulfat ta' l-ammonju ferriku (3.3) u żewġ taqtiriet ta' soluzzjoni ta' tjoċijanat ta' l-ammonju (3.1) ittrasferiti permezz ta' buretta mimlija sal-marka taż-żero. Permezz ta' buretta, ittrasferixxi s-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda (3.2) b'tali mod li jinkisbu 5 ml żejda. Žid 5 ml ta' *etere diethyl* (3.5) u hawwad b'mod qawwi sabiex il-precipitat jagħqad.

Ittitra n-nitrat tal-fidda żejjed mas-soluzzjoni tat-tjoċijanat ta' l-ammonju (3.1) sakemm il-kulur kannella fl-ahmar ikun dam għal minuta.

6. **Il-kalkolu tar-riżultati**

L-ammont ta' klorin (w), express bhala klorur tas-sodju, preżenti fil-volum tal-filtrat meħud għat-titrazzjoni huwa kkalkolat permezz tal-formola li li ġejja:

$$W = 5,845 (V_1 - V_2) \text{ mg}$$

fejn:

V_1 = ml ta' soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda C-1 N miżjuda

V_2 = ml ta' soluzzjoni ta' tjoċijanat ta' l-ammonju 0.1 N użat għat-titrazzjoni.

Jekk it-test bjank jindika li s-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda 0.1 N ġiet ikkunsmata naqqas dan il-valur mill-volum ($V_1 - V_2$).

7. **Osservazzjonijiet**

7.1. It-titrazzjoni tista' titwettaq wkoll permezz ta' *potentiometry*;

7.2. Fil-każ ta' prodotti li għandhom żjut u xahmijiet għolja, l-ewwel nehhi x-xaham b'*etere diethyl* jew pitrolju hafif;

7.3. Fil-każ ta' ikel mill-hut, it-titrazzjoni tista' titwettaq bil-metodu Mohr.

8. STABILIR TA' ŻEJT TAL-MUSTARDA

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli sabiex jiġi stabbilit l-ammont ta' żejt tal-mustarda li jinstab go kejkijiet magħmula mill-ispeċi tal-Brassica u Sinapis, u go tgham kompost li jkun fih kejkijiet magħmula minn dawn l-ispeċi, u, espressi bħala *allylisothiocyanate*, li jista' jiġi mdahħal bl-istijm.

2. Il-prinċipju

Il-kampjun huwa mdendel fl-ilma. Iż-żejt tal-mustarda huwa rilaxxat permezz ta' l-azzjoni ta' enzimi, imdahħla permezz ta' distillazzjoni bl-*etanol* u miġbura fl-ammonju mhallat bl-ilma. Is-soluzzjoni hija trattata waqt li tkun shuna b'volum mogħti ta' soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda, imbagħad imkessha u ffiltrata. In-nitrat tal-fidda żejjed huwa titrat b'soluzzjoni ta' tjoċijanat ta' l-ammonju.

3. Riaġenti

- 3.1. Mustarda bajda (*Sinapis alba*).
- 3.2. 95 sa 96 % etanol (v/v).
- 3.3. Emulsjoni kontra r-ragħwa (p.e. siliku).
- 3.4. Ammonja, d: 0.958.
- 3.5. Soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda 0.1 N.
- 3.6. Soluzzjoni ta' tjoċijanat ta' l-ammonju 0.1 N.
- 3.7. Aċidu nitriku, d: 1.40.
- 3.8. Soluzzjoni saturata ta' sulfat ta' l-ammonju ferriku.

4. L-apparat

- 4.1. 500 ml fjaskuni bil-qiegh ċatt b'tappijiet tal-ħgieg matti.
- 4.2. Apparat ta' distillazzjoni ffitjat b'kondensatur u b'taġħmir għall-prevenzjoni ta' dħul ta' taqtir.

5. Il-proċedura

Iżen 10 g tal-kampjun sa l-eqreb mg, qieghed go fjaskun ta' 500ml b'qiegh ċatt u žid 2 g ta' mustarda bajda mithuna fin (3.1) (sors ta' enzimi) u 200 ml ta' ilma ftemperatura ta' 20 °c. Aghlaq il-fjaskun u zomm għal bejn wiehed u iehor sagħtejn f' temperatura ta' 20 °c, waqt li thawwad ta' spiss. Žid 40 ml ta' etanol (3.2) u taqtira wahda ta' emulsjoni kontra r-ragħwa (3.3). Iddistilla bejn wiehed u iehor 150 ml u iġbor id-distillat go fjaskun volumetriku ta' 250 ml li jkun fih 20 ml ta' ammonja (3.4), waqt li tiżgura li t-tarf tal-kondensatur ikun imdahħal gol likwidu. Žid mas-soluzzjoni ammoniaka 50 ml ta' soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda 0.1 N (3.5) (jew aktar jekk meħtiegħ), qieghed lembut zghir fuq il-fjaskun volumetriku u sahħan it-tahlita f'banju fl-ilma jagħli għal siegħa. Hallih jiksah, žid sal-volum meħtiegħ bl-ilma, hawwad u ffiltra. Nehhi 100 ml tal-filtrat ċar, žid 5 ml ta' aċidu nitriku (3.7) u bejn wiehed u iehor 5 ml ta' soluzzjoni ta' sulfat ta' l-ammonju ferriku (3.8). Ittitra n-nitrat tal-fidda żejjed li jiġi lura bis-soluzzjoni tat-tjoċijanat ta' l-ammonju 0.1 N (3.6).

Wettaq test bjank billi tapplika l-istess proċedura lil 2 g ta' mustarda bajda mithuna fin, mingħajr il-kampjun għall-analiżi.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

Naqqas il-volum tas-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda 0.1 N konsumat fit-test bjank minn dak ikkunsmat mill-kampjun fis-soluzzjoni. Il-valur miksub jagħti n-numru ta' ml ta' soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda 0.1 N ikkunsmati miż-żejt tal-mustarda fil-kampjun. 1 ml ta' AgNO₃ 0.1 N jikkorrespondi għal 4.956 mg ta' *allylisothiocyanate*. Aghti r-riżultat bħala percentwali tal-kampjun.

9. STABILIR TA' LATTOSJU

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit il-livell ta' lattosju fit-tgħam li jkun fih aktar minn 0.5 % ta' lattosju.

2. Il-prinċipju

Iz-zokkor huwa mahlul fl-ilma. Is-soluzzjoni hija sugġetta għall-fermentazzjoni permezz tal-hmira *Saccharomyces cerevisiae* li thalli l-lattosju intatt. Wara l-kjarifika u l-filtrazzjoni l-kontenut tal-lattosju huwa stabbilit permezz tal-metodu Luff-Schoorl.

3. Riaġenti

3.1. Sospensjoni ta' *Saccharomyces cerevisiae*: Dendel 25 g ta' hmira friska ġo 100 ml ta' ilma. Is-sospensjoni żżomm għal perjodu massimu ta' ġimgha ġo refriġeratur.

3.2. Soluzzjoni Carrez I: holl ġo l-ilma 21.9 g ta' aċetat taż-żingu $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ u 3 g ta' aċidu aċetiku ngazzat. Żid sa 100 ml bl-ilma.

3.3. Soluzzjoni Carrez II: holl fl-ilma 10.6 g ta' ferrocyanide tal-potassju $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$. Żid sa 100 ml bl-ilma.

3.4. Riaġent Luff-Schoorl:

Wagt li thawwad b'attenzjoni, itfa s-soluzzjoni ta' l-aċidu ċitriku (3.4.2) ġos-soluzzjoni tal-karbonat tas-sodju (3.4.2). Żid is-soluzzjoni tas-sulfat tal-kupru (3.4.1) u žid sa litru bl-ilma. Hallieh joqgħod matul il-lejl u ffiltra. Ivverifika n-normalità tar-riaġent hekk miksub (Cu 0.1 N; Na_2CO_3 2N). Il-pH tas-soluzzjoni għandha tkun ta' bejn wiehed u iehor 9.4.

3.4.1. Soluzzjoni tas-sulfat tal-kupru: holl 25 g ta' sulfat tal-kupru A.R. $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, hieles mill-hadid, ġo 100 ml ta' ilma.

3.4.2. Soluzzjoni ta' aċidu ċitriku: holl 50 g ta' aċidu ċitriku A.R. $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ġo 50 ml ta' ilma.

3.4.3. Soluzzjoni tal-karbonat tas-sodju: holl 143.8 g ta' karbonat tas-sodju anidru A.R. ġo bejn wiehed u iehor 300 ml ta' ilma shun. Hallieh jiksah.

3.5. Frak ta' haffiefa mgħolli ġo l-aċidu idrokloriku, maħsul fl-ilma u mnixxef.

3.6. 30 % soluzzjoni (w/v) ta' jodju tas-sodju.

3.7. Aċidu sulfiriku 6 N.

3.8. Soluzzjoni ta' thiosulphate tas-sodju 0.1 N.

3.9. Soluzzjoni tal-lamtu: žid tahlita ta' 5 g ta' lamtu li jinħall ġo 30 ml ta' ilma ma' 1 litru ta' ilma jagħli. Għalli għal tliet minuti, hallieh jiksah, u jekk ikun meħtieġ žid 10 mg ta' jodju merkuriku bħala preservattiv.

4. L-apparat

Banju bl-ilma b' termostat issettjat f'temperatura ta' 38 - 40 °C.

5. Il-proċedura

Iżen 1 g tal-kampjun sa l-egreb mg u qiegħed dan il-porzjoni tal-kampjun ġo fjaskun volumetriku ta' 100 ml. Żid 25 sa 30 ml ta' ilma. Qiegħed l-fjaskun ġo banju b'mishun jagħli għal tletin minuta u mbaġħad kessah għal bejn wiehed u iehor 35 °C. Żid 5 ml ta' sospensjoni tal-hmira (3.1) u omoġenizza. Halli l-fjaskun joqgħod għal saġhtejn ġo banju marija, f'temperatura ta' 38-40 °C. Kessah għal bejn wiehed u iehor 20 °C.

Żid 2.5 ml ta' soluzzjoni Carrez I (3.2) u hawwad għal tletin sekonda, imbaġħad žid 2.5 ml ta' soluzzjoni Carrez II (3.3) u mbaġħad hawwad għal tletin sekonda. Żid sa 100 ml bl-ilma, hawwad u ffiltra. Permezz ta' pipetta, nehhi ammont ta' filtrat li ma jaqbiż il-25 ml u li preferibbilment ikun fih minn 40 sa 80 mg ta' lattosju u tasferixxi ġo fjaskun Erlenmeyer ta' 300 ml. Jekk ikun meħtieġ, žid il-volum sa 25 ml bl-ilma.

Wettaq test bjank bl-istess mod b'5 ml ta' sospenzjoni tal-ħmira (3.1).

Stabbilixxi l-kontenut tal-lattosju skond Luff-Schoorl, kif ġej: žid eżattament 25 ml ta' riagent Luff-Schoorl (3.4) u żewġ granuli ta' ħaffiefa (3.5). Ħawwad bl-idejn waqt li ssahhan fuq fjamma mikxufa ta' għoli medju u ħalli l-likwidu jiftah jagħli f'bejn wiehed u iehor żewġ minuti. Qiegħed l-Erlenmeyer minnufih fuq garża tal-wajer miksi bl-asbestos b'toqba ta' bejn wiehed u iehor 6 ċm dijametru li taħtha kienet inxteghlet il-fjamma. Il-fjamma għandha tiġi rregolata b'tali mod li l-baži tal-Erlenmeyer biss jissahhan. Iffittja kondensatur *reflux* mal-fjaskun Erlenmeyer. Għalli għal eżattament għaxar minuti. Kessah minnufih filma kiesah u wara bejn wiehed u iehor ħames minuti tittra kif ġej:

Žid 10 ml ta' soluzzjoni tal-jodju tal-potassju (3.6) u minnufih wara (b'attenzjoni, minħabba fir-riskju ta' produzzjoni ta' ħafna ragħwa) žid 25 ml ta' aċidu sulfiriku 6 N (3.7). Ittitra b'soluzzjoni tas-sodiumthiosulphate 0.1 N (3.8) sakemm kulur isfar matt jidher, žid l-indikatur tal-lamtu (3.9) u lesti t-titrazzjoni.

Wettaq l-istess titrazzjoni fuq tahlita mkejla b'mod eżatt ta' 25 ml tar-riagent Luff-Schoorl (3.4) u 25 ml ta' ilma, wara li žżid 10 ml ta' soluzzjoni ta' jodju tal-potassju (3.6) u 25 ml ta' aċidu sulfiriku 6 N (3.7) mingħajr ma' tghalli.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

Permezz tat-tabella hawn meħmuża, stabbilixxi l-ammont ta' lattosju f'mg li jikkorrispondi għad-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ titrazzjonijiet, espressi bħala ml ta' sodiumthiosulphate 0.1 N.

Agħti r-riżultat miksub bħala partijiet ta' lattosju anidru bħala perċentwali tal-kampjun.

7. Osservazzjoni

Għall-prodotti li jkun fihom aktar minn 40 % ta' zokkor fermentabbli, uża aktar minn 5 ml ta' sospensjoni ta' ħmira (3.1).

Tabella tal-valuri għal 25 ml ta' riagent Luff-Schoorl

ml ta' Na₂S₂O₃ 0.1 N, æweġ minuti jishon, għaxar minuti jagħli

Na ₂ S ₂ O ₃ 0.1 N	Glukosju, fructosezokkor invertit C ₆ H ₁₂ O ₆		Lattosju C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Maltose C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Na ₂ S ₂ O ₃ 0.1 N
	ml	mg	differenza	mg	differenza	mg	
1	2.4	2.4	3.6	3.7	3.9	3.9	1
2	4.8	2.4	7.3	3.7	7.8	3.9	2
3	7.2	2.5	11.0	3.7	11.7	3.9	3
4	9.7	2.5	14.7	3.7	15.6	4.0	4
5	12.2	2.5	18.4	3.7	19.6	3.9	5
6	14.7	2.5	22.1	3.7	23.5	4.0	6
7	17.2	2.6	25.8	3.7	27.5	4.0	7
8	19.8	2.6	29.5	3.7	31.5	4.0	8
9	22.4	2.6	33.2	3.8	35.5	4.0	9
10	25.0	2.6	37.0	3.8	39.5	4.0	10
11	27.6	2.7	40.8	3.8	43.5	4.0	11
12	30.3	2.7	44.6	3.8	47.5	4.1	12
13	33.0	2.7	48.4	3.8	51.6	4.1	13
14	35.7	2.8	52.2	3.8	55.7	4.1	14
15	38.5	2.8	56.0	3.9	59.8	4.1	15
16	41.3	2.9	59.9	3.9	63.9	4.1	16
17	44.2	2.9	63.8	3.9	68.0	4.2	17
18	47.1	2.9	67.7	4.0	72.2	4.3	18
19	50.0	3.0	71.7	4.0	76.5	4.4	19
20	53.0	3.0	75.7	4.1	80.9	4.5	20
21	56.0	3.1	79.8	4.1	85.4	4.6	21
22	59.1	3.1	83.9	4.1	90.0	4.6	22
23	62.2		88.0		94.6		23

10. STABILIR TAL-POTASSJU

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit il-kontenut tal-potassju fit-tgħam.

2. Il-prinċipju

Il-kampjun jintgħamel irmied u l-irmied jiġi maħlul f'acidu idrokloriku. Il-kontenut tas-sodju tas-soluzzjoni huwa stabbilit permezz ta' flame photometry fil-preżenza ta' klorur tal-caesium u n-nitrat ta' l-aluminju. Iż-żieda ta' dawn is-sustanzi telimina fil-parti l-kbira ndhil minn elementi ta' tfixkil.

3. Riaġenti

- 3.1. Aċidu idrokloriku A.R., d: 1:12.
- 3.2. Klorur tas-caesium A.R.
- 3.3. Nitrat ta' l-aluminju A 1 (Nru₃)₃ · 9 H₂O, riaġent għall-użu ġenerali.
- 3.4. Klorur tal-potassju A.R., anidru.
- 3.5. Loading agent: holl fl-ilma 50 g ta' klorur ta' caesium (3.2) u 250 g ta' nitrat ta' l-aluminju (3.3), žid sa litru bl-ilma u omoġenizza. Ahżen fi flieken tal-plastik.
- 3.6. Soluzzjoni standard ta' potassju: holl fl-ilma 1·907 g ta' klorur tal-potassju (3.4), žid 5ml ta' acidu idrokloriku (3.1), žid sa litru bl-ilma u omoġenizza. Ahżen fi flieken tal-plastik. 1 ml ta' din is-soluzzjoni jkun fiha 1·00 mg ta' potassju

4. Apparat

- 4.1. Griġjoli tal-platinu, silika jew tal-porċellana biex jintgħamel l-irmied, basta iżda jekk ikun meħtieġ ikunu bl-ghotjien.
- 4.2. Muffle-furnace ta' l-elettriku bit-termostat.
- 4.3. Flame photometer.

5. Il-proċedura

5.1. Analizi tal-kampjun

Bhala regola ġenerali, iżen 10 g tal-kampjun sa l-eqreb 10 mg, qiegħed go griġjol u aghmlu rmied f'temperatura ta' 450 °c għal tliet sigħat. Wara li tkesshu ttrasferixxi l-irmied kwantitattivament għal go fjaskun ikkalibrat, billi tuża 250 sa 300 ml ta' ilma u mbagħad 50 ml ta' acidu idrokloriku (3.1). Meta r-rilaxx kollu tad-dijossidu karboniku jkun waqaf, saħhan is-soluzzjoni u żomm f'temperatura ta' xi 90 °c għal sagħtejn, waqt li thawwad kull tant. Wara li tkessah għat-temperatura tal-kamra, žid sal-marka bl-ilma, hawwad u ffiltra. Ittrasferixxi għal go fjaskun kalibrat parti li tiġi diviża bl-eżatt tal-filtrat li jkun fih massimu ta' 1·0 mg ta' potassju, žid 10·0 ml ta' loading agent (3.5), žid sal-marka bl-ilma u omoġenizza. Fil-każ ta' livelli aktar għolja ta' potassju žid bl-ilma s-soluzzjoni li trid tiġi analizzata fi proporzjonijiet addattati qabel ma žżid il-loading agent.

It-tabella hawn taħt hija mogħtija bhala gwida għal kampjun ta' xi 10 g.

Kontenut stmat tal-potassju tal-kampjun (% K)	Fattur taż-żieda bl-ilma	Parti li tista' tiġi diviża bl-eżatt f'ml tas-soluzzjoni
sa 0·1	—	50
0·1 sa 0·5	—	10
0·5 sa 1·0	—	5
1·0 sa 5·0	1 : 10	10
5·0 sa 10·0	1 : 10	5
10·0 sa 20·0	1 : 20	5

Kejfel permezz ta' flame photometry f'wavelength ta' 768 nm. Ikkalkula r-rizultat permezz ta' kurva ta' kalibrazzjoni.

5.2. Kurva ta' kalibrazzjoni

Qiegħed eżattament 10 ml tas-soluzzjoni standard (3.6) ġo fjaskun ikkalibrat ta' 250 ml, žid sal-marka bl-ilma u omoġenizza. Qiegħed ġo fjaskuni kkalibrati ta' l-100ml eżattament 5, 10, 15, 20 u 25 ml ta' din is-soluzzjoni, li jikkorrispondu rispettivament għall-ammonti ta' potassju ta' 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 u 1.0 mg. Komplis-serje bi fjaskun bjank li ma jkun fih l-ebda soluzzjoni standard. Žid 10 ml ta' loading agent (3.5) f'kull fjaskun, žid sal-marka bl-ilma u omoġenizza. Wettaq il-kejl kif indikat f'5.1. Il-kurva ta' kalibrazzjoni hija ġeneralment lineari sa konċentrazzjoni ta' potassju ta' 1 mg f'100 ml ta' soluzzjoni.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

Agħti r-riżultat bħala perċentwali tal-kampjun.

7. Osservazzjonijiet:

M'huwiex dejjem meħtieġ li jżidded loading agent (3.5) sabiex jiġi eliminat l-indhil ta' elementi ta' tfixkil.

11. STABBILIR TA' SODJU

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit il-livell tas-sodju fit-tgħam.

2. Il-prinċipju

Il-kampjun jintgħamel irmied u l-irmied jiġi mahlul fl-aċidu idrokloriku. Il-kontenut tas-sodju tas-soluzzjoni huwa stabbilit permezz ta' flame photometry fil-preżenza ta' klorur tal-caesium u n-nitrat ta' l-aluminju. Iż-żieda ta' dawn is-sustanzi telimina fil-parti l-kbira ndhil minn elementi ta' tfixkil.

3. Riaġenti

- 3.1. Aċidu idrokloriku A.R., d: 1.12.
- 3.2. Klorur tas-caesium A.R.
- 3.3. Nitrat ta' l-aluminju A 1 (NO_3)₃ · 9 H₂O, riaġent għall-użu ġenerali.
- 3.4. Klorur tas-sodju A.R., anidru.
- 3.5. Loading agent: holl fl-ilma 50 g ta' klorur ta' caesium (3.2) u 250 g ta' nitrat ta' l-aluminju (3.3), žid sa litru bl-ilma u omoġenizza. Ahżen fi flieken tal-plastik.
- 3.6. Soluzzjoni standard tas-sodju: holl fl-ilma 2.542 g ta' klorur tas-sodju (3.4), žid 5ml ta' aċidu idrokloriku (3.1), žid sa litru bl-ilma u omoġenizza. Ahżen fi flieken tal-plastik, 1 ml ta' din is-soluzzjoni jkun fih 1.00 mg tas-sodju.

4. L-Apparat

- 4.1. Griġjoli tal-platinu, silika jew tal-porċellana biex jintgħamel l-irmied, b'dan illi jekk ikun meħtieġ ikunu bl-ghotjien.
- 4.2. Muffle-furnace ta' l-elettriku bit-termostat.
- 4.3. Flame photometer.

5. Il-proċedura

5.1. Analizi tal-kampjun

Bħala regola ġenerali, iżen 10 g tal-kampjun sa l-eqreb 10 mg, qiegħed ġo griġjol (4.2) u aghmlu rmied f'temperatura ta' 450 °c għal tliet sigħat. Evita li ssahħan iżżejjed (li jaqbad). Wara li tkesshu ttrasferixxi l-irmied kwantitattivament għal ġo fjaskun ikkalibrat, billi tuża 250 sa 300 ml ta' ilma u mbagħad 50 ml ta' aċidu idrokloriku (3.1). Meta r-rilaxx kollu tad-dijossidu karboniku jkun waqaf, saħħan is-soluzzjoni u żomm f'temperatura ta' xi 90 °c għal saġhtejn, waqt li thawwad kull tant. Wara li tkessah għat-temperatura tal-kamra, žid sal-marka bl-ilma, hawwad u ffiltra. Ittrasferixxi għal ġo fjaskun kalibrat tal-100ml parti li hija diviża bl-eżatt tal-filtrat li jkun fih massimu ta' 1.0 mg ta' potassju, žid 10.0 ml ta' loading agent (3.5), žid sal-marka bl-ilma u omoġenizza. Fil-każ ta' livelli aktar għolja ta' sodju, žid bl-ilma s-soluzzjoni li trid tiġi analizzata fi proporzjonijiet addattati qabel ma žżid il-loading agent.

It-tabella ta' hawn taht hija mogħtija bhala gwida għal kampjun ta' xi 10 g.

Kontenut stmat tal-potassju tal-kampjun (% K)	Fattur ta' zieda bl-ilma	Parti li hija diviża bl-eżatt f' ml tas-soluzzjoni
sa 0.1	—	50
0.1 sa 0.5	—	10
0.5 sa 1.0	—	5
1.0 sa 5.0	1 : 10	10
5.0 sa 10.0	1 : 10	5
10.0 sa 20.0	1 : 20	5

Kejjel permezz ta' *flame photometry* f'wavelength ta' 589 nm. Ikkalkula r-riżultat permezz ta' kurva ta' kalibrazzjoni.

5.2. Il-kurva ta' kalibrazzjoni

Qiegħed eżattament 10 ml tas-soluzzjoni standard (3.6) ġo fjaskun ikkalibrat ta' 250 ml, žid sal-marka bl-ilma u omogenizza. Qiegħed ġo fjaskuni kalibrati tal-100ml eżattament 5, 10, 15, 20 u 25 ml ta' din is-soluzzjoni, li jikkorrispondu rispettivament għall-ammonti ta' sodju ta' 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 u 1.0 mg. Kompli s-serje bi fjaskun bjank li ma jkun fih l-ebda soluzzjoni standard. Žid 10 ml ta' *loading agent* (3.5) ma' kull fjaskun, žid sal-marka bl-ilma u omogenizza. Wettaq il-kejl kif indikat f' 5.1. Il-kurva ta' kalibrazzjoni hija generalment lineari sa konċentrazzjoni ta' sodju ta' 1 mg f'100 ml ta' soluzzjoni.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

Aghti r-riżultat bhala perċentwali tal-kampjun.

7. Osservazzjonijiet

7.1. Għall-prodotti li ikun fihom aktar minn 4 % ta' sodju, ikun preferut li s-sustanza ssir irmied fi proċess ta' sagħtejn ġo grigjoli bl-għatu. Wara li tkessaħ, žid l-ilma, qiegħed l-irmied f'sospensjoni permezz ta' wajer tal-platinu, nixxef u erga' aghmlu rmied għal sagħtejn f'grigjoli bl-għatu.

7.2. Jekk il-kampjun jikkonsisti unikament minn sustanzi minerali, holl mingħajr ma l-ewwel tagħmlu rmied.

12. STABILIR TAZ-ZOKKOR

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit l-ammont ta' zokkor li jnaqqas u zokkor totali wara inverżjoni, espress bhala glukosju jew fejn xieraq bhala sukrosju, li jikkonverti bil-fattur 0.95. Huwa applikabbli għal tgham kompost. Metodi speċjali huma pprovduti għal tgham ieħor. Fejn meħtieġ, il-lattosju għandu jitkejjel separatament u jitqies meta jiġu kkalkolati r-riżultati.

2. Il-prinċipju

Iz-zokkor huwa estratt f'etanol imhallat bl-ilma; is-soluzzjoni hija ċċarat bis-soluzzjonijiet Carrez I u II. Wara li jiġi eliminat l-etanol, il-kwantitajiet qabel u wara l-inverzjoni huma stabbiliti mill-metodu Luff-Schoorl.

3. Riġenti

- 3.1. 40 % etanol (v/v) d: 0.948 f'temperatura ta' 20 °C, newtralizzat f'*phenolphthalein*.
- 3.2. Soluzzjoni Carrez I: holl ġo l-ilma 21.9 g ta' aċetat taż-żingu Zn (CH₃ COO)₂ · 2H₂O u 3 g ta' aċidu aċetiku nġazzat. Żid sa 100 ml bl-ilma.
- 3.3. Soluzzjoni Carrez II: holl fl-ilma 10.6 g ta' ferrocyanide tal-potassju K₄Fe (CN)₆ · 3H₂O. Żid sa 100 ml bl-ilma.
- 3.4. Soluzzjoni ta' 0.1 % (w/v) ta' metil oranġo.
- 3.5. Aċidu idrokloriku 4 N.
- 3.6. Aċidu idrokloriku 0.1 N.
- 3.7. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N.

3.8. Riġent Luff-Schoorl:

Waqt li thawwad b'attenzjoni, ferragħ is-soluzzjoni ta' l-aċidu ċitriku (3.8.2) ġos-soluzzjoni tal-karbonat tas-sodju (3.8.3). Żid is-soluzzjoni tas-sulfat tal-kupru (3.8.1) u žid sa litru bl-ilma. Hallieh joqgħod matul il-lejl u ffiltra. Iverifika n-normalità tar-riġent hekk miksub (Cu 0.1 N; Na₂ CO₃ 2 N). Il-pH tas-soluzzjoni għandha tkun ta' bejn wiehed u iehor 9.4.

- 3.8.1. Soluzzjoni tas-sulfat tal-kupru: holl 25 g ta' sulfat tal-kupru A.R., Cu SO₄ · 5H₂O, hieles mill-hadid, ġo 100 ml ta' ilma.
- 3.8.2. Soluzzjoni ta' aċidu ċitriku: holl 50 g ta' aċidu ċitriku A.R., C₆H₈O₇ · H₂O ġo 50 ml ta' ilma.
- 3.8.3. Soluzzjoni tal-karbonat tas-sodju: holl 143.8 g ta' karbonat tas-sodju anidru A.R. ġo bejn wiehed u iehor 300 ml ta' ilma shun. Hallieh jiksah.
- 3.9. Soluzzjoni ta' sodium thiosulphate 0.1 N.
- 3.10. Soluzzjoni tal-lamtu: žid taħlita ta' 5 g ta' lamtu li jinħall ġo 30 ml ta' ilma ma' l-litru ta' ilma jagħli. Għalli għal tliet minuti hallieh jiksah u jekk ikun meħtieġ žid 10 mg ta' jodju merkuriku bħala preservattiv.
- 3.11. Aċidu sulfiriku 6 N.
- 3.12. 30 % soluzzjoni (w/v) ta' jodju tal-potassju.
- 3.13. Frak tal-haffiefa mgħolli ġo aċidu idrokloriku, mahsul fl-ilma u mnixxef.
- 3.14. 3-methylbutan-1-ol.

4. L-apparat

Kontenitur biex thawwad (tazza): bejn wiehed u iehor 35 sa 40 rpm.

5. Il-proċedura

5.1. Estrazzjoni tal-kampjun

Iżen 2.5 g tal-kampjun sa l-eqreb mg u qiegħed ġo fjaskun volumetrik ta' 250 ml. Żid 200 ml ta' etanol (3.1) u hawwad ġot-tazza għal siegħa. Żid 5 ml ta' soluzzjoni Carrez I (3.2) u hawwad għal minuta. Żid 5 ml ta' soluzzjoni Carrez II (3.3) u erġa' hawwad għal minuta. Żid sal-volum bl-etanol (3.1), omoġenizza u ffiltra. Nehħi 200 ml tal-filtrat u evapora sa bejn wiehed u iehor nofs il-volum sabiex telimina l-parti l-kbira ta' l-etanol. Itrasferixxi r-residwu ta' l-evaporazzjoni kwantitattivament ġo fjaskun volumetrik ta' 200 ml bl-użu ta' l-ilma shun, kessah, žid sal-volum bl-ilma, omoġenizza u ffiltra jekk ikun meħtieġ. Din is-soluzzjoni tintuża biex jiġi stabbilit l-ammont ta' zokkor li jnaqqas u, wara l-inverzjoni totali taz-zokkor.

5.2. Stabbilir ta' zokkor li jnaqqas

Permezz ta' pipetta, nehhi mhux aktar minn 25 ml tas-soluzzjoni li jkun fiha inqas minn 60 mg ta' zokkor li jnaqqas espress bhala glukosju. Jekk ikun mehtieg, žid sa 25 ml b'ilma distillat u stabbilixxi l-kontenut ta' zokkor li jnaqqas permezz tal-metodu Luff-Schoorl. Ir-riżultat huwa espress bhala perċentwali tal-kontenut ta' glukosju fil-kampjun.

5.3. Stabbilir ta' zokkor totali wara l-inverżjoni

Permezz ta' pipetta hu 50 ml tas-soluzzjoni u ttrasferixxiha go fjaskun volumettriku ta' 100 ml. Žid fit taqiriet ta' soluzzjoni ta' metil oranġo (3.4) u mbaġhad, b'attenzjoni u waqt li thawwad il-hin kollu, žid l-aċidu idrokloriku 4 N (3.5) sakemm il-likwidu jsir aħmar sew. Žid 15 ml ta' aċidu idrokloriku 0.1 N (3.6), dahħal il-fjaskun go banju bil-mishun jaġhli sew u žommu hemm għal tletin minuta. Kessah malajr sa bejn wiehed u iehor 20 °c u žid 15 ml ta' soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N (3.7). Žid sa 100 ml bl-ilma u omoġenizza. Nehhi mhux aktar minn 25 ml tas-soluzzjoni li jkun fiha inqas minn 60 mg ta' zokkor li jnaqqas espress bhala glukosju. Jekk ikun mehtieg, žid sa 25 ml b'ilma distillat u stabbilixxi l-kontenut ta' zokkor li jnaqqas permezz tal-metodu Luff-Schoorl. Ir-riżultat huwa espress bhala perċentwali ta' glukosju jew, fejn xieraq, sukrosju, billi timmoltiplika bil-fattur 0.95.

5.4. Titrizzjoni permezz tal-metodu Luff-Schoorl

Permezz ta' pipetta, hu 25 ml tar-riagent Luff-Schoorl (3.8) u ittrasferih għal go fjaskun Erlenmeyer tat-300ml; žid eżattament 25 ml tas-soluzzjoni ċċarata taz-zokkor. Žid žewġ granuli ta' ħaffiefa (3.13), saħhan, waqt li thawwad bl-idejn, fuq fjamma miftuha ta' għoli medju u halli l-likwidu jiftah jaġhli f'bejn wiehed u iehor žewġ minuti. Qieghed l-Erlenmeyer minnufih fuq garża tal-wajer miksi bl-asbestos b'toqba ta' bejn wiehed u iehor 6 ċm dijametru li tahtha tkun inxteghlet il-fjamma. Il-fjamma għandha tiġi regolata b'tali mod li l-baži ta' l-Erlenmeyer biss jissahhan. Iffittja kondensatur *reflux* mal-fjaskun Erlenmeyer. Għalli għal eżattament għaxar minuti. Kessah minnufih filma kiesah u wara bejn wiehed u iehor ħames minuti ttitra kif ġej:

Žid 10 ml ta' soluzzjoni tal-jodju tal-potassju (3.12) u minnufih wara (b'attenzjoni, minhabba fir-riskju ta' produzzjoni ta' ħafna ragħwa) žid 25 ml ta' aċidu sulfiriku 6 N (3.11). Ittitra b'soluzzjoni tas-sodiumthiosulphate 0.1 N (3.9) sakemm kulur isfar matt jidher, žid l-indikatur tal-lamtu (3.10) u lesti t-titrizzjoni.

Wettaq l-istess titrizzjoni fuq tahlita mkejla b'mod eżatt ta' 25 ml ta' riagent Luff-Schoorl (3.8) u 25 ml ta' ilma, wara li žid 10 ml ta' soluzzjoni ta' jodju tal-potassju (3.12) u 25 ml ta' aċidu sulfiriku 6 N (3.11) mingħajr ma tghalli.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

Permezz tat-tabella, stabbilixxi l-ammont ta' glukosju f'mg li jikkorrispondi għad-differenza bejn il-valuri taz-żewġ titrazzjonijiet, espressi bhala ml ta' sodiumthiosulphate 0.1 N.

Agħti r-riżultat bhala perċentwali tal-kampjun.

7. Proċeduri speċjali

7.1. Fil-każ ta' tgham b'kontenut għoli ta' għasel iswed u tgham iehor li m'huwiex partikolarment omoġenju, ižen 20 g u qieghedhom ma' 500 ml ta' ilma go fjaskun volumettriku tal-litru. Hawwad għal siegħa ġot-tazza. Iċċara permezz ta' Carrez I (3.2) u II (3.3) riagenti kif deskritt taht 5.1, din id-darba iżda b'erba' darbiet tal-kwantitajiet ta' kull riagent. Žid sal-volum b'80 % etanol (v/v).

Omoġenizza u ffiltra. Elimina l-etanol kif deskritt taht 5.1. Jekk ma hemm l-ebda lamtu *dextrinised*, žid sal-volum b'ilma distillat.

7.2. Fil-każ ta' għasel iswed u tgham mhux imħallat li għandhom zokkor għoli u li huma kważi hielsa mill-lamtu (ħarrub, cossettes tal-pitravi mnixxfa eċċ.), ižen 5 g, qieghed go fjaskun volumettriku ta' 250 ml, žid 200 ml ta' ilma distillat u hawwad ġot-tazza għal siegħa, jew aktar jekk ikun mehtieg. Iċċara permezz ta' Carrez I (3.2) u II (3.3) riagenti kif deskritt taht 5.1. Žid sal-volum bl-ilma kiesah, omoġenizza u ffiltra. Sabiex jiġi stabbilit l-ammont totali ta' zokkor, kompli kif deskritt taht 5.3.

8. Osservazzjonijiet

- 8.1. Sabiex ma jkunx hemm produzzjoni ta' ragħwa huwa ta' parir li jiżdied (minkejja l-volum) bejn wiehed u iehor 1ml ta' 3-methylbutan-1-ol (3.14) qabel ma tghalli bir-riagent Luff-Schoorl.
- 8.2. Id-differenza bejn il-kontenut totali ta' zokkor wara l-inverzjoni, espress bħala glukosju, u l-kontenut ta' zokkor li jnaqqas, espress bħala glukosju, immultiplikat b' 0.95, jagħti l-perċentwali tal-kontenut ta' sukrosju.
- 8.3. Sabiex jiġi stabbilit l-kontenut ta' zokkor li jnaqqas, minbarra lattsosju, żewġ metodi jistgħu jiġu adottati:
- 8.3.1. għal kalkolazzjoni bejn wiehed u iehor, immultiplika b' 0.675 il-kontenut tal-lattsosju stabbilit permezz ta' metodu differenti ta' analiżi u naqqas ir-riżultat miksub mill-kontenut taz-zokkor li jnaqqas.
- 8.3.2. Għal kalkolu eżatt ta' zokkor li jnaqqas, minbarra lattsosju, l-istess kampjun irid jintuża għaž-żewġ determinazzjonijiet finali. Wiehed mill-analiżi huwa mwettaq fuq parti mis-soluzzjoni miksuba taħt 5.1, l-iehor fuq parti mis-soluzzjoni miksuba matul l-istabbilit ta' lattsosju permezz tal-metodu stabbilit għal dak il-ghan (wara fermentazzjoni u kjarifikazzjoni taż-żewġ tipi l-oħra taz-zokkor).

Fiż-żewġ każijiet l-ammont ta' zokkor preżenti huwa stabbilit permezz tal-metodu Luff-Schoorl u kalkolat f'mg ta' glukosju. Wiehed mill-valuri huwa mnaqqas mill-iehor u d-differenza hija espressa bħala perċentwali tal-kampjun.

Eżempju

Iż-żewġ volumi meħuda jikkorrispondu, għal kull determinazzjoni, għal kampjun ta' 250 mg.

Fl-ewwel każ 17 ml ta' soluzzjoni ta' *sodiumthiosulphate* 0.1 N li jikkorrispondi għal 44.2 mg ta' glukosju huwa kkonsumat; fit-tieni, 11 ml, li jikkorrispondu għal 27.6 mg ta' glukosju.

Id-differenza hija ta' 16.6 mg ta' glukosju.

Il-kontenut ta' zokkor li jnaqqas (minbarra lattsosju), ikkalkolat bħala glukosju, huwa għalhekk:

$$\frac{4 \times 16.6}{10} = 6.64 \%$$

Tabella ta' valuri għal 25 ml ta' riagent Luff-Schoorl

ml ta' Na₂S₂O₃ 0.1 N, żewġ minuti jishon, għaxar minuti

Na ₂ S ₂ O ₃ 0.1 N	Glukosju, fructose zokkor invertit C ₆ H ₁₂ O ₆		Lattsosju C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Maltose C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Na ₂ S ₂ O ₃ 0.1 N
	ml	mg	differenza	mg	differenza	mg	
1	2.4	2.4	3.6	3.7	3.9	3.9	1
2	4.8	2.4	7.3	3.7	7.8	3.9	2
3	7.2	2.5	11.0	3.7	11.7	3.9	3
4	9.7	2.5	14.7	3.7	15.6	4.0	4
5	12.2	2.5	18.4	3.7	19.6	3.9	5
6	14.7	2.5	22.1	3.7	23.5	4.0	6
7	17.2	2.6	25.8	3.7	27.5	4.0	7
8	19.8	2.6	29.5	3.7	31.5	4.0	8
9	22.4	2.6	33.2	3.8	35.5	4.0	9
10	25.0	2.6	37.0	3.8	39.5	4.0	10
11	27.6	2.7	40.8	3.8	43.5	4.0	11
12	30.3	2.7	44.6	3.8	47.5	4.1	12
13	33.0	2.7	48.4	3.8	51.6	4.1	13
14	35.7	2.8	52.2	3.8	55.7	4.1	14
15	38.5	2.8	56.0	3.9	59.8	4.1	15
16	41.3	2.9	59.9	3.9	63.9	4.1	16
17	44.2	2.9	63.8	3.9	68.0	4.2	17
18	47.1	2.9	67.7	4.0	72.2	4.3	18
19	50.0	3.0	71.7	4.0	76.5	4.4	19
20	53.0	3.0	75.7	4.1	80.9	4.5	20
21	56.0	3.1	79.8	4.1	85.4	4.6	21
22	59.1	3.1	83.9	4.1	90.0	4.6	22
23	62.2		88.0		94.6		23

13. STABBILIR TA' THEOBROMINE

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit l-ammont ta' *theobromine* fil-prodotti sekondarji ta' l-ipproċessar ta' żerriegħa tal-kawkaw.

2. Il-prinċipju

It-*theobromine* huwa estratt permezz tal-*chloroform*. L-estratt huwa evaporat sakemm jinxf, mahlul fl-ilma u ttrattat bi kwantità speċifika ta' soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda. L-aċidu nitriku liberat huwa ttitrat b'soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju.

3. Riaġenti

- 3.1. Chloroform A.R.
- 3.2. Ammonja, d: 0.958.
- 3.3. Sulfat tas-sodju A.R., anidru.
- 3.4. Soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju 0.1 N.
- 3.5. Soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda 0.1 N.
- 3.6. 1 % (w/v) soluzzjoni etanolika ta' phenol aħmar.
- 3.7. Pitrolju hafif, B.P. 40-60 °c.

4. L-apparat

500 ml fjaskuni bil-qiegħ ċatt b'tappijiet tal-ħgiegħ matt.

5. Il-proċedura

Iżen sa l-egreb mg kampjun ta' mhux aktar minn 10 g li jkun fih mhux aktar minn 80 mg ta' *theobromine*, qiegħed go fjaskun bil-qiegħ ċatt b'tappijiet tal-ħgiegħ matt u žid 270 ml ta' *chloroform* (3.1) u 10 ml ta' ammonja (3.2). Aghlaq il-fjaskun u hawwad sew għal hames minuti. Žid 12 g ta' sulfat tas-sodju anidru (3.3), erga' hawwad u ħallieh joqgħod sal-jum ta' wara. Iffiltra għal go 500 ml Erlenmeyer u aħsel ir-residwu b'100 ml ta' *chloroform* (3.1). Iddistilla s-solvent u elimina l-aħħar traċċi fuq banju bil-miħun jagħli. Erga' holl l-estratt f'50 ml ta' ilma u ħallieh jiftah jagħli.

Kessaħ, innewtralizza eżattament bis-soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju (3.4) permezz ta' 0.5 ml ta' soluzzjoni *phenol* aħmar (3.6). Žid 20 ml ta' soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda (3.5). Ittitra l-aċidu nitriku rilaxxat b'soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju (3.4) sakemm l-indikatur jibdel il-kulur (pH 7.4).

6. Il-kalkolu tar-riżultati

1 ml ta' 0.1 N NaOH = 18 mg ta' *theobromine*.

Agħti r-riżultat bħala perċentwali tal-kampjun.

7. Osservazzjonijiet

Il-prodotti li jkun fihom aktar minn 8 % ta' materjal xaħmi mhux raffinat l-ewwel irid jitneħħielhom ix-xaħam permezz ta' estrazzjoni ta' sitt sigħat b'petrolju hafif (B-P. 40-60 °c).

14. STABILIR TA' UREA

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit il-livell ta' urea fit-tgħam.

2. Il-prinċipju

Il-kampjun huwa mdendel fl-ilma b'aġent li jiċċara. Is-sospensjoni hija filtrata. Il-kontenut ta' l-urea tal-filtrat huwa stabbilit wara ż-żieda ta' 4-dimethylaminobenzaldehyde (4-DMAB) billi titkejjel id-densità ottika f'wavelength ta' 420 nm,

3. Riaġenti

- 3.1. Soluzzjoni ta' 4-dimethylaminobenzaldehyde: holl 1.6 g ta' 4-DMAB A.R. f' 100 ml ta' 96 % etanol u žid 10 ml ta' aċidu idrokloriku A.R. (d: 1.19). Dan ir-riaġent iżomm għal perjodu massimu ta' ġimgħatejn.
- 3.2. Soluzzjoni Carrez I: holl ġo l-ilma 21.9 g ta' aċetat taż-żingu ($\text{CH}_2 \text{COO}$) · 2H₂O u 3 g ta' aċidu aċetiku ngazzat. Žid sa 100 ml bl-ilma.
- 3.3. Soluzzjoni Carrez II: holl fl-ilma 10.6 g ta' ferrocyanide tal-potassju, K₄ Fe (CN)₆ · 3H₂O. Žid sa 100 ml bl-ilma.
- 3.4. Karbonju attiv A.R. li ma jassorbix l-urea (irid jiġi vverifikat).
- 3.5. 0.1 % soluzzjoni (w/v) ta' urea A.R.

4. L-Apparat

- 4.1. Kontenitur biex thawwad (tazza): bejn wiehed u iehor 35 sa 40 rpm.
- 4.2. Test tubes: 160 × 16 mm b'tappijiet tal-ħġieg matt.
- 4.3. Spectrophotometer.

5. Il-proċedura

5.1. Analizi tal-kampjun

Iżen 2 g tal-kampjun sa l-eqreb mg u qiegħed ġo f'fjaskun volumetricu ta' 500 ml 1g ta' karbonju attiv(3.4). Žid 400 ml ta' ilma u 5 ml ta' soluzzjonijiet Carrez I (3.2) u II (3.3). Hawwad għal tletin minuta ġot-tazza. Žid sal-volum bl-ilma, hawwad u ffiltra.

Nehħi 5 ml tal-filtrati trasparenti bla kulur, qiegħed ġo test tubes b'tappijiet tal-ħġieg matt, žid 5 ml ta' soluzzjoni 4-DMAB (3.1) u hawwad. Qiegħed t-tubi ġo banju bl-ilma šhun f'temperatura ta' 20 °c. Wara ħmistax-il minuta kejjel id-densità ottika tas-soluzzjoni tal-kampjun bl-ispectrophotometer f'420 nm. Qabbel is-soluzzjoni tat-test bjank tar-riaġenti.

5.2. Kurva ta' kalibrizzjoni

Nehħi volumi ta' 1, 2, 4, 5 u 10 ml tas-soluzzjoni ta' l-urea (3.5), qiegħed ġo f'fjaskuni volumetrici tal-100 ml u žid sal-volum bl-ilma. Nehħi 5 ml minn kull soluzzjoni, žid 5 ml ta' soluzzjoni ta' 4-DMAB (3.1) f'kull wiehed minnhom, omoġenizza u kejjel id-densità ottika kif murija fuq meta mqabbla mas-soluzzjoni ta' kontroll li jkun fiha 5 ml ta' 4-DMAB u 5 ml ta' ilma ħieles mill-urea. Ipplottja l-kurva ta' kalibrizzjoni.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

Stabilixxi l-ammont ta' urea fil-kampjun permezz tal-kurva ta' kalibrizzjoni.

Agħti r-riżultat bħala perċentwali tal-kampjun.

7. Osservazzjonijiet

- 7.1. Fil-każ ta' kontenuti ta' urea li jaqbuż t-3 %, naqqas il-kampjun sa 1 g jew żied bl-ilma s-soluzzjoni oriġinali sabiex ma jkunx hemm aktar minn 50 mg ta' urea f'500 ml.
- 7.2. Fil-każ ta' kontenuti baxxi ta' urea, żid il-kampjun sakemm il-filtrat jibqa' trasparenti u bla kulur.
- 7.3. Jekk il-kampjun ikun fih komponenti nitroġeni sempliċi bħal ma huma aċidi amino, id-densità ottika għandha titkejjel f'435 nm.

15. STABILIR TA' ALKALOIDS LUPINI.

1. Għan u skop

Dan il-metodu jagħmilha possibbli li jiġi stabbilit il-livell ta' *alkaloids* f'żerriegħa tal-lupini.

2. Il-prinċipju

L-*alkaloids* huma maħlula f'tahlita ta' *etere diethyl* u *chloroform* u estratti permezz ta' aċidu idrokloriku. L-*alkaloids* huma preċipitati f'aċidu silicotungstic, il-preċipitat jintgħamel irmied u r-residwu jintiżen.

3. Riaġenti

- 3.1. Etere Diethyl.
- 3.2. Chloroform.
- 3.3. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju 4 N.
- 3.4. Aċidu idrokloriku 0.3 N.
- 3.5. Klorur tas-sodju A.R.
- 3.6. 10 % (w/v) soluzzjoni ta' aċidu silicotungstic $S \cdot O_2 \cdot 12WO_3 \cdot 26H_2O$.

4. L-Apparat

- 4.1. Apparat li jhawwad b'mod mekkaniku.
- 4.2. Griġjol tal-platinu, tas-silika jew tal-porċellana biex jintgħamel l-irmied.
- 4.3. *Muffle-furnace* ta' l-elettriku.

5. Il-proċedura

Iżen 15 g tal-kampjun sa l-eqreb 5 mg u poġġieh go kontenitur b'kapaċità ta' bejn wiehed u iehor 200 ml, iffittjat b'tapp tal-ħġieġ matt (p.e. lembut li jissepara). Żid eżattament 100 ml ta' *etere diethyl* (3.1) u 50 ml ta' *chloroform* (3.2) u mbagħad, permezz ta' pipetta kkalibrata, 10 ml ta' soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju (3.3). Hawwad sew biex tevita l-agglomerazzjoni. Erga' hawwad għal diversi drabi u hallieh joqgħod matul il-lejl. Jekk il-likwidu li jitla' fil-wiċċ m'huwiex ċar kollu kemm hu, żid f'it taqtiriet ta' ilma. Iffiltra s-saff ta' *etherchloroform*. Iġbor 50 ml tal-filtrat go f'fjaskun volumettriku ta' 50 ml ittrasferixxi kwantitattivament għal go lembut li jissepara ta' 150 ml, bl-użu ta' 50 ml ta' *eterediethyl* (3.1). Estratta tliet darbiet wara xulxin b'20 ml ta' aċidu idrokloriku (3.4), hallieh jgħaddi minn flixxun għall-iehor u iġbor l-estratt aċiduż wara kull estrazzjoni. Iġbor l-estratti aċidużi go f'fjaskun ta' 250 ml u elimina l-aħħar traċċi ta' *etere* u *chloroform* billi ssahħan bil-mod. Żid bejn wiehed u iehor 1 g ta' klorur tas-sodju (3.5), halliel jiksah u ppreċipita l-*alkaloids* go soluzzjoni ta' aċidu *silicotungstic* (3.6). Hawwad b'apparat mekkaniku għat-taħwid għal tletin minuta. Hallieh joqgħod matul il-lejl, iffiltra minn go filtru hieles mill-irmied u aħsel il-preċipitat darbtejn wara xulxin b'10 ml u darbtejn b' 5 ml ta' aċidu idrokloriku (3.4). Qieghed il-filtru li jkun fih il-preċipitat go griġjol u aghmlu rmied f'temperatura ta' 900 °c Hallieh jiksah u iżen.

6. Il-kalkolu tar-riżultati

Il-kontenut *alkaloid* tal-kampjun huwa miksub billi timmoltiplika l-piż ta' l-irmied bil-fattur 0.2.

Agħti r-riżultat bħala perċentwali tal-kampjun.

16. STIMA TAL-ATTIVITÀ TA' L-UREASE TA' PRODOTTI LI JOHORĠU MIS-SOJA

1. I.Għan u skop

Dan it-test jagħmilha possibbli li tiġi stmata l-attività ta' l-*urease* ta' prodotti li johorġu mis-soja u juri jekk dawn il-prodotti ssajjrux għal-tul ta' żmien suffiċjenti.

2. Il-principju

L-attività tal-*urease* hija stmata mill-ammont ta' nitroġenu ammoniaku liberat kull 1 g ta' prodott kull minuta f'temperatura ta' 30 °C minn soluzzjoni ta' urea.

3. Riaġenti

3.1. Aċidu idrokloriku 0.1 N.

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

3.3. *Loading agent* ta' fosfat 0.05 M, li jikkontjeni, kull 1000 ml, 4.45 g ta' *disodium phosphate* ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) u 3.40 g ta' *monopotassium phosphate* (KH_2PO_4).

3.4. *Loading agent* ta' urea ppreparata friska li jkun fiha 30.0 g ta' urea għal kull 1000 ml ta' *loading agent* (3.3); pH 6.79-7.0.

4. L-Apparat

4.1. Apparat ta' titrazzjoni *potentiometric* jew pH-meter ta' sensitività għolja (0.02 pH) b'apparat li jhawwad permezz ta' kalamita.

4.2. Banju bl-ilma fittjat b'termostat issettjat f'temperatura ta' eżattament 30 °C.

4.3. *Test-tubes* b' tappijiet tal-ħġieġ matt, 150 × 18 mm.

5. Il-proċedura

Chaffeg xi 10 g tal-kampjun (per eżempju go mithna tal-kafé) sabiex jghaddi minn go għarbiel b'daqg tal-malja ta' 0.2 mm. Iżen 0.2 g tal-kampjun mghaffeg sa l-eqreb mg, qiegħed go *test tube* b'tapp tal-ħġieġ matt u zid 10 ml ta' *loading agent* ta' l-urea (3.4). Għalaq minnufih u hawwad sew. Qiegħed t-tubu go banju marija ssettjat f'temperatura ta' eżattament 30 °C u hawwad sew. Qiegħed it-tubu go banju bl-ilma ssettjat f'temperatura ta' eżattament 30 °C u zommu hemm għal eżattament tletin minuta. Minnufih zid 10 ml ta' 0.1 N aċidu idrokloriku (3.1), kessah malajr għal temperatura ta' 20 °C u ttrasferixxi l-kontenuti tat-tubu kwantitativament għal go kontenitur tat-titrazzjoni, waqt li tlahlah darbtejn b'5 ml ta' ilma. Permezz ta' *elektrod* tal-ħġieġ (4.1) ittira minnufih u malajr għal pH 4-7 bis-soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju ta' 0.1 N (3.2) permezz ta' elettrometrija.

Wettaq test bjank kif ġej:

Malajr qiegħed kampjun ta' 0.2 g miżun sa l-eqreb mg go *test tube* b'tapp tal-ħġieġ matt, zid 10 ml ta' 0.1 N aċidu idrokloriku (3.1) u mbagħad 10 ml ta' urea *loading agent* (3.4). Kessah it-tubu minnufih go ilma kiesah silġ u hallieh hemm għal tletin minuta. Taht il-kondizzjonijiet indikati hawn fuq, ittrasferixxi l-kontenut tat-tubu għal gol-kontenitur tat-titrazzjoni bl-użu ta' 0.1 N soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju (3.2) sa pH 4-7.

6. Il-kalkolu

L-attività *urease* hija kalkolata permezz tal-formula:

$$\frac{\text{mg N}}{\text{g min}} \text{ a } 30 \text{ } ^\circ\text{C} - \text{ on } \frac{1 \times 4(b - a)}{30 \times E}$$

fejn:

a = ml ta' 0.1 N soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju kkonsumat mill-kampjun,

b = ml ta' 0.1 N soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju kkonsumat fit-test bjank,

E = piż tal-kampjun fi g.

7. Osservazzjonijiet

7.1. Dan il-metodu huwa addattat għal attività ta' l-*urease* sa 1 mg ta' N/g/min f'temperatura ta' 30 °C. Għal prodotti aktar attivi, id-daqs tal-kampjun jista' jitnaqqas għal 50 mg.

7.2. Il-prodotti li jkun fihom aktar minn 10 % ta' sustanza ta' xaħam mhux raffinat iridu l-ewwel jitneħħielhom ix-xaħam waqt li jkunu keshin.
