

31991R2568

5.9.1991

IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ

L 248/1

IR-REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (KEE) Nru 2568/91**tal-11 ta' Lulju 1991****dwar il-karatteristiċi taż-żejt taż-żebbuġa u l-fdal taż-żejt taż-żebbuġa u dwar il-metodi ta' analiżi rilevanti**

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

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

Wara li kkunsidrat ir-Regolament tal-Kunsill Nru 136/66/KEE tat-22 ta' Settembru 1966 dwar it-twaqqif ta' organizzazzjoni komuni tas-suq fiż-żjut u x-xahmijiet ⁽¹⁾, kif l-ahhar emendat bir-Regolament (KEE) Nru 3577/90 ⁽²⁾, u b'mod partikolari Artikolu 35a tiegħu,

Billi l-Anness għar-Regolament N° 136/66/KEE fih d-deskrizzjonijiet u d-definizzjonijiet taż-żejt taż-żebbuġa u ż-żejt tal-fdal taż-żebbuġa impongħi fis-suq f'kull Stat Membru, fil-kummerċ intrakomunitarju u fil-kummerċ ma' pajjiżi terzi;

Billi, bil-ghan li wiehed jiddistingwi bejn it-tipi differenti ta' żejt, għandhom jiġu ddefiniti il-karatteristiċi fiżiċi u kimiċi ta' kull wiehed minnhom u l-karatteristiċi organolettiċi taż-żejt verġni, biex tiġi ggarantita l-purità u l-kwalità tal-prodotti msemmija, mingħajr preġudizzju għad-disposizzjonijiet eżistenti;

Billi l-preżenza tal-karatteristiċi tat-tipi differenti ta' żejt għandha tiġi determinata b'uniformità fil-Komunità kollha; billi, għal dan il-ghan, għandhom jiġu stabbiliti metodi ta' analiżi kimika u ta' evalwazzjoni organolettika tal-Komunità; billi għandu jithalla jsir użu ta' metodi oħra ta' analiżi, għal perġodu transizzjonali, applikati fl-Istati Membri sakemm, fejn ikun hemm differenza fir-riżultati, daww miksuba bl-użu tal-metodu komuni jkun deċisivi;

Billi d-definizzjoni tal-karatteristiċi fiżiċi u kimiċi taż-żejt taż-żebbuġa u tal-metodi ta' analiżi titlob l-emenda tan-noti addizzjonali għall-Kapitolu 15 tan-nomenklatura magħquda;

Billi l-metodu ta' evalwazzjoni tal-karatteristiċi organolettiċi taż-żejt taż-żebbuġa jinkludi t-twaqqif ta' bordijiet ta' dewwieqa magħzula u mharrġa; billi għalhekk, għandu jiġi stabbilit

il-perġodu mehtiegħ għat-twaqqif ta' struttura bħal din; billi fidawl tad-diffikultajiet li xi Stati Membri sejrjn jiltaqgħu magħhom fit-twaqqif ta' bordijiet ta' dewwieqa, l-użu ta' bordijiet fi Stati Membri oħra għandu jiġi awtorizzat;

Billi, sabiex ikun żgurat li s-sistema ta' taxxi applikabbli għall-importazzjonijiet tal-fdal taż-żebbuġ taħdem sewwa, għandu jiġi stabbilit metodu wiehed għad-determinazzjoni tal-kontenut ta' żejt ta' dawn il-prodotti;

Billi, biex ma ssirx hsara lill-kummerċ, għandhom isiru disposizzjonijiet biex iż-żejt ippakkjat qabel id-dhul fis-seħh ta' dan ir-regolament jitwarrab f'perġodu limitat;

Billi jehtiegħ li r-Regolament tal-Kummissjoni (KEE) Nru 1058/77 ⁽³⁾ jiġi rrevokat, kif emendat l-ahhar bir-Regolament (KEE) Nru 1858/88 ⁽⁴⁾;

Billi l-Kumitat ta' Ġestjoni għaž-Żjut u x-Xahmijiet ma tax opinjoni fil-limitu ta' żmien stabbilit mill-president tiegħu,

ADOTTAT DAN IR-REGOLAMENT:

Artikolu 1

1. Iż-żjut, li l-karatteristiċi tagħhom jikkonformaw ma' daww stabbiliti fil-punti 1, 2 u 3 t'Anness I ta' dan ir-Regolament, għandhom jitqiesu bħala żjut verġni taż-żebbuġa skond it-tifsira ta' punt 1 (a), (b) u (c) t'Anness tar-Regolament Nru 136/66/KEE.

2. Iż-żejt, li l-karatteristiċi tiegħu jikkonformaw ma' daww stabbiliti f'punt 4 t'Anness 1 ta' dan ir-Regolament, għandu jitqies bħala żejt taż-żebbuġa *lampante* skond it-tifsira ta' punt 1 (d) t'Anness tar-Regolament Nru 136/66/KEE.

3. Iż-żejt, li l-karatteristiċi tiegħu jikkonformaw ma' daww stabbiliti f'punt 5 t'Anness 1 ta' dan ir-Regolament, għandu jitqies bħala żejt taż-żebbuġa raffinat skond it-tifsira ta' punt 2 t'Anness tar-Regolament Nru 136/66/KEE.

⁽¹⁾ ĠU Nru 172, 30. 9. 1966, p. 3025/66.

⁽²⁾ ĠU Nru L 353, 17. 12. 1990, p. 23.

⁽³⁾ ĠU Nru L 128, 24. 5. 1977, p. 6.

⁽⁴⁾ ĠU Nru L 166, 1. 7. 1988, p. 10.

4. Iż-żejt, li l-karatteristiċi tiegħu jikkonformaw ma' dawk stabbiliti f'punt 6 t'Anness 1 ta' dan ir-Regolament, għandu jitqies bhala żejt taż-żebbuġa pur skond it-tifsira ta' punt 3 t'Anness tar-Regolament Nru 136/66/KEE.

5. Iż-żejt, li l-karatteristiċi tiegħu jikkonformaw ma' dawk stabbiliti f'punt 7 t'Anness 1 ta' dan ir-Regolament, għandu jitqies bhala żejt tal-fdal taż-żebbuġa skond it-tifsira ta' punt 4 t'Anness tar-Regolament Nru 136/66/KEE.

6. Iż-żejt, li l-karatteristiċi tiegħu jikkonformaw ma' dawk stabbiliti f'punt 8 t'Anness 1 ta' dan ir-Regolament, għandu jitqies bhala żejt tal-fdal taż-żebbuġa raffinat skond it-tifsira ta' punt 5 t'Anness tar-Regolament Nru 136/66/KEE.

7. Iż-żejt, li l-karatteristiċi tiegħu jikkonformaw ma' dawk stabbiliti f'punt 9 t'Anness 1 ta' dan ir-Regolament, għandu jitqies bhala żejt tal-fdal taż-żebbuġa skond it-tifsira ta' punt 6 t'Anness tar-Regolament Nru 136/66/KEE.

Artikolu 2

1. Il-karatteristiċi taż-żjut stabbiliti f'Anness I għandhom jiġu determinati b'konformità mal-metodi ta' analiżi mnizzla hawn taht:

- għad-determinazzjoni tal-aċidi grassi liberi, espressi bhala perċentwali ta' aċidu oleiku, l-metodu stabbilit f'Anness II,
- għad-determinazzjoni tal-indiċi tal-perossidu, il-metodu stabbilit f'Anness III,
- għad-determinazzjoni tal-alkohol alifatiku, il-metodu stabbilit f'Anness IV,
- għad-determinazzjoni tal-kontenut ta' sterolo, il-metodu stabbilit f'Anness V,
- għad-determinazzjoni tal-erythrodiol u tal-uvaol, il-metodu stabbilit f'Anness VI,
- għad-determinazzjoni tal-aċidi grassi saturati f'pożizzjoni 2 tat-triglyceride, l-metodu stabbilit f'Anness VII,
- għad-determinazzjoni tal-kontenut tat-trilinolina, il-metodu stabbilit f'Anness VIII,
- għall-analiżi spettrofotometrika, il-metodu stabbilit f'Anness IX,
- għad-determinazzjoni tal-kompożizzjoni tal-aċidi grassi, il-metodu stabbilit f'Anness X A u X B,
- għad-determinazzjoni tas-solventi alogenati volatili, il-metodu stabbilit f'Anness XI,
- għall-evalwazzjoni tal-karatteristiċi organolettiċi taż-żejt taż-żebbuġa vergni, il-metodu stabbilit f'Anness XII,
- għall-prova li jkun seħh ir-raffinar, il-metodu stabbilit f'Anness XIII.

2. L-evalwazzjoni tal-karatteristiċi organolettiċi għandha ssir minn analista u, kif xieraq, bl-assistenza ta' speċjalista, skond il-proċedura deskritta fin-noti tad-tidwiq imsemmija f'Anness XII. Fejn l-analiżi turi karatteristiċi differenti minn dawk li johorġu mid-deskrizzjoni tal-prodott, il-kampjun għandu jiġi eżaminat minn bord ta' dewwieqa skond id-disposizzjonijiet t'Anness XII.

Kull analiżi oħra għandha ssir mill-bord skond id-disposizzjonijiet imsemmija.

Sabiex jiġu aċċertati l-karatteristiċi organolettiċi fir-rigward ta' operazzjonijiet dwar is-sistema ta' intervent, il-bord ta' dewwieqa għandhom iwettqu din l-evalwazzjoni skond id-disposizzjonijiet t'Anness XII.

Artikolu 3

Sal-31 ta' Ottubru 1992, l-introduzzjoni tal-metodi ta' analiżi li għalihom hemm provdut f'Artikolu 2 ma għandiex iżżomm lill-Istati Membri milli jużaw metodi oħra ttestjati u xjentifikament validi, sakemm il-prodotti magħrufa bhala konformi mar-regoli fis-seħh li jirregolaw il-metodi tal-Komunità jithallew jiċċirkolaw b'mod liberu. Qabel jużaw metodi oħra, l-Istati Membri interessati għandhom jinnotifikawhom lill-Kummissjoni.

Meta wiehed mill-metodi l-oħra jipproduċi riżultat differenti minn dak miksub bil-metodu komuni, ir-riżultat miksub b'dan l-aħhar metodu għandu jkun determinanti.

Artikolu 4

1. Għall-ghan ta' evalwazzjoni tal-karatteristiċi organolettiċi, l-Istati Membri għandhom jistabbilixxu bordijiet ta' dewwieqa mharrġa u magħżula b'konformità mar-regoli stabbiliti f'Anness XII.

2. Meta xi Stat Membri jiltaqa' ma' diffikultajiet fit-twaqqif ta' xi bord fit-territorju tiegħu, jista' juża s-servizzi ta' xi bord li jkun qiegħed jahdem f'xi Stat Membru ieħor.

Artikolu 5

In-noti addizzjonali 2, 3 u 4 tal-Kapitolu 15 tan-nomenklatura magħquda huma mibdula b'dawk li jinsabu f'Anness XIV.

Artikolu 6

1. Il-kontenut ta' żejt tal-ghagna ta' żejt u fdalijiet oħra miksuba mill-estrazzjoni taż-żejt taż-żebbuġa (Kodiċi NM 2306 90 11 u 2306 90 19) għandu jiġi determinat billi jintuża l-metodu stabbilit f'Anness XV.

2. Il-kontenut ta' żejt imsemmi fil-paragrafu 1 għandu jiġi espress bhala perċentwali tal-piż ta' żejt għall-piż ta' materjal niexef.

Artikolu 7

Id-disposizzjonijiet tal-Komunità dwar il-preżenza ta' sostanzi mhux mixtieqa, għajr dawk imsemmija f'Anness XI, għandhom japplikaw.

Artikolu 8

1. L-Istati Membri għandhom jgħarrfu lill-Kummissjoni bil-miżuri mehuda għall-implimentazzjoni ta' dan ir-Regolament.

2. L-Istati Membri għandhom jibagħtu lill-Kummissjoni, fil-bidu ta' kull nofs sena, prospett tat-tagħrif analitiku li jkollu x'jaqsam mat-testijiet imwettqa matul in-nofs sena ta' qabel.

Ir-rizultati għandhom jitqiesu mill-Kumitat ta' Ġestjoni għaż-Żjut u x-Xahmijiet skond il-proċedura stabbilita f'Artikolu 39 tar-Regolament Nru 136/66/KEE.

Artikolu 9

Ir-Regolament (KEE) Nru 1058/77 huwa b'dan il-mezz revokat.

Dan ir-Regolament għandu jorbot fl-intier tiegħu u għandu japplika direttament fl-Istati Membri kollha.

Magħmul Brussel, fil-11 ta' Lulju 1991.

Artikolu 10

1. Dan ir-Regolament għandu jidhol fis-seħh fit-tielet jum wara l-pubblikazzjoni tiegħu fil-*Ġurnal Uffiċjali ta' l-Komunitajiet Ewropej*.

Iżda, il-metodu stabbilit f'Anness XII għandu japplika mill-1 ta' Jannar 1992, *għajr sa fejn għandhom x'jaqsmu l-operazzjonijiet marbuta mas-sistema ta' intervent*.

2. Dan ir-Regolament ma għandux japplika għaż-żejt taż-żebbuġa u għaż-żejt tal-fdal taż-żebbuġa ppakkjat qabel id-dhul fis-seħh ta' dan ir-Regolament u mpoġġi fis-suq sal-31 ta' Ottubru 1992.

Għall-Kummissjoni

RAY MAC SHARRY

Membru tal-Kummissjoni

ANNESI

Sommarju

	Pàġna
Anness I: Karatteristiċi taż-żejt taż-żebbuġa	372
Anness II: Determinazzjoni tal-aċidi grassi liberi	374
Anness III: Determinazzjoni tal-valur tal-perossidu	376
Anness IV: Determinazzjoni tal-kontenut tal-alkohol alifatiku bil-kromatografija kapillari tal-gass	378
Anness V: Determinazzjoni tal-kompożizzjoni u l-kontenut ta' steroli bil-kromatografija kolonna-kapillari tal-gass	383
Anness VI: Determinazzjoni tal-erythrodiol u l-uvaol	391
Anness VII: Determinazzjoni tal-aċidi grassi saturati fil-pożizzjoni 2 tat-trigliceride	393
Anness VIII: Determinazzjoni tal-kompożizzjoni tat-trilinolina	397
Anness IX: Investigazzjoni spettrofotometrika fl-ultravjola	401
Anness XA: Analizi bil-kromatografija tal-gass tal-esteri tal-metiltal-aċidi grassi	405
Anness XB: Preparazzjoni tal-esteri tal-metiltal-aċidi grassi	413
Anness XI: Determinazzjoni tas-solventi aloġenati volatili taż-żejt taż-żebbuġa	417
Anness XII: Stima organolettika taż-żejt verġni taż-żebbuġa	418
Anness XIII: Prova li jkun sar ir-raffinar	444
Anness XIV: Noti addizzjonali 2, 3 u 4 għall-Kapitolu 15 tan-nomenklatura magħquda	446
Anness XV: Kontenut ta' żejt tal-fdal taż-żebbuġa	449
Anness XVI: Determinazzjoni tal-valur tal-jodju	451

L-ANNEX I

KARATTERISTIĊI TAŻ-ŻEJT TAŻ-ŻEBBUĠA

Tip	Acidità %	Valur perossidu meq/O ₂ /kg	Solventi aloġenati mg/kg (1)	Alkohol alifatiku mg/kg	Acidi grassi saturati fit-2 pozzizzjoni ta' ta' trigliceride	Erythriodiol ċ Uvaol %	% ta' trilinolein	% ta' kolesterol	% ta' brassicas-terol	% ta' campesterol	% ta' stigmas-terol	% ta' Betasitos-terol (2)	% ta' Delta-7-stigmasterol	Total ta' steroli mg/kg
1.Żejt extra vergni taż-żebbuġa	M 1,0	M 20	M 0,20	M 300	M 1,3	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	; Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
2.Żejt vergni taż-żebbuġa	M 2,0	M 20	M 0,20	M 300	M 1,3	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	; Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
3.Żejt vergni taż-żebbuġa ordinarju	M 3,3	M 20	M 0,20	M 300	M 1,3	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	; Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
4.Żejt vergni taż-żebbuġa lampante	> 3,3	> 20	> 0,20	M 400	M 1,3	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	—	m 93,0	M 0,5	m 1000
5.Żejt taż-żebbuġa raffinat	M 0,5	M 10	M 0,20	M 350	M 1,5	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	; Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
6.Żejt taż-żebbuġa	M 1,5	M 15	M 0,20	M 350	M 1,5	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	; Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
7.Żejt tal-fdal taż-żebbuġa mhux raffinat	M 2,0	—	M 0,20	—	M 1,8	m 12	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	—	m 93,0	M 0,5	m 2 500
8.Żejt tal-fdal taż-żebbuġa raffinat	M 0,5	M 10	M 0,20	—	M 2,0	m 12	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	; Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1 800
9.Żejt tal-fdal taż-żebbuġa	M 1,5	M 15	M 0,20	—	M 2,0	> 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	; Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1800

(1) L-ogħla limitu totali għal komposti skoperti permezz ta' electron capture didetter. Għal komposti skoperti individwalment, il-limitu ta' fuq huwa 0,10 mg/kg.

(2) Delta-5- 23-stigmastradienol ċ deroosterol ċ sitosterol ċ sitostanol ċ delta-5- 24 stigmastadienol.

Nota: Iż-żejt għandu jiġi rifjutat jekk mill-karatteristiċi tiegħu tkun barra l-limitu stabbilit.M = massimu, m = minimu.

Tip	Kompożizzjoni tal-aċidu						K 232	K 270	K 270 bl-alumina ⁽¹⁾	Delta K	Panel test
	Miristiku %	Linoleniku %	Arakidiku %	Elkosanojku %	Behenic %	Linjoċeriku %					
1 ż-żejt extra vergni taż-żebbuġa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 2,40	M 0,20	M 0,10	M 0,01	= 6,5
2 ż-żejt vergni taż-żebbuġa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 2,50	M 0,25	M 0,10	M 0,01	= 5,5
3 ż-żejt vergni taż-żebbuġa ordinarju	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 2,50	M 0,25	M 0,10	M 0,01	= 3,5
4 ż-żejt vergni taż-żebbuġa <i>lampante</i>	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 3,70	> 0,25	M 0,11	—	; 3,5
5 ż-żejt taż-żebbuġa raffinat	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 3,40	M 1,20	—	M 0,16	—
6 ż-żejt taż-żebbuġa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 3,30	M 1,00	—	M 0,13	—
7 ż-żejt tal-fdal taż-żebbuġa mhux raffi-	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	—	—	—	—	—
nat	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 5,50	M 2,50	—	M 0,25	—
8 ż-żejt tal-fdal taż-żebbuġa raffinat	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 5,30	M 2,00	—	M 0,20	—
9 ż-żejt tal-fdal taż-żebbuġa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5					

Nota:

(1) Fil-każ ta' żjut li għandhom acidità akbar minn 3,3 %, jekk K270 huwa aktar minn 0,11 wara li jgħaddi minn fuq l-alumina, huwa mehtieg li jsir it-test ta' raffinazjoni li hemm referenza għalih f'Annex XIII. Għall-ghan li tiġi stabbilita l-purità, fejn K270 jaqbeż il-limitu tal-kategorija konċernata, għandu jiġi stabbilit wara li jgħaddi minn fuq l-alumina

L-ANNESS II

DETERMINAZZJONI TA' L-AĊIDI GRASSI LIBERI

1. DETERMINAZZJONI TAL-AĊIDITÀ

Determinazzjoni tal-aċidi grassi liberi fiż-żjut taż-żebuga. Il-kontenut tal-aċidi grassi liberi jitkejjel bhala aċidità kkalkolata b'mod konvenzjonali.

1.1. **Prinċipju**

Jiddewweb kampjun f'tahlita ta' solventi u l-aċidi grassi liberi preżenti jiġu ttitrati billi tintuża soluzzjoni etanolika tal-idrossidu tal-potassju.

1.2. **Reaġenti**

Ir-reaġenti kollha għandhom jkunu ta' kwalità analitika magħrufa u l-ilma wżat għandu jkun jew iddistillat jew ta' purità ekwivalenti.

1.2.1. Eteri tad-Dijetill ether; 95 % etanol (v/v), tahlita ta' partijiet ugwali bil-volum.

Nota: L-eteru tad-dietill jiehu n-nar malajr u jista' jiffirma perossidi splussivi. Għandha tinghata attenzjoni speċjali matul l-użu tiegħu.

Innewtralizza preċiżament fil-mument tal-użu b'soluzzjoni tal-idrossidu tal-potassju (1.2.2), biż-żjieda ta' 0,3 ml ta' soluzzjoni ta' phenolphthalein (1.2.3) għal kull 100 ml ta' tahlita.

Nota: Jekk ma jkunx possibbli li jintuża l-eteru tad-dietill, tista' tintuża tahlita ta' solventi bl-etanol u t-toluene. Jekk meħtieġ, l-etanol jista' jiġi mibdul bi propanol-2.

1.2.2. Soluzzjoni etanolika titrata tal-idrossidu tal-potassju, c(KOH) xi 0,1 mol/l jew, jekk meħtieġ, c(KOH) xi 0,5 mol/l.

Il-konċentrazzjoni eżatta tas-soluzzjoni etanolika tal-idrossidu tal-potassju għandha tkun magħrufa u kkontrollata immedjatament qabel tintuża. Uża soluzzjoni li għallinqas tkun giet ippreparata hamest ijiem qabel l-użu u mferragh ġewwa flixkun kannella tal-ħġieg b'tapp tal-gomma. Is-soluzzjoni għandha tkun mingħajr kulur jew lewn it-tiben.

Nota: Soluzzjoni stabbli mingħajr kulur tal-idrossidu tal-potassju tista' tiġi ppreparata kif ġej. Aghlli 1 000 ml ta' etanol flimkien ma' 8 g tal-idrossidu tal-potassju u 0,5 g ta' ċana tal-aluminju u kompli għalli taht rifluss għal siegħa. Iddistilla minnufih. Dewweb il-kwantità meħtieġa tal-idrossidu tal-potassju fid-distillat. Hallih għal fuit jiem u ferra' l-likwidu ċar tal-wiċċ mid-depożitu ta' karbont tal-potassju.

Is-soluzzjoni tista' tiġi ppreparata wkoll mingħajr distillazzjoni kif ġej: ma' 1 000 ml ta' etanol žid 4 ml ta' aluminju butylate u halli t-tahlita toqghod għal xi fuit jiem. Ferragh il-likwidu tal-wiċċ u dewweb il-kwantità meħtieġa tal-idrossidu tal-potassju. Is-soluzzjoni hija lesta biex tintuża.

1.2.3. Soluzzjoni ta' 10 g/l ta' phenolphthalein ġewwa 95 sa 96 % ta' etanol (v/v) jew alkaline blue, (fil-każ ta' grassi b'kulur qawwi) soluzzjoni ta' 20 g/l ġewwa 95 sa 96 % ta' etanol (v/v).

1.3. **Apparat**

Tagħmir normali tal-laboratorju li jinkludi:

1.3.1. miżien analitiku;

1.3.2. flask koniku ta' 250 ml;

1.3.3. buretta ta' 10 ml, gradata f'0,05 ml.

1.4. **Proċedura**

1.4.1. Il-preparazzjoni tal-kampjun għall-ittestjar

(Wettaq it-test fuq il-kampjun iffiltrat. Meta l-umdità u l-impuritajiet flimkien huma anqas minn 1 %, uża l-kampjun mingħajr trattament addizzjonali; meta jaqbuż l-1 %, dan għandu jiġi ffiltrat.)

1.4.2. Tehid tal-kampjun

Hu kampjun skond in-numru aċidiku preżunt skond it-tabella li ġejja:

Valur aċidiku mistenni	Piż tal-kampjun (g)	Preciżjoni tal-użin (g)
< 1	20	0,05
1 to 4	10	0,02
4 to 15	2,5	0,1
15 to 75	0,5	0,001
> 75	0,01	0,0002

Iżen il-kampjun fil-flask koniku (1.3.2).

1.4.3. Determinazzjoni

Dewweb il-kampjun (1.4.2) f'50 sa 150 ml tat-tahlita nnewtralizzata minn qabel tal-eteru tad-dietill u etanol (1.2.1).

Ittitra filwaqt li thawwad ma' soluzzjoni 0,1 mol/l tal-idrossidu tal-potassju (1.2.2) (ara Nota 2) sakemm jinbidel l-indikatur (il-kulur roża tal-phenolphthalein jibqa' għal mill-inqas għaxar minuti).

Nota 1. Is-soluzzjoni etanolika ttitrata tal-idrossidu tal-potassju (1.2.2) tista' tiġi sostitwita b'soluzzjoni milwiema tal-idrossidu tal-potassju jew tas-sodju sakemm il-volum ta' ilma introdott ma jwassalx għas-separazzjoni tal-fażi.

Nota 2. Jekk il-kwantità ta' soluzzjoni 0,1 mol/l tal-idrossidu tal-potassju mehtieġa taqbeż 10 ml, uża s-soluzzjoni 0,5 mol/l.

Nota 3. Jekk is-soluzzjoni ssir mċajpra matul it-titrazzjoni, žid biżżejjed solventi (1.2.1) biex tikseb soluzzjoni ċara.

1.5. Aċidità: espressa bħala perċentwali tal-aċidu oleiku

L-aċidità bħala perċentwali bil-piż hija ugwali għal:

$$V \times \dot{c} \times \frac{M}{1000} \times \frac{100}{m} = \frac{V \times \dot{c} \times M}{10 \times m}$$

fejn:

V = il-volum tas-soluzzjoni tal-idrossidu tal-potassju ttitrata wżata, f'millimetri;

$\dot{c}$ = il-konċentrazzjoni eżatta f'moli għal kull litru tas-soluzzjoni ttitrata tal-idrossidu tal-potassju wżata;

M = il-piż molar fi grammi għal kull mol ta' aċidu wżat biex tesprimi r-riżultat (= 282);

m = il-piż fi grammi tal-kampjun.

Hu bħala r-riżultat, il-medja aritmetika taż-żewġ determinazzjonijiet imwettqa.

L-ANNESS III

DETERMINAZZJONI TAL-VALUR TAL-PEROSSIDU

1. SKOP

Dan l-Istandard jiddeskrivi metodu għall-istabbilizzazzjoni tal-valur ta' perossidu ta' żjut u xahmijiet

2. QASAM TA'APPLIKAZZJONI

Dan l-Istandard huwa applikabbli għaž-żjut u x-xahmijiet tal-annimali u l-hxejjex

3. DEFINIZZJONI

Il-valur tal-perossidu huwa l-kwantità ta' dawk is-sostanzi fil-kampjun, espressa f'termini ta' milliekwivalenti ta' ossiġenu attiv għal kull kilogramma, li jossidaw il-jodju tal-potassju taht il-kondizzjonijiet ta' operazzjoni deskritti.

4. PRINĊIPJU

Trattament tal-porzjon tat-test, f'soluzzjoni fl-aċidu aċetiku u kloroforma, b'soluzzjoni ta' jodju tal-potassju. Titrizzjoni tal-jodju meħlus b'soluzzjoni *standardizzata* ta' sodium thiosulphate.

5. APPARAT

It-tagħmir użat għandu jkun hieles minn sostanzi ta' riduzzjoni jew ossidanti.

Nota: Tidlikx l-uċuħ tal-qiegħ b'xi grass

5.1. Mgħarfa tal-ħġieġ ta' 3 ml.

5.2. Flasks, bl-ghonq u t-tapp immolati, ta' kapacià ta' xi 250 ml, imnixxfen minn qabel u mimlija b'gass pur, xott u inerti (nitroġenu jew, jekk jista' jkun, diossidu tal-karbonju).

5.3. Burretta ta' 25- jew 50-ml, gradata b'0,1 ml.

6. REAĠENTI

6.1. Kloroforma, kwalità ta' reagent analitiku, meħlus mill-ossiġenu billi jitbaqbaq minn ġewwa fih kurrent ta' gass pur, xott u inerti.

6.2. Aċidu aċetiku glaċjali, kwalità ta' reagent analitiku, meħlus mill-ossiġenu billi jitbaqbaq minn ġewwa fih kurrent ta' gass pur, xott u inerti.

6.3. Jodur tal-potassju, soluzzjoni milwiema saturata, ppreparata dan l-aħħar, hielsa mill-jodju u mill-iodates

6.4. Soluzzjoni milwiema *standardizzata* bi preċiżjoni ta' sodium thiosulphate ta' 0,01 jew 0,002 Mol/L, *standardizzata* eżatt qabel tintuża.

6.5. Dispersjoni milwiema ta' soluzzjoni ta' lamtu ta' 10 g/l, imħejjija riċentament minn lamtu naturali li jinħall.

7. KAMPJUN

Ara li l-kampjun jitneħħa u jinżamm il-bogħod mid-dawl, jinżamm kiesaħ ġewwa reċipjenti tal-ħġieġ mimlijin għal kollox, issiġillati ermetikament b'tappijiet tal-ħġieġ immolati jew tas-sufra.

8. PROCEDURA

It-test għandu jsir f'dawl diffuż jew f'dawl artifiċjali. Iżen f'magħrfa tal-ħġieġ (5.1) jew, fin-nuqqas tagħha, fi flask (5.2), sa l-eqreb 0,001 g, piż tal-kampjun skond it-tabella li ġejja, skond il-valur ta' perossidu mistenni:

Valur ta' perossidu mistenni (meq)	Piż tal-porzjon tat-test (g)
0 sa 12	5,0 sa 2,0
12 sa 20	2,0 sa 1,2
20 sa 30	1,2 sa 0,8
30 sa 50	0,8 sa 0,5
50 sa 90	0,5 sa 0,3

Nehhi t-tapp ta' flask (5.2) u dahhal l-imgharfa tal-ħgieġ li jkun fiha l-porzjon għall-ittestjar. Żid 10 ml ta' kloroforma (6.1). Dewweb malajr il-parti għall-ittestjar billi thawwadha Żid 15 ml ta' aċidu aċetiku (6.2), u mbagħad 1 ml ta' soluzzjoni ta' jodur tal-potassju (6.3). Dahhal malajr it-tapp, hawwadha għal minuta, u halliha għal hames minuti eżatt il-bogħod mid-dawl b'temperatura ta' minn 15 sa 25 °C.

Żid bejn wieħed u iehor 75 ml ta' ilma ddistillat. Ittitra l-jodju meħlus bis-soluzzjoni ta' sodium thiosulphate (6.4) (soluzzjoni ta' 0,002 N għall-valuri mistennija ta' inqas minn 12, u soluzzjoni ta' 0,01 N għal valuri mistennija 'l fuq minn 12) filwaqt li thawwad sewwa, billi tuża soluzzjoni ta' lamtu (6.5) bħala indikatur.

Wettaq żewġ determinazzjonijiet fuq l-istess kampjun tat-test.

Wettaq blank test fl-istess waqt. Jekk ir-riżultat tal-blank test jaqbeż 0,05 ml ta' soluzzjoni ta' 0,01 ta' sodium thiosulphate (6.4), ibdel ir-reagenti impuri.

9. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI:

Il-valur tal-perossidu (PV), f'milliekwivalenti ta' ossiġenu attiv għal kull kilogramma, jingħata bil-formula:

$$PV = \frac{V \times T \times 1000}{m}$$

fejn:

V = in-numru ta' ml ta' soluzzjoni *standardizzata* ta' sodium thiosulphate (6.4) użat għat-test, korrett sabiex jagħti kas tal-blank test;

T = il-molarità eżatta tas-soluzzjoni ta' sodium thiosulphate (6.4) wżata;

m = il-piż fi g. tal-porzjon tat-test.

Hu il-medja aritmetika taż-żewġ determinazzjonijiet imwettqa bħala r-riżultat.

L-ANNESS IV

**DETERMINAZZJONI TAL-KONTENUT TAL-ALKOHOL ALIFATIKU BIL-KROMATOGRAFIJA
KAPILLARI TAL-GASS**

1. SKOP

Il-proċedura tiddeskrivi metodu għad-determinazzjoni ta' kontenut ta' alkohol alifatiku fiż-żjut u x-xahmijiet.
2. PRINĊIPJU TAL-METODU

Is-sostanza grassa, b' l-eicosanol miżjud bhala *standard* intern, hija ssaponifikata bl-idrossidu tal-potassju etanoliku u imbagħad il-materja li ma tistax tiġi ssaponifikata hija estratta bl-eteru tad-dietill.

Il-frazzjoni alkoholika tiġi sseparata mill-materja li ma tistax tiġi ssaponifikata permezz tal-kromatografija fuq saff ta' ġell silika imxxabba fl-idrossidu tal-potassju; l-alkohol miksuba mill-ġell silika huma mibdula f'eteri *trimethylsilyl* u analizzati bil-kromatografija kapillari tal-gass.
3. APPARAT
 - 3.1. Flask bil-qiegh tond ta' 250 ml b'kondensur ta' rifluss u ġonot tal-ħġieġ immolat.
 - 3.2. Njebet ta' separazzjoni li jesgħu 500 ml.
 - 3.3. Flasks li jesgħu 250 ml.
 - 3.4. Tank kromatografiku għall-analiżi kromatografika ta' saff irqiq, għall-pjanċi tal-ħġieġ tad-daqs 20 × 20 ċm.
 - 3.5. Dawl UV ta' wavelength ta' 366 jew 254 nm, għall-eżaminazzjoni tal-pjanċi TLC.
 - 3.6. Mikrosiringa li tferragh 100 µl u 500 µl.
 - 3.7. Lembut ta' filtrazzjoni tal-ħġieġ sintered bi frit poruża G3 (porożità 15 sa 40 µm) ta' djametru ta' bejn wiehed u iehor 2 ċm u għoli ta' bejn wiehed u iehor 5 ċm xieraq biex jiffiltra taħt vakwu u ġonta ground male 12/21.
 - 3.8. Flask vakwu li jesgħa 50 ml b'ġonta ground female 12/21 biex jintuża ma' lembut filtru (3.7).
 - 3.9. Tubu tat-testijiet tal-ħġieġ li tesa' 10 ml b'qiegh konikali u b'tapp.
 - 3.10. Kromatografu tal-gass biex jintuża ma' kolonna kapillari, u armat b'sistema ta' qsim (*splitting*) magħmula minn:
 - 3.10.1. kompartiment termostatiku għall-kolonni (forn tal-kolonni) biex iżżomm it-temperatura mixtieqa bi preċiżjoni ta' ± 1 °C;
 - 3.10.2. assemblaġġ ta' vaporizzazzjoni termostatika (injection port) bi ħġieġ miksi bis-silanizet;
 - 3.10.3. didekter tal-jonizzazzjoni tal-fjamma, u konvertitur amplifikatur;
 - 3.10.4. *rikorder-integrator* biex jahdem mal- konvertitur amplifikatur (3.10.3), b'ħin ta' rispons ta' mhux aktar minn sekonda u b'veloċità varjabbli tal-karta.
 - 3.11. Kolonna kapillari tal-ħġieġ jew tal-fused silica, ta' tul ta' 20 sa 30 m, djametru intern ta' 0,25 sa 0,32 mm, b'fażi likwida ta' SE-52 jew SE-54 jew ekwivalenti, bi ħxuna tal-film ta' bejn 0,10 u 0,30 µm.
 - 3.12. Mikrosiringa għall-kromatografija tal-gass li tesa' 10 ml b'labra ħoxna.
4. REAĠENTI
 - 4.1. idrossidu tal-potassju, bejn wiehed u iehor soluzzjoni etanolika ta' 2 Mol/L: 130 g ta' idrossidu tal-potassju (konċentrazzjoni minima ta' 85 %) jiġu mdewbin, bil-ksieh, f'200 ml ta' ilma ddistillat u mbagħad miżjuda sa litru bl-etanol. Is-soluzzjoni għandha tiġi maħżuna fi flixkun skur tal-ħġieġ magħluq sewwa bit-tapp.
 - 4.2. Eteru tad-dietill, pur għall-analiżi.
 - 4.3. Sulfat tas-sodju anidridu, pur għall-analiżi.

- 4.4. Pjanċi tal-ħġieġ TLC tal-gell tas-silika, mingħajr indikatur ta' fluworexxenza, ta' hxuna ta' 0,25 mm (jista' jinkiseb ippreparat lest kummerċjalment).
- 4.5. Idrossidu tal-potassju, bejn wieħed u ieħor 0,2 Mol/L ta' soluzzjoni etanolika; 13 g ta' idrossidu tal-potassju jiġu mdewbin f'20ml ta' ilma ddistillat u miżjuda sa litru bl-etanol.
- 4.6. Benzene, għall-kromatografija. (ara 5.2.2).
- 4.7. Aċetun, għall-kromatografija. (ara 5.2.2).
- 4.8. Hexane, għall-kromatografija. (ara 5.2.2).
- 4.9. Eteru tad-dietill, għall-kromatografija. (ara 5.2.2).
- 4.10. Kloroforma, għall-kromatografija.
- 4.11. Soluzzjoni ta' referenza għall-kromatografija ta' saff irqiq: tahlita ta' 5 % C₂₀ sa C₂₈ alcohol fil-kloroforma.
- 4.12. Soluzzjoni ta' 0,2 % ta' 2,7-dichlorofluorescein fl-etanol. Din hija magħmula f'tit bażika billi jiżdiedu xi qtar ta' soluzzjoni ta' 2 Mol/L tal-idrossidu tal-potassju.
- 4.13. Pyridine anidridu, għall-kromatografija.
- 4.14. Hexamethyldisilazane.
- 4.15. Trimethylchlorosilane.
- 4.16. Soluzzjonijiet *standard* ta' eteru tat-trimethylsilyl tal-alcohol alifatiku minn C₂₀ sa C₂₈. Jistghu jiġu ppreparati minn tahlitiet ta' alcohol pur fil-waqt li jkunu meħtieġa għall-użu.
- 4.17. Soluzzjoni 0,1 % (m/v) tal-eicosanol f'CHCl₃ (*standard* intern).
- 4.18. Gassijiet carriers: idroġenu u elju, puri għall-kromatografija tal-gass.
- 4.19. Gassijiet awżiljari:
 - idroġenu, pur għall-kromatografija tal-gass.
 - arja, safja għall-kromatografija tal-gass.

5. PROCEDURA

- 5.1. Thejjiġa ta' materja li ma tistax tiġi ssapunifikata.
 - 5.1.1. Bl-użu ta' mikrosiringa ta' 500 µl qiegħed, ġewwa flask bil-qieġ tond ta' 250 ml, volum ta' 0,1 % soluzzjoni ta' 1-eneicosanol (jista' jintuża wkoll l-eneicosanol) (4.17) li jkun fiha kwantità tal-eicosanol bejn wieħed u ieħor ugwali għal 10 % tal-kontenut tal-alkohol alifatiku f'dak il-porzjon ta' kampjun li għandu jittiehed għall-analiżi. Eżempju, ma' 5 g ta' kampjun žid 250 µl ta' soluzzjoni 1-eicosanol ta' 0,1 % fil-każ ta' żejt taż-żebuga jew iż-žejt taż-żerriegħa li jkun qiegħed jiġi analizzat, 1 500 µl jekk il-kampjun huwa residwu taż-žejt taż-żebuga. Evapora s-soluzzjoni *standard* interna sa ma tinxf taht N₂.

B'mod kwantitattiv iżen fil-flask bejn wieħed u ieħor 5 g ta' kampjun xott u ffiltrat.

- 5.1.2. Jiżdiedu 50 ml ta' soluzzjoni 2mol/L tal-idrossidu tal-potassju, jitwawhal il-kondensur ta' rifluss u l-apparat jisahhan sa toghlija hafifa, banju marija, u din tiġi mhawda l-hin kollu matul il-proċess tas-shana sakemm isseħħ is-sapunifikazzjoni (is-soluzzjoni tiċċara). Kompli saħhan għal 20 minuta oħra u mbagħad žid 50 ml ta' ilma ddistillat minn ġewwa l-kondensur, imbagħad il-kondensur jiġi maqluġ u l-flask mkessah sa bejn wieħed u ieħor 30 °C.
- 5.1.3. Il-kontenut tal-flask jiġi ttrasferit b'mod kwantitattiv għal lembut ta' separazzjoni li jesa' 500 ml, u l-flask jitlaħlaħ b' 2 × 25 ml tal-ilma ddistillat. Žid bejn wieħed u ieħor 80 ml ta' eteru tad-dietill, hawwad sewwa t-tahlita għal 30 sekonda mbagħad erħilha tissepara fi strati (Nota 1).

Il-faži milwiema ta' taht tiġi ttrasferita lejn lembut ta' separazzjoni ieħor. Isiru żewġ estrazzjonijiet oħra fuq il-faži milwiema, bl-istess mod, billi jintużaw minn 60 sa 70 ml ta' eteru dietill kull darba.

Nota 1. L-emulsjonijiet jistghu jiġu eliminati billi żżid, b'użu ta' sprej, kwantitajiet żgħira ta' alcohol tal-etill jew alcohol tal-metill.

- 5.1.4. L-estrazzjonijiet ta' eteru tad-dietill jithalltu flimkien fl-lambut ta' separazzjoni u jiġu mahsula bl-ilma ddistillat (50 ml kull darba) sakemm l-ilma tal-ħasil jagħti reazzjoni newtrali.

Armi l-faži milwiema, nixxef il-faži milwiema bis-sulfat tas-sodju anidridu u ffiltra, fi flask li jesa' 250 ml li jkun intiżen minn qabel, filwaqt li l-lambut u l-filtru jkunu ġew mahsula bi kwantitajiet żgħira ta' eteru tad-dietill li jiżdiedu mat-total.

5.1.5. L-eteru jiġi evaporat b'tishin bil-mod sa ftit ml u mbagħad imnixxef taħt vakwu hafif jew taħt kurrent ta' nitroġenu; it-tnixxif jintemm f'forn b'temperatura ta' 100 °C għal bejn wieħed u ieħor 15-il minuta u l-fdal jintiżen wara li jiġi mkessah f'dessikatur.

5.2. Separazzjoni tal-frazzjonijiet alkoholiċi.

5.2.1. It-thejjija tal-panċi TLC bażiċi (4.4). Il-panċi jiġu mgħaddsa għal kollox, f'soluzzjoni ta' 0,2 mol/L tal-idrossidu tal-potassju (4.5) għal għaxar sekondi, mbagħad jithallew jinxfu taħt għata għal sagħtejn u fl-ahhar, jitpoġġew f'forn b'temperatura ta' 100 °C għal siegħa.

Il-panċi jinharġu mill-forn u jitqegħdu f'dessikatur tal-klorur tal-kalċju sakemm jerġa' jkun hemm bżonn-hom. Il-panċi ttrattati b'dan il-mod għandhom jintużaw qabel ġimagħtejn.

Nota 2. Meta jintużaw panċi bażiċi tal-gell tas-silika għas-separazzjoni tal-frazzjoni alkoholiċa, ma hemmx għalfejn li l-materja li ma jistgħux jiġu ssaponifikati jiġu ttrattati bl-A1203. Għalhekk il-komposti aċidi kollha (aċidi grassi u oħrajn) jinżammu fl-oriġini b'hekk jinkisbu sew il-faxxi alkoholiċi alifatiku sew daww terpeniċi li jinfirdu t-tnejn b'mod distint mill-faxxa ta' sterolo.

5.2.2. Soluzzjoni b'volum ta' 95:5 ta' benzene u aċetun tiġi introdotta fil-kamra ta' żvilupp sa fond ta' bejn wieħed u ieħor 1 cm. Inkella, tista' tintuża tahlita ta' 65:35 bil-volum ta' hexane u eteru tad-dietill. It-tank jingħalaq u jithalla għal mhux anqas minn nofs siegħa biex jintlaħaq ekwilibriju bejn il-fwar u l-likwidu. Jistgħu jit-waħħlu strippi ta' filtri tal-karta mgħaddsa fl-eluent ma' l-uċuħ ta' gewwa tat-tank biex jitnaqqas il-hin ta' żvilupp b'bejn wieħed u ieħor terz tal-hin u tinkiseb elużjoni aktar uniformi u regolari tal-komponenti.

Nota 3. Is-soluzzjoni li tkun qegħda tiżviluppa għandha tiġi mibdula għal kull analiżi sabiex jinkisbu kondizzjonijiet ta' żvilupp riproduċibbli.

5.2.3. Tiġi mhejjija soluzzjoni ta' bejn wieħed u ieħor 5 % ta' materja li ma tistax tiġi ssapunifikata (5.1.5) fil-kloroforma u 0,3 µl tas-soluzzjoni tiġi mċappsa bħala strippa uniformi ta' hxuna minima, permezz ta' mikrosiringa li tesa' 100 ml, fuq panċa TLC bejn wieħed u ieħor 2 cm mill-qiegħ tal-panċa TLC. tal-Allineata ma' l-istrippa, 2 sa 3 µl tas-soluzzjoni ta' referenza ta' alcohol alifatiku (4.11) jiġu mtabba' għall-identifikazzjoni tal-faxxa tal-alcohol alifatiku wara li jkun intemm l-iżvilupp.

5.2.4. Il-panċa titqiegħed ġewwa t-tank tal-iżvilupp kif imsemmi fi 5.2.2. It-temperatura għandha tinżamm bejn 15 u 20 °C. It-tank jingħalaq minnufih, u l-kampjun jithalla jeluwxxi sakemm il-parti ta' quddiem tas-solvent tilhaq distanza ta' 1 cm mill-parti ta' fuq tal-panċa. Imbagħad, il-panċa titneħħa mit-tank tal-iżvilupp u s-solvent jiġi evaporat taħt kurrent ta' arja shuna jew il-panċa tithalla għal ftit hin taħt għata.

5.2.5. Il-panċa tiġi sprejjata hafif kullimkien l-istess b'soluzzjoni ta' 2,7-dichlorofluorescein; meta l-panċa tiġi osservata taħt daww ultravjola, il-faxxa tal-alcohol alifatiku tiġi identifikata billi titqabbel ma' l-alcohol alifatiku fil-faxxa li tiġi immedjatement qabel din, li tiġi l-faxxa ta' alcohol triterpeniku, huma delineati flimkien.

Nota 4. Il-htieġa għat-tneħħija tal-faxxa ta' alcohol alifatiku u l-faxxa ta' alcohol triterpeniku tiġi stabbilita bil-migrazzjoni possibbli ta' xi alcohol alifatiku ġewwa l-faxxa ta' alcohol triterpeniku.

5.2.6. Il-gell tas-silika magħluq fil-parti mmarkata jiġi mibrux bi spatula tal-metall. Il-materjal imneħħi jiġi miksur f'biċċiet żgħar fini, u jiġi introdott f'lembut filtru (3.7), jiġu miżjudin 10 ml ta' kloroforma shuna. Il-kontenut jiġi mhawwad sewwa bl-ispatula tal-metall u jiġi ffiltrat taħt vakwu, filwaqt li l-iffiltrat jingħabar fil-flask (3.8) li jitwaħħal mal-lembut filtru.

Il-fdal ta' gewwa l-lembut jiġi mahsul 3 × 10 ml bl-eteru tal-etill filwaqt li l-filtrat jiġi miġbur fl-istess flask imwaħħal mal-lembut. Il-filtrat jiġi evaporat għal volum ta' bejn wieħed u ieħor 4 sa 5 ml u l-bqija tas-soluzzjoni jiġi trasferit f'tubu tat-testijiet tal-ħġieġ ta' 10 ml (3.9) li tkun intiżnet minn qabel; it-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ tiġi mnixxfa b'tishin hafif taħt kurrent hafif ta' nitroġenu. Il-fdal jerġa' jiġi mdewweb bi ftit qtat ta' aċetun, erga' nixxfu u imbagħad poġġihom fil-forn f'temperatura ta' 105°C għal għaxar minuti, neħħihom u kessahom fid-dessikatur u izinhom.

Il-fdal ġewwa t-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ huma komposti mill-frazzjoni alkoholiċa.

5.3. It-thejjija tat-trimethylsilyl ethers.

5.3.1. Ir-reagent għas-silylation, li jikkonsisti f'tahlita ta' 9:3:1 bil-volum (Nota 5) ta' pyridinehexamethyldisilazane-trimethylchlorosilane fi proporzjon ta' 50 µl għal kull milligramma ta' alcohol, jiġi miżjud fit-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ li jkun fiha l-frazzjoni alkoholiċa, filwaqt li jiġi evitat kull xorb ta' umdiċa (Nota 6).

Nota 5. Soluzzjonijiet lesti għall-użu huma disponibbli kummerċjalment; reagenti silanizzanti bħal N, 0-bis (trimethylsilyl) trifluoroacetamide ċ 1 % trimethylchlorosilane biex jithallat ma' l-istess volum ta' piridina anidriduża.

- 5.3.2. It-tubu tat-testijiet tal-ħgieg tinghalaq b'tapp u tiġi mhawda bil-galbu minghajr ma tiġi maqluba sakemm l-alcohol idubu. Imbagħad tithalla għal tal-inqas 15 il-minuta f'temperatura tal-kamra u wara tiġi ċċentrifugata għal ftit minuti; is-soluzzjoni ċara hija lesta għall-analiżi kromatografika tal-gass.

Nota 6. Kull formazzjoni ta' opalescenza hafifa hija normali u ma tikkawża ebda tfixkil. Il-formazzjoni ta' *flocculate* bajdani jew id-dehra tal-kulur roża huma sinjali tal-preżenza ta' umdità jew tad-deterjorament tar-reagent. F'każ bħal dan it-test għandu jerga' jsir.

- 5.4. Analizi bil-kromatografija tal-gass.

- 5.4.1. Operazzjonijiet preliminari u kondizzjonament tal-kolonna kapillari.

- 5.4.1.1. Il-kolonna kapillari tiġi mwahħla ġewwa l-kromatografu tal-gass billi l-bidu tal-kolonna jitqabbad ma' l-evaporatur li jitwahħhal mas-sistema li tifred u t-tarf tal-kolonna mad-didekter.

Isir kontroll ġenerali tal-assemblaġġ tal-kromatografija tal-gass (li l-fittings tal-gass ma jnixxux, kontroll fuq l-effiċjenza tad-didekter, kontroll fuq l-effiċjenza tas-sistema li tifred u tas-sistema li tirrikordja, eċċ.).

- 5.4.1.2. Il-kolonna kapillari li jkun qegħdin jintużaw għall-ewwel darba għandhom ikunu kkondizzjonati. Ftit gass *carrier* jiġi mghoddi mill-kolonna kapillari u mbagħad l-assemblaġġ tal-kromatografija tal-gass jiġi mixgħul u jsir tishin gradwali sakemm tintlahaq temperatura ta' mhux anqas minn 20°C oghla mit-temperatura ta' thaddim (ara Nota 7). Dik it-temperatura tinżamm għal mhux anqas minn sagħtejn u mbagħad l-assemblaġġ jinġieb taht il-kondizzjonijiet ta' thaddim (regolament tal-kurrent tal-gass, tqabbid ta' fjamma mifruda, twahħil mar-*rikorder* elettroniku, regolament tat-temperatura tal-forn tal-kolonna kapillari, id-didekter u l-injettur, eċċ.) u s-sinjali jiġi rregolat għal sensitività mhux anqas minn darbtejn l-oghla livell mahsub għat-twertieq tal-analiżi. It-traċċjat tal-linja bażi għandu jkun lineari, nieqes minn tluġh jew inżul f'daqqa ta' kwalunkwe natura u ma għandu juri ebda sinjal ta' ċaqliq.

Iċ-ċaqliq negattiv f'linja dritta huwa sinjal ta' ssikkar imperfett ta' tqabbid tal-kolonna filwaqt li ċaqliq pożittiv huwa sinjal ta' kondizzjonament mhux biżżejjed tal-kolonna.

Nota 7. It-temperatura tal-kondizzjonament għandha tkun tal-inqas 20°C inqas mill-oghla temperatura mahsuba għall-fażi likwida mhaddma.

- 5.4.2. Għażla tal-kondizzjonijiet ta' thaddim.

- 5.4.2.1. Il-kondizzjonijiet ġenerali ta' thaddim huma kif ġej:

- temperatura tal-kolonna: L-isoterma tal-bidu tiġi ssettjata għal 180°C għal tminn minuti u mbagħad tiġi pprogrammata fuq 5 °C/minuta sa 260 °C u 15-il minuta ohra fuq 260 °C,
- temperatura tal-evaporatur: 280 °C,
- temperatura tad-didekter: 290 °C,
- veloċità lineari tal-gass *carrier*: elju 20 sa 35 ċm/s, idroġenu 30 sa 50 ċm/s,
- proporzjon ta' separazzjoni: 1:50 at 1:100,
- sensitività tal-istrument: 4 sa 16-il darba l-attenwazzjoni minima,
- sensitività tar-*recording*: 1 sa 2 mV fs,
- veloċità tal-karta: 30 sa 60 ċm/siegha,
- kwantità ta' sostanza injettata: 0,5 sa 1 µl ta' soluzzjoni TMSE.

Il-kondizzjonijiet hawn fuq imsemmija jistgħu jinbidlu skond il-karatteristiċi tal-kolonna u tal-kromatografija tal-gass sabiex ikunu jistgħu jinkisbu l-kromatogrammi li jissodisfaw il-kondizzjonijiet li ġejjin:

- iż-żmien taż-żamma ta' alkoħol C₂₆ għandu jkun ta' 18 ± 5-il minuta,
- il-quċċata tal-alkoħol C₂₂ għandha tkun ta' 80 ± 20 % tal-valur tal-iskala shiha għaž-žejt taż-zebbuġa u 40 ± 20 % tal-valur tal-iskala shiha għaž-žejt taż-żerriegħa.

- 5.4.2.2. Il-kondizzjonijiet meħtieġa msemmeja hawn fuq jiġu kkontrollati bl-injezzjoni ripetuta tat-tahlita *standard* TMSE ta' alkoħol u l-kondizzjonijiet ta' thaddim jiġu aġġustati sabiex jagħtu l-aqwa riżultati possibbli.

- 5.4.2.3. Il-parametri għall-integrazzjoni tal-qċaċet għandhom jitfasslu b'mod li jinkiseb apprezzament xieraq taż-żoni tal-qċaċet meqjusa.

- 5.4.3. Eżekuzzjoni tal-analiżi.

- 5.4.3.1. Permezz tal-mikrosiringa ta' 10 µl iġbed 1 ml ta' hexane segwit b'0,5 µl ta' arja u sussegwentament 0,5 sa 1 µl tas-soluzzjoni tal-kampjun; il-plunger tal-mikrosiringa tintrafa' l fuq biex titbattal il-labbra.

Il-labba tiddaħhal ġewwa s-septum tal-assemblaġġ tal-injezzjoni u wara sekonda sa tnejn is-soluzzjoni tiġi injettata malajr u l-labba tinhareg bil-mod wara bejn wieħed u iehor hames sekondi.

- 5.4.3.2. Ir-registrazzjoni tibqa' ssir sakemm it-TMSE tal-alkoħol preżenti jiġu mnaddfa (eluted) għal kollox. Il-linja bażi għandha dejjem tikkorrispondi għall-kondizzjonijiet meħtieġa ta' 5.4.1.2.

- 5.4.4. Identifikazzjoni tal-qċaċet.

L-identifikazzjoni tal-qċaċet individwali għandha ssir skond il-hinijiet ta' żamma u b'paragun mat-tahlita *standard* TMSE, analizzata taht l-istess kondizzjonijiet.

Kromatogramma tal-frazzjoni alkoħolika ta' żejt verġni taż-zebbuġa tidher f'Figura 1.

- 5.4.5. Apprezzament kwantitattiv.

- 5.4.5.1. L-arej tal-qċaċet ta' 1-eicosanol u tal-alkoħol alifatiku C₂₂ sa C₂₈ jiġu kkalkolati bl-integrazzjoni elektronika.

5.4.5.2. Il-kontenut ta' kull alkohol, imfisser fmg/100 g ta' sostanza grassa jiġi kkalkolat kif ġej:

$$\text{alkohol } x = \frac{A_x \cdot m_s \cdot 100}{A_s \cdot m}$$

fejn:

A_x = l-area tal-quċcata tal-alkohol x, f'millimetri kwadri;

A_s = area ta' l-eicosanol f'millimetri kwadri;

m_s = piż ta' l-eicosanol f'milligrammi;

m = piż ta' kampjun merfugh għad-determinazzjoni, fi grammi.

6. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI:

Jiġu rrapportati l-kontenut ta' alkohol alifatiku individwali fmg/100 g ta' sostanza grassa u s-somma tat-
"total ta' alkohol alifatiku".

APPENDIĊI:

Determinazzjoni tal-veloċità lineari tal-gass

1 sa 3 µl ta' metanu jew propan jiġu injettati fil-kromatografu tal-gass issettjat taht kondizzjonijiet normali ta' thad-dim u jiġi mehud il-hin permezz ta' kronometru biex il-methane jew il-propane jgħaddi mill-kolonna mill-mument ta' injezzjoni sal-mument li l-quċcata telwixxi (tM).

Il-veloċità lineari, f'cm/s tingħata b' L/tM, fejn L huwa t-tul tal-kolonna, f'centimetri, u tM huwa l-hin, f'sekondi, mkejjel bil-kronometru.

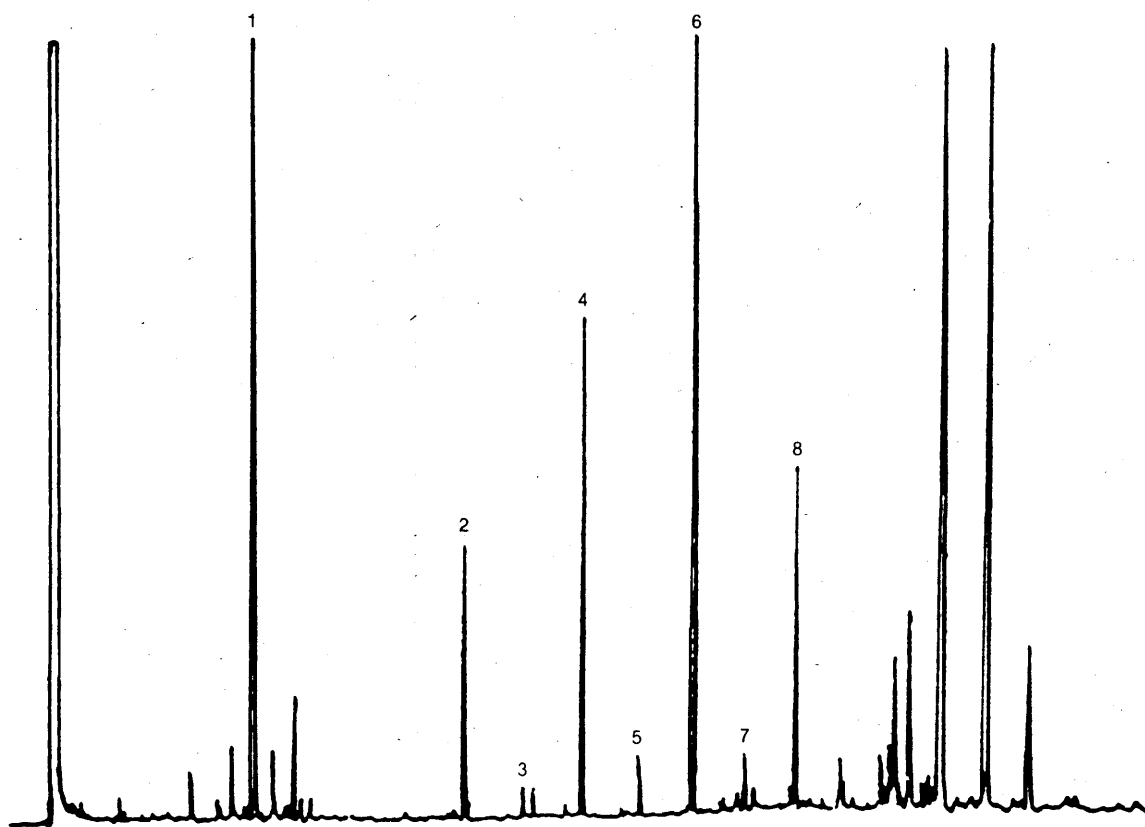


Figura 1 Kromatogramma tal-frazzjoni alkoholika ta' żejt vergni taż-żebuga.

1 = Eicosanol (SI)

2 = Docosanol,

3 = Tricosanol,

4 = Tetracosanol,

5 = Pentacosanol,

6 = Hexacosanol,

7 = Heptacosanol,

8 = Octacosanol.

L-ANNESS V

DETERMINAZZJONI TAL-KOMPOŻIZZJONI U L-KONTENUT TA' STEROLI BIL-KROMATOGRFIJA TAL-KOLONNA KAPILLARI TAL-GASS**1. SKOP**

Il-metodu jiddeskrivi proċedura għad-determinazzjoni ta' kontenut ta' steroli individwali u totali ta' sostanzi grassi.

2. PRINĊIPJU TAL-METODU

Is-sostanza grassa, bil- β -cholestanol miżjud b'hala *standard* intern, tiġi ssapunifikata bl-idrossidu tal-potassju f'soluzzjoni etanolika u s-sostanzi li ma jistghux jiġu saponifikati jiġu estratti eteru tal-etill.

Il-frazzjoni tal-isteroli tiġi mifruda mill-estratt li ma jistax jiġi ssapunifikat bil-kromatografija fuq pjanċa tal-ġell tas-silika bażika. L-isteroli rkuprati mill-ġell tas-silika jiġu ttrasformati f' eteri tat-trimethyl-silyl u dawn jiġu analizzati bil-kromatografija ta' kolonna kapillari tal-gass.

3. APPARAT

3.1. Flask ta' 250ml b'kondensur ta' rifluss b'gonot tal-ħġieġ immolati.

3.2. Njiebet ta' separazzjoni ta' 500 ml.

3.3. Flasks ta' 250 ml.

3.4. Apparat komplut għall-analizi bi kromatografija ta' saff irqiq bl-użu ta' pjanċi tal-ħġieġ 20 × 20 ċm.

3.5. Lampa ultravjola b'tul ta' mewġa ta' 366 jew 254 nm.

3.6. Mikrosiringi ta' 100 ml u 500 ml.

3.7. Filtru ċilindriku b'septum poruż G3 (porożità 15 sa 40 μ m) ta' djametru ta' bejn wiehed u iehor 2 ċm u fond ta' xi 5 cm, bi tqabbid xieraq għall-filtrazzjoni taht vakwu u ġonta tat-tip male 12/21 tal-ħġieġ immolat.

3.8. Flask vakwu koniku ta' 50 ml b'ġonta tat-tip female 12/21 ta' ħġieġ immolat li tista' titwahhal fuq il-lembut filtru (3.7).

3.9. Tubu tat-testijiet tal-ħġieġ ta' 10 ml. b'bażi ġeja għax-xejn għax-xejn u tapp li jissigilla.

3.10. Kromatografija tal-gass addattata sabiex tintuża ma' kolonna kapillari, ipprovduta b'sistema li tifred magħmula minn:

3.10.1. kompartiment termostatiku għall-kolonni li jifilhu jżommu t-temperatura mixtieqa bi preċiżjoni ta' ± 1 °C;

3.10.2. unità ta' vaporizzazzjoni bit-temperatura regolabbli b'element vaporizzanti tal-ħġieġ persilanizzat;

3.10.3. Didekter tal-jonizzazzjoni tal-fjamma u amplifier-converter;

3.10.4. rikorder-integrator addattat għall-użu ma' l-amplifier-converter (3.10.3) li għandu ħin ta' rispons ta' mhux aktar minn sekonda u veloċità varjabbli tal-karta.

3.11. Kolonna kapillari tal-ħġieġ jew tal-fused-silica twila 20 sa 30 m, djametru intern ta' 0,25 sa 0,32mm, miksija għal kollox b'likwidu SE-52 jew SE-54 jew ekwivalenti bi ħxuna uniformi ta' bejn 0,10 u 0,30 mm.

3.12. Mikrosiringa għall-kromatografija bil-gass ta' 10 ml b'labra iebsa.

4. REAĠENTI

4.1. Idrossidu tal-potassju, bejn wiehed u iehor soluzzjoni etanolika ta' 2 mol/L. Dewweb 130 g ta' idrossidu tal-potassju (konċentrazzjoni minima ta' 85 %), bi ksieħ f'200 ml ta' ilma ddistillat u mbagħad žid sa litru bl-etanol. Żomm is-soluzzjoni fi flieken tal-ħġieġ skuri li jagħluq sewwa.

- 4.2. Eteru tad-dietill, purità analitika.
- 4.3. Sulfat tas-sodju anidridu, purità analitika.
- 4.4. Pjanċi tal-ħgieġ miksija bill-ġell tas-silika, mingħajr indikatur fluworexxenti, bi ħxuna ta' 0,25 mm (disponibbli kummerċjalment u lesti għall-użu).
- 4.5. Idrossidu tal-potassju, soluzzjoni etanolika ta' 0,2 mol/L. Dewweb 13 g ta' idrossidu tal-potassju f'20 ml ta' ilma ddistillat u žid sa litru bl-etanol.
- 4.6. Benzene, għall-kromatografija. (Ara 5.2.2).
- 4.7. Aċetun, għall-kromatografija. (Ara 5.2.2).
- 4.8. Hexane, għall-kromatografija. (Ara 5.2.2).
- 4.9. Eteru dietill, għall-kromatografija. (Ara 5.2.2).
- 4.10. Kloroforma, purità analitika. (Ara 5.2.2).
- 4.11. Soluzzjoni ta' referenza għal kromatografija ta' saff irqiq: kolesterol jew phytosterols, soluzzjoni ta' 5 % fil-kloroforma.
- 4.12. 2,7-dichlorofluorescein, soluzzjoni etanolika ta' 0,2 %. Ġibha f'tit bażika billi żżid xi qtar ta' soluzzjoni alkoholika ta' 2 mol/L tal-idrossidu tal-potassju.
- 4.13. Pyridine anidriduża, għall-kromatografija.
- 4.14. Hexamethyl disilazane.
- 4.15. Trimethylchlorosilane.
- 4.16. Soluzzjonijiet ta' referenza ta' eteri sterol trimethylsilyl. Li għandhom jiġu mhejjija fil-hin tal-użu minn steroli jew tahlitiet puri ta' steroli minn żjut li fihom dawn l-steroli.
- 4.17. β -cholestanol, 0,2 % soluzzjoni (m/V) fil-kloroforma (*standard intern*).
- 4.18. Gass *carrier*: idroġenu u elju, purità tal-kromatografija tal-gass.
- 4.19. Gassijiet awżiljarji:
 - idroġenu, purità tal-kromatografija tal-gass,
 - arja, purità tal-kromatografija tal-gass.

5. PROCEDURA

- 5.1. Thejjija ta' materji li ma jistgħux jiġu ssaponifikati.
 - 5.1.1. Permezz tal-mikrosiringa ta' 500 μ l qiegħed fi flask ta' 250 ml, volum ta' soluzzjoni ta' β -cholestanol ta' 0,2 % fil-kloroforma (4.17) li fiha jinsab ammont ta' kolestanol li jikkorrispondi għal bejn wieħed u ieħor 10 % tal-kontenut ta' sterol tal-alikwota tal-kampjun li għandu jittiehed għad-determinazzjoni Eżempju, għal hames grammi ta' kampjun žid 500 μ l tas-soluzzjoni 0,2 % α -cholestanol fil-każ ta' xi żejt taż-żebbuġa u 1 500 μ l għaž-żjut taż-żerriegħa jew żejt taż-żebbuġa pomaca.

Evapora sa ma jinxfek f'kurrent ta' nitroġenu u mbagħad ižen bi preċiżjoni 5 g tal-kampjun xott u ffiltrat u qegħedhom fl-istess flask.

Żjut u xahmijiet mill-annimali jew hxejjex li jkun fihom kwantitajiet apprezzabbli ta' kolesterol jistgħu juru quċċata li jkollha hin ta' żamma identiku għal tal-kolestanol. Jekk jiġri dan, il-frazzjoni ta' sterol tkun trid tiġi analizzata darbtejn bi u mingħajr *standard intern*.
 - 5.1.2. Žid 50 ml ta' soluzzjoni etanolika ta' 2 mol/L tal-idrossidu tal-potassju, wahħal il-kondensur ta' rifluss u saħħan banju Marija sakemm jagħli bil-mod filwaqt li thawwad il-hin kollu bis-saħħa sas-saponifikazzjoni (s-soluzzjoni issir ċara). Kompli saħħan għal 20 minuta ohra, mbagħad žid 50 ml ta' ilma ddistillat għall-parti ta' fuq tal-kondensur, aqla' l-kondensur u kessaħ il-flask sa bejn wieħed u ieħor 30 °C.
 - 5.1.3. Ferragħ il-kontenut tal-flask b'mod kwantitattiv f'lembut ta' separazzjoni ta' 500 ml filwaqt li tlaħħlah spiss bl-ilma ddistillat, li jammonta b'kollox għal bejn wieħed u ieħor 50 ml. Žid bejn wieħed u ieħor 80 ml ta' eteru tad-dietill, hawwad bis-saħħa għal bejn wieħed u ieħor 30 sekonda u hallih joqgħod (Nota 1).

Ifred il-parti l-milwiema ta' isfel billi tiġborha ġewwa tieni lembut ta' separazzjoni. Aghmel żewġ estrazzjonijiet ohra mill-faži milwiema bl-istess mod billi tuża 60 sa 70 ml ta' eteru tad-dietill kull darba.

Nota 1. Kwalunkwe emulsjoni tista' tiġi meqruda biz-żjieda ta' kwantitajiet zġhar ta' alkohol tal-etill jew alkohol tal-metill permezz ta' sprej.

- 5.1.4. Iġbor l-estratti tal-eteru flimkien fl-lembut ta' separazzjoni u aħsel b'ilma distillat (50 ml kull darba) sakemm l-ilma tal-hasil jagħti reazzjoni newtrali.

Meta jitneħħa l-ilma tal-hasil, nixxef bis-sulfat tas-sodju anidridu u ffiltra mis-sulfat tas-sodju anidriduż ġewwa flask ta' 250 ml li jkun intiżen minn qabel, filwaqt li taħsel il-lembut u l-filtru bi kwantitajiet żgħira ta' eteru tad-dietill.

- 5.1.5. Iddistilla l-eteru sa ftit ml, u mbagħad nixxef taht vakwu ħafif jew f'kurrent ta' nitroġenu, u kompli nixxef ġewwa forn b'temperatura ta' 100 °C għal bejn wiehied u iehor kwarta, u mbagħad iżen wara li tkessah f'dessikatur.

- 5.2. Separazzjoni tal-frazzjoni tal-isterol.

- 5.2.1. Thejija tal-pjanċi bażiċi. Ghaddas il-pjanċi tal-ġell tas-silika (4.4) għal kollox fis-soluzzjoni etanolika ta' 0,2 mol/L ta' idrossidu tal-potassju (4.5) għal għaxar sekondi, mbagħad erhillhom jinxfu fi *fume cupboard* għal sagħtejn u fl-aħħar poġġihom f'forn b'temperatura 100 °C għal siegħa:

Nehhihom mill-forn u żommhom f'dessikatur tal-klorur tal-kalcju sakemm terġa tiġi b'żonnhom (il-pjanċi hekk ittrattati għandhom jintużaw fi żmien 15 il-ġurnata).

Nota 2. Meta jintużaw pjani tal-ġell tas-silika bażiċi biex tifred il-frazzjoni tal-isterol ma hemmx għalfejn tittratta dawk li ma jissaponifikawx bl-alumina. B'dan il mod il-komposti kollha ta' natura aċida (aċidi grassi u oħrajn) jinżammu fuq il-linja ta' rilevant u l-faxxa ta' steroli hija mifruda b'mod ċar mill-faxxa tal-alkohol alifatiku u triterpeni.

- 5.2.2. Qiegħed tahlita ta' 95:5 (v/v) ta' benzene/aċetub fil-kompartiment tal-iżvilupp tal-pjanċi sa fond ta' 1 cm. Jew inkella tista' tintuża tahlita ta' 65:35 (v/v) ta' hexane/eteru tal-etill. Aghlaq il-kamra b'għata xieraq u halli hom hekk għal bejn wiehied u iehor nofs siegħa sabiex jinkiseb l-ekwilibriju ta' likwidu u fwar. Jistgħu jitpoġġew strippi ta' filtri tal-karta mgħaddsa fl-eluent fuq il-wiċċ ġewwieni tal-kamra. Dan inaqqas il-hin ta' żvilupp bejn wiehied u iehor b'terz u jġib l-eluzjoni tal-komponenti aktar uniformi u regolari.

Nota 3. It-tahlita tal-iżvilupp għandha tinbidel għal kull test sabiex jinkisbu kondizzjonijiet ta' elużjoni perfettament riproduċibbli.

- 5.2.3. Hejji soluzzjoni ta' bejn wiehied u iehor 5 % ta' materji li ma jistgħux jiġu ssapunifikati (5.15) fil-kloroforma u, permezz tal-mikrosiringa ta' 100 µl, irriga pjani kromatografika (5.2.1) b'bejn wiehied u iehor 300 µl 2 cm minn tarf wiehied f'riga irqieqa u uniformi kemm jista' jkun. F'linja waħda mar-riga qiegħed 2 sa 3 ml tas-soluzzjoni ta' referenza ta' sterol (4.1.1) fuq tarf wiehied tal-pjanċa sabiex il-faxxa ta' sterol tkun tista' tiġi identifikata wara l-iżvilupp.

- 5.2.4. Qiegħed il-pjanċa fil-kamra tal-iżvilupp mhejjija kif speċifikat f' 5.2.2. It-temperatura tal-ambjent għandha tinzamm bejn 15 u 20 °C. Aghlaq minnufih il-kamra bl-ghatu u halli ssir l-elużjoni sakemm il-parti ta' quddiem tas-solvent tilhaq bejn wiehied u iehor 1 cm mit-tarf ta' fuq tal-pjanċa. Nehhi l-pjanċa mill-kamra tal-iżvilupp u evapora s-solvent f'kurrent ta' arja shuna jew billi thalli l-pjanċa għal ftit hin taht għata.

- 5.2.5. Sprejja l-pjanċa fuq fuq u b'mod uniformi bis-soluzzjoni ta' 2,7- dichlorofluoroscein. Meta l-pjanċa tiġi osservata taht dawl ultravjola, l-faxxa ta' sterol tista' tiġi identifikata billi tiġi allineata mat-tebġha miksuba mis-soluzzjoni ta' referenza. Immarka l-limiti tal-faxxa matul t-truf tal-fluorexxenza b'lapes iswed.

- 5.2.6. Permezz ta' spatula tal-metall obrox il-ġell tas-silika fil-parti mmarkata. Qiegħed il-materjal mneħħi imfar-rak fin fil-lembut filtru (3.7). Żid 10 ml ta' kloroforma shuna, hawwad bil-galbu bl-ispatula tal-metall u ffiltra taht vakwu, filwaqt li tiġbor l-iffiltrat fil-flask koniku (3.8) mwahhal mal-lembut.

Aħsel il-fdal fil-lembut tliet darbiet bl-eteru tad-dietill (bejn wiehied u iehor 10 ml kull darba) filwaqt li tiġbor l-iffiltrat fl-istess flask imwahhal mal-lembut. Evapora l-iffiltrat għal volum ta' 4 sa 5 ml, ferragħ is-soluzzjoni li tibqa' fit-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ ta' 10 ml li tkun intiżnet minn qabel, evapora sa ma tinxfef billi ssahhan bil-mod f'kurrent ħafif ta' nitroġenu, erga' zid bi ftit qtar ta' aċetun, erga' evapora sa ma jinxfef, qiegħed f'forn b'temperatura ta' 105 °C għal bejn wiehied u iehor 10 minuti u mbagħad halli hom jiksah ġewwa dessikatur u iżen.

Il-fdal li jibqa' fit-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ huwa magħmul mill-frazzjoni tal-isterol.

- 5.3. It-thejija tal-eteru trimethylsili.

- 5.3.1. Żid ir-reagent silylation, li huwa magħmul minn tahlita 9:3:1 (v/v/v) ta' pyridine/hexamethyl disilazane/trimethyl chlorosilane (Nota 4) fil-proporzjon ta' 50 µl għal kull milligramma ta' steroli fit-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ li jkun fiha l-frazzjoni tal-isterol, mingħajr ma jassorbi umdità (Nota 5).

Nota 4. Soluzzjonijiet lesti għall-użu huma disponibbli b'mod kummerċjali. Reagenti oħra ta' silanizzazzjoni bħal, per eżempju, bis-trimethylsili, acetamide tat-trifluor ɛ 1 % trimethyl chlorosilane, li għandhom jiġu dilwiti b'volum ugwali ta' pyridine anidriduż, huma disponibbli wkoll.

- 5.3.2. Sodd it-tubu tat-testijiet tal-ħġieg, hawwad bil-galbu (minghajr ma taqlibha rasha l-isfel) sakemm l-isteroli jinhallu kollha. Halliha toqghod għal mill-inqas 15-il minuta f'temperatura tal-ambjent u mbagħad iċċentrifuga għal ftit minuti. Is-soluzzjoni ċara hija lesta għall-analiżi ta' kromatografija tal-gass.

Nota 5. L-opalexxenza hafifa li tista' tiffurma hija normali u ma tikkawża ebda interferenza. Il-formazzjoni ta' tajjar abjad jew id-dehra ta' xi kulur roża huma sinjali tal-preżenza ta' umdità jew ta' deterjorament tar-reagent. Jekk dan isehħ, it-test għandu jerga' jsir.

- 5.4. Analizi bil-kromatografija tal-gass.

- 5.4.1. Operazzjonijiet preliminari, l-ippakkjar tal-kolonni.

- 5.4.1.1. Wahhal il-kolonna fil-kromatografu tal-gass, billi t-tarf tad-dhul jitwahhal ma' l-evaporatur imwahhal mas-sistema li tifred u t-tarf tal-hruġ mad-didekter.

Wettaq kontrolli ġenerali fuq l-unità tal-kromatografu tal-gass (tnixxijiet miċ-ċirkuwiti tal-gass, l-effiċjenza tad-didekter, l-effiċjenza tas-sistema ta' separazzjoni u s-sistema ta' recording, eċċ.).

- 5.4.1.2. Jekk il-kolonna tkun qegħda tintuża għall-ewwel darba huwa rrakkomandat li din tiġi soġġetta għal kondizzjonament. Għaddi kurrent hafif ta' gass minn ġewwa l-kolonna u mbagħad ixgħel l-unità ta' kromatografija tal-gass u saħħan bil-mod sa temperatura ta' mill-inqas 20 °C oghla mit-temperatura ta' operazzjoni (Nota 6). Żomm din it-temperatura għal mill-inqas sagħtejn, u mbagħad qiegħed l-unità kollha fil-kondizzjoni ta' thaddim (aġġustament tal-kurrenti u separazzjoni ta' gass, it-tqabbid tal-fjamma, ir-rabta mar-rikorder elettroniku, aġġustament tal-kompartiment (chamber) tal-kolonna, it-temperatura tad-didekter u tal-injettur, eċċ.) u mbagħad irreġistra s-sinjali b'sensittività ta' mill-inqas darbtejn akbar minn dik mah-suba għall-analiżi. Il-mogħdija tal-linja ta' bażi għandha tkun lineari, minghajr qċaċet ta' kwalunkwe tip, u ma għandhiex tohroġ minn postha.

Moviment negattiv mil-linja dritta juri tnixxija mit-tqabbid tal-kolonna; moviment pożittiv juri kondizzjonament mhux xieraq tal-kolonna.

Nota 6. It-temperatura ta' kondizzjonament għandha dejjem tkun ta' mill-inqas 20 °C inqas mit-temperatura massima speċifikata għall-fażi stazzjonarja wżata.

- 5.4.2. Għażla ta' kondizzjonijiet ta' thaddim.

- 5.4.2.1. Il-kondizzjonijiet ta' thaddim ta' linji ta' gwida huma dawn:

- temperatura tal-kolonna: 260 ± 5 °C,
- temperatura ta' l-evaporatur: 280 °C,
- temperatura tad-didekter: 290 °C,
- veloċità lineari tal-gass carrier: elju 20 sa 35 ċm/s, idroġenu 30 sa 50 ċm/s,
- proporzjon ta' separazzjoni: minn 1:50 sa 1:100,
- sensittività tal-istrument: minn 4 sa 16-il darba l-attenwazzjoni minima,
- sensittività tar-recording: 1 sa 2 mV fs,
- veloċità tal-karta: 30 sa 60 ċm/siegħa,
- ammont ta' sostanza injettata: 0,5 sa 1 µl ta' soluzzjoni TMSE.

Dawn il-kondizzjonijiet jistgħu jinbidlu fid-dawl tal-karatteristiċi tal-kromatografija tal-kolonna u tal-gass sabiex jinkisbu kromatogrammi li jissodisfaw dawn il-kondizzjonijiet:

- iż-żmien ta' żamma għal β-sitosterol għandu jkun ta' 20 ± 5 minuta,
- il-quċcata tal-campesterol għandha tkun: għaž-żejt taż-żebuga (il-kontenut medju 3 %) 15 ± 5 % tal-iskala shiha; għaž-żejt tas-sojja (kontenut medju 20 %) 80 ± 10 % tal-iskala shiha,
- l-isteroli kollha preżenti għandhom ikunu separati. Barra milli jkun mifrudin, il-qċaċet għandhom jkun wkoll maqtugħin għal kollox, i.e. il-linja tal-quċcata għandha tmur lura lejn il-linja bażi qabel ma titlaq għall-quċcata li jmiss. Iżda risoluzzjoni mhux shiha hija tollerata sakemm il-quċcata f'TRR 1,02 tkun tista' tiġi kkwantifikata permezz tal-perpendikolari.

- 5.4.3. Proċedura analitika.

- 5.4.3.1. Permezz ta' mikrosiringa ta' 10 µl hu 1 µl ta' hexane, iġbed 0,5 µl ta' arja u mbagħad 0,5 sa 1 µl tas-soluzzjoni kampjun. Għolli l-plunger tas-siringa aktar biex tiżvoġta l-labra. Niffed il-labra fil-membrana tal-injection unit u wara sekonda jew tnejn injetta malajr, u mbagħad neħhi bil-mod il-labra wara xi hames sekondi.

- 5.4.3.2. Kompli bir-recording sakemm it-TMSE tal-isteroli preżenti jiġu elużat għal kollox
Il-linja bażi għandha tkompli tissodisfa l-kondizzjonijiet meħtieġa (5.4.1.2).

- 5.4.4. Identifikazzjoni tal-quċcata.

Identifika l-qċaċet individwali fuq il-baži taż-żmien ta' żamma u bi tqabbil mat-tahlitiet ta' TMSE ta' steroli analizzati taħt l-istess kondizzjonijiet.

L-isteroli jiġu elwiti fl-ordni li ġejja: cholesterol, brassicasterol, 24-metilin cholesterol, campesterol, campestanol, stigmasterol, Δ 7-campesterol, Δ 5,23-stigmastadienol, chlerosterol, β-sitosterol, sitostanol, Δ 5-avenasterol, Δ 5,24-stigmastadienol, Δ 7-stigmastanol, Δ 7-avenasterol.

Il-hinijiet ta' żamma għas-sitosterol għal kolonni SE-52 u SE-54 jidhru f'Tabella 1.

Il-Figuri 1 u 2 juru kromatogrammi tipiċi għal xi żjut.

5.4.5. Evalwazzjoni kwantitattiva.

5.4.5.1. Ikkalkola l-arej ta' β -cholestanol u l-qċaċet ta' isterol permezz tal-integratur. Tagħtix kas tal-qċaċet għal kwalunkwe komposti li mhumiex inkluzi fost dawk elenkati fit-Tabella 1. Il-koeffiċjent ta' rispons għal α -cholestanol għandu jkun uguali għal 1.

5.4.5.2. Ikkalkula l-koncentrazzjoni ta' kull sterol individwali f'mg/100 g ta' materjal grass kif ġej:

$$\text{sterol } x = \frac{A_x \cdot m_s \cdot 100}{A_s \cdot m}$$

fejn:

A_x = area tal-quċcata għall-isterol x , f'millimetri kwadri;

A_s = area tal-quċcata ta' α -cholestanol, f'millimetri kwadri;

m_s = piż ta' α -cholestanol miżjud, f'milligrammi;

m = piż tal-kampjun użat għad-determinazzjoni, fi grammi.

6. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI:

6.1 Irreġistra l-koncentrazzjonijiet individwali tal-isterol bħala mg/100 g ta' sostanza grassa u t-total tagħhom bħala "steroli totali".

6.2 Ikkalkola l-perċentwali ta' kull sterol individwali mill-proporzjon tal-area tal-quċcata rilevanti ma' l-arja totali tal-quċcata għall-isteroli.

$$\% \text{ ta' sterol } x = \frac{A_x}{\sum A} \cdot 100$$

fejn:

A_x = area tal-quċcata għal x ;

$\sum A$ = area totali tal-qċaċet għall-isteroli.

APPENDIĊI:

Determinazzjoni tal-veloċità lineari tal-gass

Bil-kromatografu tal-gass taht kondizzjonijiet ta' operazzjoni normali injetta 1 sa 3 μ l ta' metanu (jew propan) u kejjel il-hin li jiehu l-gass biex jgħaddi mill-kolonna mill-hin tal-injezzjoni sal-hin li fih tidher il-quċcata (t_M).

Il-veloċità lineari f'cm/s toħroġ minn L/t_M , fejn L huwa t-tul tal-kolonna f'centimetri u t_M il-hin mkejjel f'sekondi.

Tabella I

Hinijiet relattivi ta' żamma għall-isteroli

Qucċata	Identifikazzjoni		Hin relattiv ta' żamma	
			Kolonna SE 52	Kolonna SE 52
1	cholesterol	Δ -5-cholesten-3 β -ol	0,67	0,63
2	cholestanol	5 α -cholestan-3 β -ol	0,68	0,64
3	brassicasterol	[24S]- 24-methyl- Δ -5,22-cholestadien-3 β -ol	0,73	0,71
4	24-methylene-cholesterol	24-methylene- Δ -5,24-cholesten-3 β -ol	0,82	0,80
5	campesterol	[24R]- 24-methyl- Δ -5-cholesten-3 β -ol	0,83	0,81
6	campestanol	[24R]- 24-methyl-cholestan-3 β -ol	0,85	0,82
7	stigmasterol	[24R]- 24-ethyl- Δ -5,22-cholestadien-3 β -ol	0,88	0,87
8	Δ -7-campesterol	[24R]- 24-methyl- Δ -7-cholesten-3 β -ol	0,93	0,92
9	Δ -5,23-stigmastadienol	[24R, S]- 24-ethyl- Δ -5,23-cholestadien-3 β -ol	0,95	0,95
10	chlerosterol	[24S]- 24-ethyl- Δ -5,25-cholestadien-3 β -ol	0,96	0,96
11	β -sitosterol	[24R]- 24-ethyl- Δ -5-cholestan-3 β -ol	1,00	1,00
12	sitostanol	24-ethyl-cholestan-3 β -ol	1,02	1,02
13	Δ -5-avenasterol	[24Z]- 24-ethylidene-5-cholesten-3 β -ol	1,03	1,03
14	Δ -5,24-stigmastadienol	[24R, S]- 24-ethyl- Δ -5,24-cholestadien-3 β -ol	1,08	1,08
15	Δ -7-stigmastenol	[24R, S]- 24-Ethyl- Δ -7,24-cholestadien-3 β -ol	1,12	1,12
16	Δ -7-avenasterol	[24Z]- 24-ethyliden- Δ -7-cholesten-3 β -ol	1,16	1,16

Figura 1

Kromatogramma tal-gass tal-frazzjoni ta' sterol ta' xi żejt taż-żebuga mhux raffinat

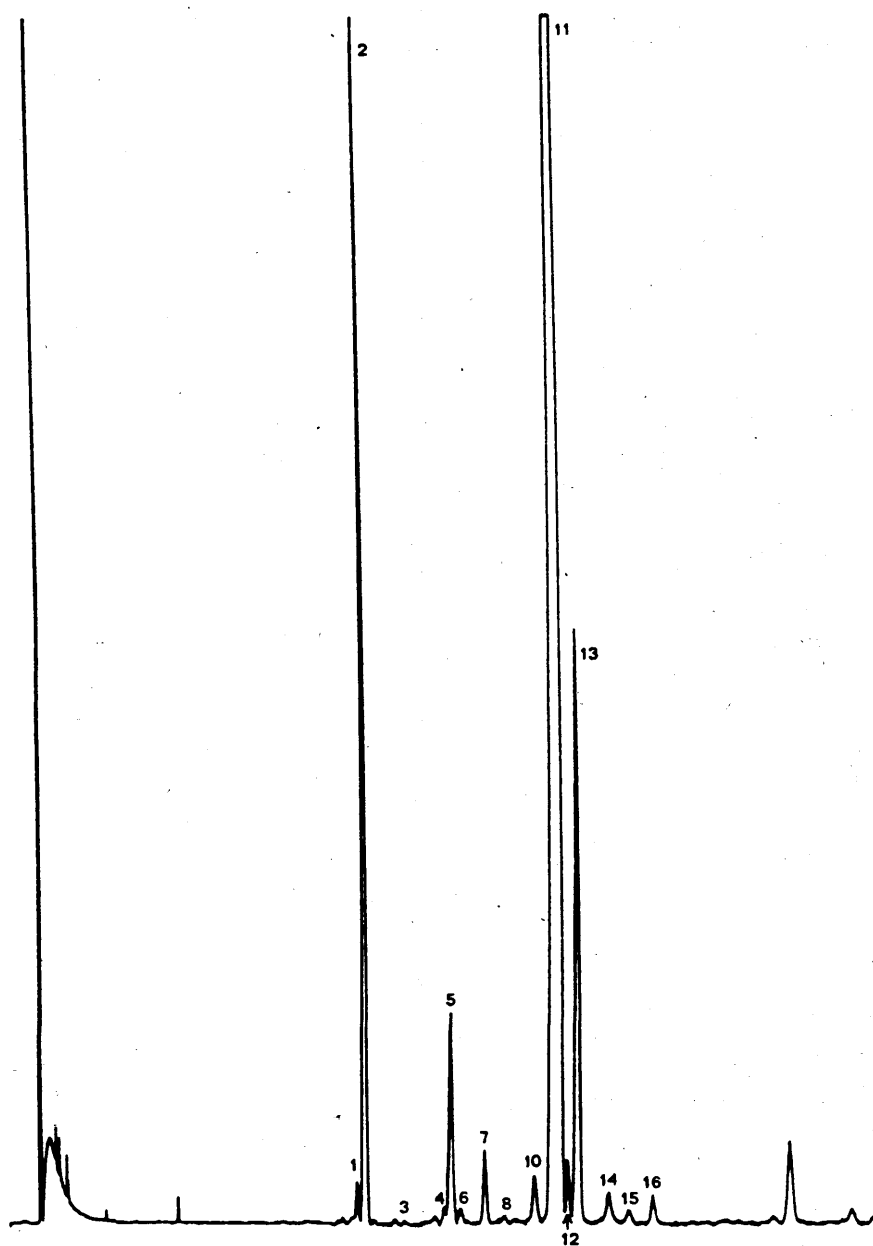
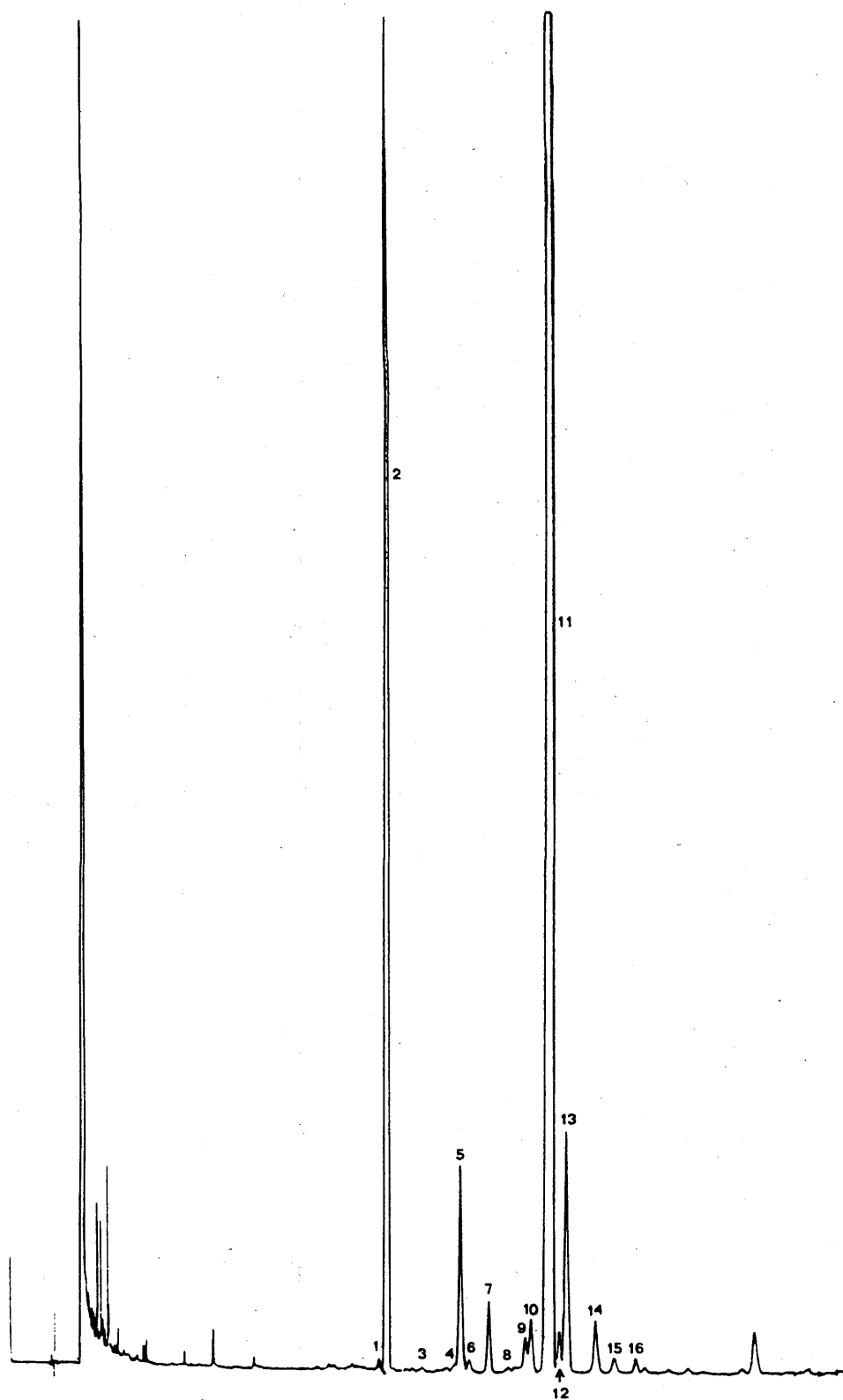


Figura 2

Kromatogramma tal-gass tal-frazzjoni ta' sterol ta' żejt taż-żebuga raffinat



L-ANNESS VI

DETERMINAZZJONI TAL-ERYTHRODIOL U UVAOL

INTRODUZZJONI

Erythrodiol (mifhum b'mod komuni bħala l-glikoli erythrodiol u uvaol flimkien) huwa kostitwent tal-frazzjoni li ma jistax jiġi ssaponifikat, karatteristika ta' xi tipi ta' sostanzi grassi. Jinsab f'koncentrazzjonijiet konsiderevolment oghla f'żejt taż-żebbuġa estratt b'solvent milli fi żjut ohra, bħal żejt taż-żebbuġa magħsur u żejt ta' żerriegħa tal-ghenba, li jinsab fiha wkoll, u għalhekk il-preżenza tiegħu tfisser preżenza ta' żejt taż-żebbuġa estratt b'solvent.

1. SKOP

Il-metodu jiddekrivi proċedura għall-iskoperta tal-erythrodiol fis-sostanzi grassi.

2. PRINĊIPJU TAL-METODU

Is-sostanza grassa tiġi ssaponifikata bl-idrossidu tal-potassju f'soluzzjoni etanolika. Il-frazzjoni mhux issaponifikata tiġi mbaġħad estratta bi l-eteru tad-dietill u msaffija billi tiġi mghoddija minn kolonna ta' alumina.

Materji li ma jistgħux jiġu ssaponifikati huma sogggetti għall-kromatografija ta' saff irqiq fuq pjanċa tal-ġell tas-silika sakemm il-faxex li jikkorrispondu għall-frazzjonijiet tal-isterol u l-erythrodiol jiġu sseparati. L-isteroli u l-erythrodiol miġbura mill-pjanċa jinbidlu f' eteri tat-trimetilsill u t-tahlita tiġi analizzata bil-kromatografija tal-gass.

Ir-riżultat jingħata bħala perċentwali ta' erythrodiol fit-tahlita ta' erythrodiol u steroli.

3. APPARAT

3.1. L-apparat deskritt f'Anness V (determinazzjoni tal-kontenut ta' steroli).

4. REAĠENTI

4.1. Ir-reaġenti deskritti f'Anness V (determinazzjoni tal-kontenut tal-isteroli).

4.2. Soluzzjoni ta' referenza ta' erythrodiol, soluzzjoni ta' 0,5 % fil-kloroforma.

5. PROĊEDURA

5.1. **Thejjiġa ta' materji li ma jistgħux jiġu ssaponifikati.**

Kif deskritt fil-paragrafu 5.1.2 t'Anness V.

5.2. **Separazzjoni tal-erythrodiol u l-isteroli.**

5.2.1. Ara l-paragrafu 5.2.1 t'Anness V.

5.2.2. Ara l-paragrafu 5.2.2 t'Anness V.

5.2.3. Hejji soluzzjoni ta' 5 % tal-materji li ma jistgħux jiġu ssaponifikati fil-kloroforma.

Bl-użu ta' mikrosiringa 0,1 ml, irriga pjanċa kromatografika b'soluzzjoni ta' 0,3 ml bejn wiehded u iehor 1,5 ċm mit-tarf t'isfel f'riga li tkun kemm jista' jkun uniformi u rqiq.

Fit-tarf tal-pjanċa qiegħed xi ftit mikrolitri mis-soluzzjonijiet ta' kolesterol u erythrodiol biex iservu bħala referenza.

5.2.4. Qiegħed il-pjanċa fil-kompartament tal-iżvilupp imhejji kif speċifikat f'5.2.1. It-temperatura tal-ambjent għandha tkun 20 °C. Minnufih għatti l-kompartament bl-ghatu u halli l-elużjoni ssir sakem il-parti ta' quddiem tas-solvent tilhaq bejn wiehded u iehor 1 ċm mit-tarf ta' fuq tal-pjanċa. Nehhi l-pjanċa mill-kamra tal-iżvilupp u evapora s-solvent f'kurrent ta' arja shuna.

5.2.5. Sprejja l-pjanċa fuq fuq u b'mod uniformi bis-soluzzjoni alkoħolika ta' 2,7- diklorofloressent. Meta l-pjanċa tiġi osservata taht daw l-ultravjola, il-faxex tal-isterol u erythrodiol jistgħu jiġu identifikati billi jiġu allineati mar-referenzi. Immarka b'tikka eżatt barra t-truf tal-fluorexxenza.

- 5.2.6. Permezz ta' spatula tal-metall obrox il-ġell tas-silika fil-postijiet mmarkati. Qiegħed il-materjal mill-pjanċa fi flask ta' 50 ml. Żid 15 ml ta' kloroforma shuna, hawwad tajjeb u ffiltra minn lembut b'diska tal-ħġieġ sinterizzat biex il-ġell tas-silika jiġi ttrasferit fil-filtru. Aħsel tliet darbiet bi kloroforma shuna (10 ml kull darba) filwqat li tiġbor l-iffiltrat fi flask ta' 100 ml. Evapora l-iffiltrat sa volum ta' 4 sa 5 ml, ferragħ ġewwa tubu tal-magna ċentrifuga bil-qiegh koniku ta' 10 ml, nixxef bis-shana bil-mod f'kurrent ta' nitroġenu u ižen.

5.3. **It-tnejn ta' eteri tat-trimethylsili.**

Kif deskritt fil-paragrafu 5.3 t'Anness V.

5.4. **Analizi bil-kromatografija tal-gass.**

Kif deskritt fil-paragrafu 5.4 tal-metodu hawn fuq. Il-kondizzjonijiet ta' thaddim tal-kromatografu tal-gass fl-analizi għandhom jkunu b'mod li jwettqu l-analizi tal-isterol u jfirdu t-TMSE mill-erythrodiol u l-uvaol.

Meta l-kampjun jkun ġie injettat, kompli bir-*recording* sakemm l-isteroli preżenti, l-erythrodiol u l-uvaol jkunu ġew imnaddfa (elużat). Imbagħad identifika l-qċaċet (il-hinijiet ta' żamma għall-erythrodiol u l-uvaol relattivi mal-b-sitosterol huma xi 1,45 u 1,55 rispettivament) u kkalkola l-areas fir-rigward tal-isteroli.

6. **ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI:**

$$\text{Erythrodiol \%} = \frac{A_1 + A_2}{A_1 + A_2 + \sum A_{\text{steroli}}} \times 100$$

fejn:

A_1 = area tal-quċċata għall-erythrodiol f'millimetri kwadri;

A_2 = area tal-quċċata għall-uvaol f'millimetri kwadri;

$\sum A_{\text{steroli}}$ = area tal-qċaċet totali għall-isteroli, f'millimetri kwadri.

Ir-riżultat jingħata sa punt decimali wieħed.

L-ANNESS VII

DETERMINAZZJONI TA' AĊIDI GRASSI FIT-2-POŻIZZJONI TA' TRIGLIĊERIDI TAŻ-ŻJUT U X-XAHMIJET

1. SKOP

Dan l-*istandard* jiddeskrivi metodu għad-determinazzjoni tal-kompożizzjoni ta' dik il-frazzjoni tal-aċidi grassi ta' xi żejt jew xaham li jiġi esterifikat fit-2-pożizzjoni (jew pożizzjoni interna) tal-glycerol.

2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-mudell huwa applikabbli għaž-żjut u x-xahmijiet li l-punt ta' tidwib tagħhom huwa taht 45 °C, minhabba l-pekuljaretajiet tal-azzjoni tal-lipazi pankreatiku.

Mhuwiex applikabbli minghajr riżerva għal żjut u xahmijiet li fihom ammonti sostanzjali ta': aċidi grassi bi 12-il atomu tal-karbonju jew anqas (ġewż tal-indja u żjut tal-ghadma tal-palma, grass tal-butir), jew aċidi grassi mhux saturati (b'aktar minn erba' bounds doppji) li fihom 20 atomu tal-karbonju jew aktar (żjut tal-hut u annimali tal-baħar), jew aċidi grassi li fihom gruppi ossigenati, għajr dak tal-grupp aċidu.

3. PRINĊIPJU

Newtralizzazzjoni possibbli ta' żjut aċidi u xahmijiet f'solvent. Tisfija bil-passaġġ minn kolonna tal-alumina.. Idrolisi parzjali tat-trigliceridi permezz tal-lipazi pancreatici matul hin determinat. Separazzjoni tal-monogliceridi ffurmati permezz ta' kromatografija ta' saff irqiq u metanolosi ta' dawn il-monogliceridi. Analizi ta' dawn l-esteri tal-metill permezz tal-kromatografija ta' gass likwidu.

4. APPARAT

- 4.1. Flask bil-qiegh tond ta' 100 ml.
- 4.2. Flask bil-qiegh tond ta' 25 ml, bil-ġonta immolata.
- 4.3. *Kondensur* tal-arja twil 1m, li joqgħod fi flask 4.2.
- 4.4. Flask koniku ta' 250 ml.
- 4.5. Buqar ta' 50 ml.
- 4.6. Lembut ta' separazzjoni ta' 500 ml.
- 4.7. Kolonna tal-gass kromatografika, djametru ta' ġewwa ta' 13 mm, twila 400 mm, mghammra b'diska u għatu ta' hġieg frittat.
- 4.8. Tubu tal-magna ċentrifuga ta' 10 ml, b'tapp tal-hġieg immolat.
- 4.9. Burette ta' 5 ml, gradata f' 0,05 ml.
- 4.10. Siringa ipodermika ta' 1 ml, b'labra irqiqa.
- 4.11. Mikrosiringa, li tferragħ qtar ta' 3 sa 4 µl.
- 4.12. Sikkina għal kromatografija ta' saff irqieq.
- 4.13. Pjanċi tal-hġieg għal kromatografija ta' saff irqieq, 20 x 20 cm
- 4.14. Tank tal-iżvilupp tal-hġieg għal kromatografija ta' saff irqiq, bl-għatu tal-hġieg immolat, xieraq għal pjanċi 20 x 20.
- 4.15. Sprej għal kromatografija ta' saff irqiq.
- 4.16. Forn irregolat f'103 ± 2 °C.
- 4.17. Termostat li tista' tirregolah bejn 30 u 45 °C sa 0,5 °C.
- 4.18. Evaporatur li jdur.
- 4.19. Xejker tal-elettriku li jivvibra, li jippermetti ċaqliq qawwi tat-tubu tal-magna ċentrifuga.
- 4.20. Lampa ultravjola għall-eżami tal-pjanċi ta' saff irqieq.

Għall-kontroll tal-attività lipaži:

- 4.21. Miter tal-pH.
- 4.22. Hawwada spirali.
- 4.23. Burette ta' 5 ml.
- 4.24. Kronometru.

Għat-tnejja possibbli tal-lipaži:

- 4.25. Hawwada tal-laboratorju, xierqa għad-tixrid u t-tahlit ta' materjali eteroġenji.
- 5. REAGENTI
- 5.1. n-hexane, jew, f'nuqqas, pitrolju ħafif (bp 30 sa 50 oC), kwalità kromatografika.
- 5.2. 2-propanol, jew etanol, 95 % (v/v), kwalità analitika tar-reagent.
- 5.3. 2-propanol, jew etanol, 1/1 soluzzjoni milwiema.
- 5.4. Eteru tad-dietill, hieles mill-perossidi.
- 5.5. Aċetun.
- 5.6. Aċidu formiku, mill-inqas 98 % (m/m).
- 5.7. Solvent tal-iżvilupp: tahlita ta' n-hexane (5.1), eteru tad-dietill (5.4) u aċidu formiku (5.6) fi proporzjonijiet 70/30/1 (v/v/v).
- 5.8. Alumina attivata għal kromatografija, newtrali, ta' grad Brockmann I.
- 5.9. Trab tas-silika, bil-kolla, ta' kwalità xierqa għal kromatografija ta' saff irqieq.
- 5.10. Lipaži pankreatiku ta' kwalità xierqa (Noti 1 u 2).
- 5.11. Idrossidu tas-sodju, 120 g/l soluzzjoni milwiema.
- 5.12. Aċidu idrokloriku, soluzzjoni milwiema ta' 6 Mol/l.
- 5.13. Klorur tal-kalċju (CaCl₂), 220 g/l soluzzjoni milwiema.
- 5.14. Sodju kolat (kwalità enzimatika), 1 g/l soluzzjoni milwiema.
- 5.15. Soluzzjoni stabbilizzanti: Soluzzjoni milwiema ta' 1 M ta' tris-hydroxymethylaminomethane Ġibha sa pH 8 billi żżid l-aċidu idrokloriku (5.12) (ikkontrolla bil-potenzjometru).
- 5.16. Phenolphthalein, soluzzjoni ta' 10 g/l f'95 % (v/v) etanol.
- 5.17. 2m, 7m-dichlorofluorescein, 2 g/l soluzzjoni f' 95 % (v/v) etanol, magħmul f'tit alkalini biż-żjeda ta' qatra ta' soluzzjoni ta' 1N tal-idrossidu tas-sodju għal kull 100 ml.

Għall-kontroll tal-attività lipaži:

- 5.18. Żejt newtralizzat.
- 5.19. Idrossidu tas-sodju, soluzzjoni ta' 0,1 M milwiema.
- 5.20. Sodju kolat (kwalità enzimatika), soluzzjoni milwiema 200 g/l.
- 5.21. Gomma tas-siġra għarbija, soluzzjoni milwiema 100 g/l.

6. THEJJJA TAL-KAMPJUN

Jekk il-kampjun ikollu acidità taht 3 %, ikkalkolata skond l-Anness II, ippurifika direttament fuq l-alumina skond 6.2.

Jekk il-kampjun ikollu acidità oġhla minn 3 %, ikkalkolata skond l-Anness II, innewtralizza bl-alkali fil-preżenza ta' solvent skond 6.1, imbagħad għaddih fuq l-alumina skond 6.2.

- 6.1. Newtralizzazzjoni bl-alkali fil-preżenza ta' solvent

Dahhal madwar 10 g ta' żejt mhux raffinat f'lembut ta' separazzjoni (4.6) u žid 100 ml ta' hexane (5.1), 50 ml ta' 2-propanol (5.2), xi f'tit qtar ta' soluzzjoni ta' phenolphthalein (5.16), u ammont mis-soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju (5.11) li jikkorrispondi għall-acidità libera taż-żejt miżjud ma' eċċess ta' 0,3 %. Hawwad bis-saħħa għal minuta, žid 50 ml ta' ilma distillat, erga' hawwad u hallih joqgħod.

Wara s-separazzjoni, nehhi s-saff t'isfel tas-sapun. Nehhi wkoll kull saff intermedju (muċilaġni, materja li ma ddubx). Aħsel is-soluzzjoni ta' hexane miż-żejt newtralizzat b'porzjonijiet suċċessivi ta' soluzzjoni ta' 25 sa 30 ml ta' 2-propanol (5.3) sakemm il-kulur roża tal-phenolphthalein jisparixxi.

Nehhi hafna mill-hexane billi tiddistilla taht vakwu fl-evaporatur li jdur (4.18), nixxef iż-żejt fi 30 sa 40 °C taht vakwu bil-ghajnuna ta' kurrent ta' nitroġenu pur sakemm il-hexane jitneħħa għal kollox.

6.2. Tisfija minn ġewwa l-alumina

Hejji sospensjoni ta' alumina attivata (5.8) f'50 ml hexane (5.1) u ferraghha, filwaqt li thawwadha, fuq il-kolonna kromatografika (4.7). Halli l-alumina toqghod b'mod uniformi u li l-livell tas-solvent jinżel sa minn 1 sa 2 mm 'il fuq mill-assorbent. Ferragh bil-galbu soluzzjoni ta' 5 g ta' żejt f'25 ml ta' hexane (5.1) fuq il-kolonna; iġbor l-effluwent kollu mill-kolonna fi flask bil-qiegħ tond (4.1).

7. Thejjija tal-panċi kromatografiċi.

Naddaf sewwa l-panċi tal-ħġieġ (4.13) bl-etanol, pitrolju hafif u aċetun biex telimina kull traċċa ta' materja grassa.

Fi flask koniku (4.4) qiegħed 30 g ta' trab tas-silika (5.9). Żid 60 ml ta' ilma ddistillat. Ghalaq u hawwad bis-saħħa għal minuta. Itrasferixxi t-tahlita insolubbli minnufih għal fuq is-sikkina (4.12) u iksi l-panċi nodfa b'saff ohxon 0,25 mm.

Nixxef il-panċi fl-arja għal 15-il minuta imbagħad għal siegħa fil-forn (4.16) fuq 103 ± 2 °C. Kessah il-panċi f'dessikatur sat-temperatura tal-kamra qabel l-użu.

Il-panċi lesti huma disponibbli fis-suq.

8. PROĊEDURA

8.1. Idrolizi bil-lipazi pankreatiku.

Fit-tubu tal-makna ċentrifuga (4.8) ižen xi 0,1 g tal-kampjun mhejji, jekk il-kampjun huwa żejt likwidu kompli direttament kif ġej.

Żid 20 mg ta' lipazi (5.15) u 2 ml tas-soluzzjoni stabbilizzanti. Hawwad sew, iżda bil-galbu, imbagħad żid 0,5 ml ta' soluzzjoni tas-sodju kolat (5.14) u 0,2 ml tas-soluzzjoni ta' klorur tal-kalċju (5.13). Aghlaq it-tubu bit-tapp immolat, hawwad bil-mod (evita li xxarrab it-tapp) u qiegħed it-tubu minnufih fit-termostad (4.17) miżmum fuq $40 \pm 0, 5$ °C u hawwad bl-idejn għal minuta eżatt.

Nehhi t-tubu mit-termostad, u hawdu sewwa permezz ta' xejker tal-elettriku (4.19) għal żewġ minuti eżatt.

Kessah taht il-vit; żid 1 ml ta' aċidu idrokloriku (5.12) u 1 ml ta' eteru tad-dietill (5.4). Poġġi t-tapp u hawwad bis-saħħa permezz ta' xejker tal-elettriku. Hallih joqghod u nehhi s-saff organiku permezz tas-siringa (4.10), jekk hemm bżonn wara li jiġi ċċentrigat.

8.2. Separazzjoni tal-monogliċeridi bil-kromatografija ta' saff irqiq

Qiegħed l-estratt fuq il-panċa kromatografika bil-mikrosiringa (4.11), xi 1,5 ċm mill-qiegħ, f'linja rqiq w uniformi, kemm jista' jkun dejqa. Qiegħed il-panċa fit-tank tal-iżvilupp issaturat sewwa (4.14) u żviluppa bis-solvent tal-iżvilupp (5.7) madwar 20 °C, sa madwar 1 ċm mit-tarf ta' fuq tal-panċa.

Nixxef il-panċa fl-arja bit-temperatura tat-tank, u sprejha bis-soluzzjoni ta' 2m, 7m- dichlorofluorescein (5.17). Identifika l-faxx ta' monoglyceride (R_f madwar 0,035) taht id-dawl ultravjola (4.20).

8.3. Analizi tal-monogliċeridi bil-kromatografija tal-gass likwidu

Nehhi l-faxx miksub f'8.2 permezz ta' spatula (evita it-tneħħija tal-komponenti li jifdal fuq il-linja bażi) u ttrasferih fil-methylation flask (4.2).

Itratta s-silika miġbura direttament bil-metodi deskritti f'Anness X B alternattivi sabiex taqleb il-monogliċeridi f'esteri tal-metill, imbagħad eżamina l-esteri bil-kromatografija tal-gass kif deskritt f'Anness X A.

9. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI:

Ikkalkula l-kompożizzjoni ta' aċidi grassi fit-2-pożizzjoni sa punt decimali wieħed (Nota 3).

10. NOTI:

Nota 1: Kontroll tal-attività tal-lipazi

Ipprepara emulsjoni taż-żejt billi thawwad tahlita ta' 165 ml tas-soluzzjoni tal-gomma tas-siġra gharbija (5.21), 15 g ta' silġ mfarrak u 20 ml ta' żejt newtralizzat (5.18) f'agitatur xieraq.

Qiegħed 10 ml fi flask (4.5) ta' din l-emulsjoni, u wara 0,3 ml tas-soluzzjoni ta' sodium cholate (5.20) u 20 ml ta' ilma ddistillat.

Qiegħed il-flask f'termostat miżmum $f'37 \pm 0, 5^{\circ}\text{C}$ (Nota 4); dahhal l-elettrodi ta' miter tal-pH (4.21) u hawwada spirali (4.22).

Permezz ta' buretta (4.23) žid is-soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju qatra qatra (5.19) sakemm il-pH isir 8,5.

Žid biżżejjed minn sospensjoni milwiema tal-lipazi (ara hawn taht). Malli il-miter tal-pH jindika pH ta' 8,3, ibda l-kronometru (4.24) u qattar is-soluzzjoni tal-idrossidu tas-sodju (5.19) b'rata li biha žżomm il-pH f'8,3. Aqra l-volum tas-soluzzjoni ta' alkali kkunsmat kull minuta.

Žomm kont tal-osservazzjonijiet taht forma ta' graff, billi tuża ċ-ċifri moqrija ta' hin bhala l-axxiżi u l-ml ta' soluzzjoni ta' alkali mehtieġa biex iżżomm il-konstant tal-pH bhala l-ordinati. Għandha tinkiseb graff lineari.

Is-sospensjoni lipazi msemmija hawn fuq hija sospensjoni fl-ilma ta' 1 f'elf (m/m). Għal kull test għandu jintuża biżżejjed minn din is-sospensjoni sabiex madwar 1 ml tas-soluzzjoni alkali tiġi kkunsmata f'madwar erba' sa hames minuti. Normalment jinhtieġu madwar 1 sa 5 mg ta' trab.

L-unità lipazi hija definita bhala l-ammont ta' enżima li jehilsu 10 μ -ekwivalenti ta' aċidu kull minuta Imbagħad l-attività A tat-trab użat, imkejjel f'unitajiet lipazi għal kull mg, tohrog bil-formula:

$$A = \frac{V \times 10}{m}$$

fejn V huwa n-numru tas-soluzzjoni tal-idrossidu tas-sodju (5.19) kkunsmat kull minuta, ikkalkolat mill-graff, m huwa l-piż f'mg, tal-porzjon tat-test tat-trab.

Nota 2: Thejijja tal-lipazi

Lipazijiet li għandhom attività lipazi sodisfaċjenti huma disponibbli kummerċjalment. Iżda huwa possibbli wkoll li jiġu ppreparati fil-laboratorju kif ġej:

Kessah 5 kg ta' frixa tal-majjal frisk sa 0°C ; nehhi l-grass solidu ta' mad-dawra u t-tessut konnettiv u kkapuljah fil-magna sakemm tikseb fluwidu f'għamla ta' pasta. Hawwad dan il-pasta bil-hawwada (4.25) għal minn erba' sa sitt siegħat bi 2,5 l ta' aċetun anidridu u qegħda fil-makna ċentrifuga. Aghsar il-fdal tliet darbiet ohra bl-istess volum ta' aċetun, imbagħad darbtejn bi 1/1 (V/V) tahlita ta' aċetun u eteru tad-dietill, u darbtejn bl—eteru tad-dietill.

Nixxef il-fdal fil-vakwu għal 48 siegħa biex tikseb trab stabbli, li għandu jiġi mahżun fil-frigġ.

Nota 3: F'kull każ, huwa ta' min li tiġi ddeterminata l-kompożizzjoni tat-total tal-aċidi grassi tal-istess kampjun, minhabba li t-tqabbil ma' dak tal-aċidi fit-2-pożizzjoni għandu jgħin fl-interpretazzjoni tal-figuri miksuba.

Nota 4: It-temperatura tal-idrolizi hija ssettjata għal 37°C , minhabba li qiegħed jintuża żejt likwidu. Iżda, tiġi ssettjata għal 40°C għall-kampjun tat-test, biex tippermetti li ssir l-eżaminazzjoni tax-xahmijiet li jdubu sa 45°C .

L-ANNESS VIII

DETERMINAZZJONI TAL-KONTENUT TAT-TRILINOLEINA

1. SKOP

Determinazzjoni tal-kompożizzjoni tat-triglicerida fiż-żjut taż-żebug f'termini tan-numru ekwivalenti ta' karbonju bil-kromatografija likwida ta' rendiment gholi.

L-metodu preżenti jiddeskrivi metodu ta' separazzjoni u determinazzjoni kwantitattiva tal-kompożizzjoni triglicerida taż-żjut tal-ħxejjex f'termini ta' piż molekulari u grad ta' nuqqas ta' saturazzjoni bhala funzjoni tan-numru ekwivalenti ta' karbonju tagħhom (ara Nota 1).

2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu huwa applikabbli għaž-żjut tal-ħxejjex kollha li fihom it-trigliceridi ta' aċidi grassi ta' katina twila. Il-metodu huwa applikabbli speċjalment għall-iskoperta tal-preżenza ta' kwantitajiet żgħar ta' żjut li qegħdin kwazi jinxfu (mimlija aċidu linoleiku) fiż-żjut tal-ħxejjex li fihom l-aċidu oleiku bhala l-aċidu grass mhux saturat l-aktar predominanti, bħal per eżempju ż-żejt taż-żebuga.

3. PRINĊIPJU

Is-separazzjoni tat-trigliceridi skond in-numru ekwivalenti ta' karbonju tagħhom permezz tal-kromatografija likwida ta' rendiment gholi (polarità ta' fażi maqluba) u interpretazzjoni tal-kromatogrammi.

4. APPARAT

4.1. Kromatografija likwida ta' rendiment gholi, li tippermetti kontroll termostatiku tal-kolonna tat-temperatura.

4.2. Unità ta' injezzjoni għal kunsinna ta' 10 µl.

4.3. *Didekter*: refrattometru differenzjali. Is-sensittività fuq skala shiħa għandha tkun tal-inqas 10-4 unità tal-indiċi ta' rifrazzjoni.

4.4. Kolonna: tubu tal-*stainless steel* twil 250 mm u ta' djametru ta' 4,5 mm, ippakkjat b'biċċiet żgħar tas-silika ta' djametru ta' 5mm b'karbonju ta' 22 sa 23 % taht forma ta' octadecylsilane (Nota 2).

4.5. *Rikorder* u/jew integratur.

5. REAĠENTI

Ir-reaġenti għandhom jkunu ta' purità analitika. Is-solventi ta' elużjoni għandu jitneħħilhom il-gass, u jistghu jiġu rriċiklati hafna drabi mingħajr effett fuq is-separazzjonijiet.

5.1. Kloroforma.

5.2. Aċetun.

5.3. Acetonitrile.

5.4. Solvent ta' elużjoni acetonitrile + aċetun (il-proporzjonijiet għandhom jiġu aġġustati biex tinkiseb is-separazzjoni mixtieqa; ibda b'tahlita 50:50).

5.5. Solvent ta' solubilizzazzjoni: aċetun jew tahlita 1:1 aċetun-kloroforma.

5.6. Trigliceridi ta' referenza: jistghu jintużaw jew trigliceridi kummerċjali (tripalmitin, trioleina, eċċ.) u l-hinijiet taż-żamma jiġu mbagħad ipplottjati skond in-numru ta' karbonju ekwivalenti, jew inkella tinkiseb kromatogramma ta' referenza miż-żejt tas-sojja (ara n-Noti 3 u 4 u l-Figuri 1 u 2).

6. THEJJJA TAL-KAMPJUNI

Tiġi mhejjja soluzzjoni ta' 5 % tal-kampjuni li għandhom jiġu analizzati billi jintiżnu $0,5 \pm 0,001$ g tal-kampjun fi flask gradat ta' 10 ml u tiġi miżjuda sa 10 ml bis-solvent stabbilizzanti (5.5).

7. PROCEDURA

- 7.1. Organizzazzjoni tas-sistema kromatografika. Ippompja solvent ta' elużjoni (5.4) b'rata ta' 1,5 ml/mm biex tnad-daf is-sistema kollha. Stenna sakemm tinkiseb linja ta' bażi stabbli.

Injetta 10 µl tal-kampjun imhejji bhal f'6.

8. KALKOLAZZJONI U ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

Uża l-metodu intern ta' standardizzazzjoni, i.e. assumi li t-total tal-arej tal-qċaċet li jikkorrispondu għall-bosta trigliċeridi huwa daqs 100 %. Ikkalkula l-perċentwali relattiva ta' kull trigliċerida billi tuża l-formula:

$$\% \text{ trigliċerida} = \frac{\text{arja tal - quċċata}}{\text{it - total tal - areas tal - qċaċet}} \times 100$$

Ir-riżultat jingħata sa punt decimali wiehed.

Nota 1. L-ordni ta' elużjoni tista' tasal għaliha billi tikkalkula n-numri ekwivalenti ta' karbonju, bosta drabi definita bil-formula $ECN = CN - 2n$, fejn CN huwa n-numru ta' karbonju u n huwa n-numru ta' bonds doppji; tista' tiġi kkalkolata b'hafna aktar preċiżjoni billi jingħata kas tal-bidu tal-bond doppju. Jekk no, n1 u n1 huma n-numri ta' bonds doppji attribwibbli għall-aċidi oleiċi, linoleiċi u linoleniċi rispettivament, in-numru ekwivalenti ta' karbonju jista' jiġi kkalkolat permezz ta' relazzjoni tal-formula:

$$ECN = CN - d_o n_o - d_1 n_1 - d_{1n} n_{1n}$$

fejn il-koeffiċjenti d_o , d_1 u d_{1n} jistgħu jiġu kkalkolati permezz tat-trigliċeridi ta' referenza. Taht il-kondizzjonijiet speċifikati f'dan il-metodu r-relazzjoni miksuba tkun qrib ta':

$$ECN = CN - (2,60 n_o) - (2,35 n_1) - (2,17 n_{1n})$$

Nota 2. Eżempji: Lichrosorb (Merck) RP18 Art 50333;

Lichrosphere jew ekwivalenti (Merck) 100 CH18 Art 50377.

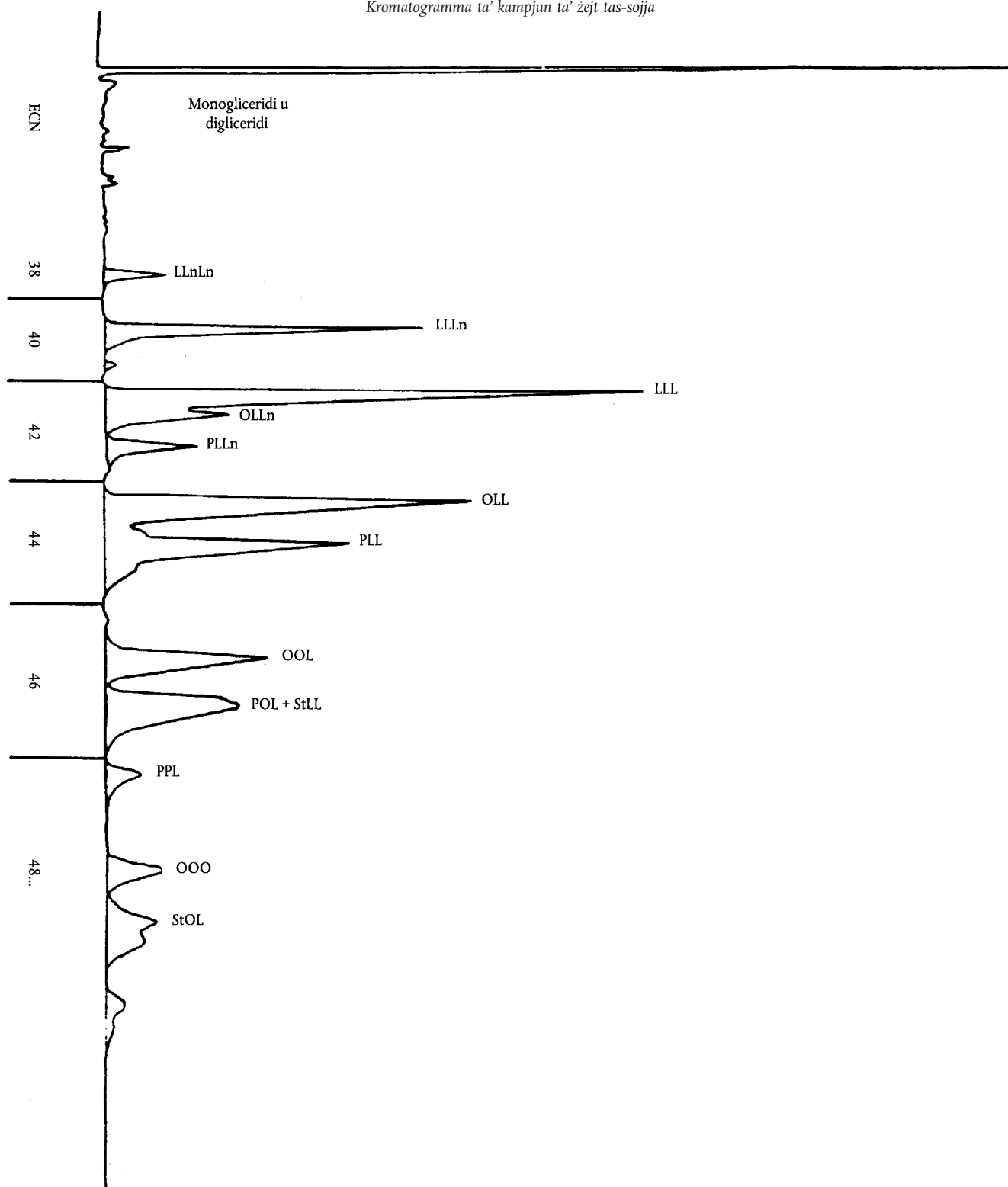
Nota 3. B'hafna trigliċeridi ta' referenza huwa wkoll possibbli li tiġi kkalkolata r-riżoluzzjoni fir-rigward tat-trioleina,

$$\alpha = RT'/RT'_{olein}$$

$$\text{bl-użu tal-hin ta' żamma mnaqqas } RT' = RT - RT_{\text{solvent}}$$

Il-graff tal-log α kontra f (numru ta' bonds doppji) jippermetti li jiġu kkalkolati l-valuri ta' żamma fir-rigward tat-trigliċeridi kollha tal-aċidi grassi li jinsabu fit-trigliċeridi ta' referenza — ara l-Figura 2.

Nota 4. L-effiċjenza tal-kolonna għandha tippermetti s-separazzjoni ċara tal-quċċata ta' trilinoleina mill-qċaċet ta' trigliċeridi b'RT qrib.

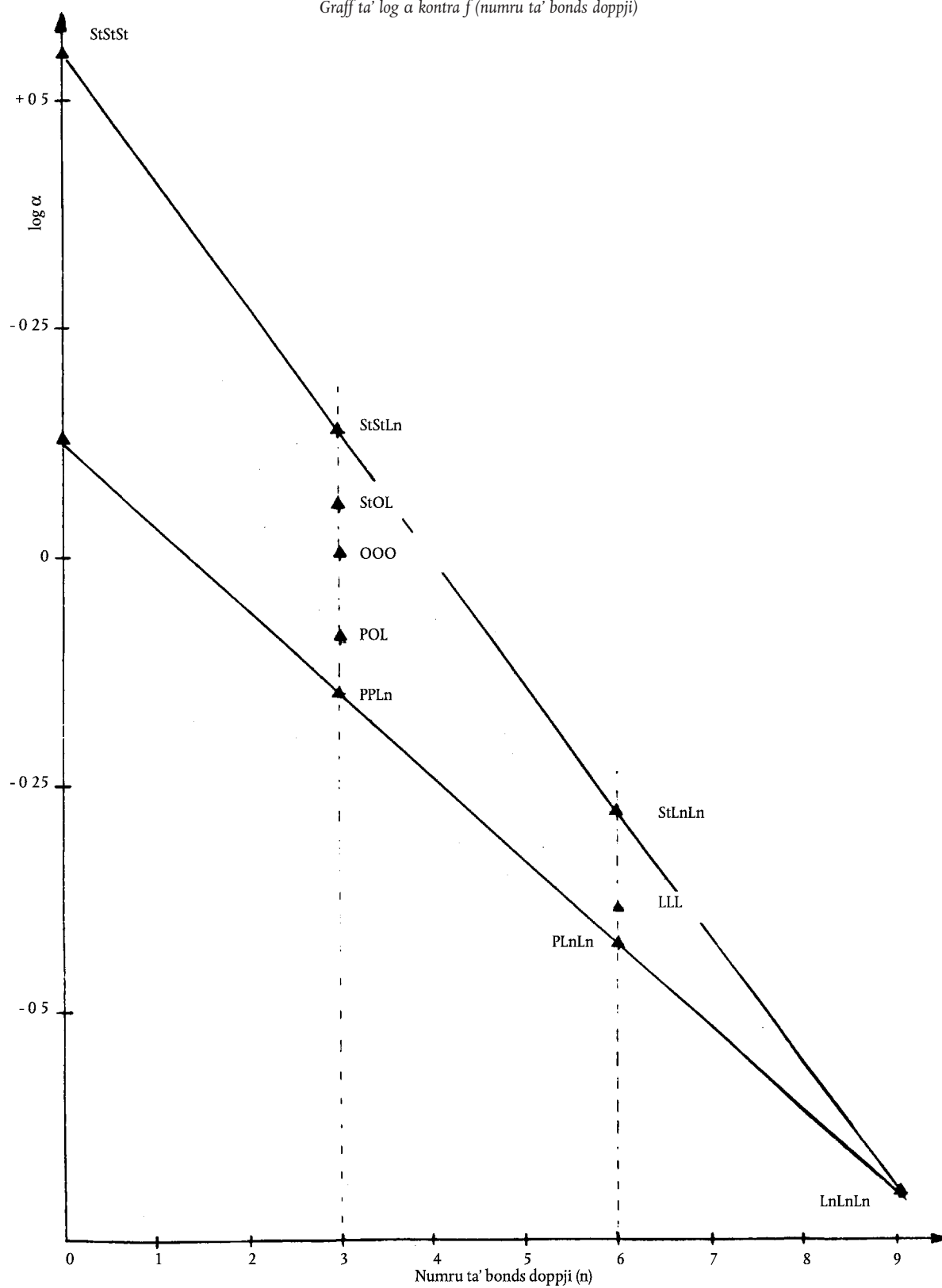
Figura 1*Kromatogramma ta' kampjun ta' żejt tas-sojja*

P = aċidu palmitiku
L = aċidu linoleiku

St = aċidu steariku
ln = aċidu linoleniku

O = aċidu oleiku

Figura 2

Graff ta' $\log \alpha$ kontra f (numru ta' bonds doppji)

La = aċidu lawriku
 St = aċidu steariku
 Ln = aċidu linoleiku

My = aċidu miristiku
 O = aċidu oleiku
 P = aċidu palmitiku

L = aċidu linoleiku

L-ANNESS IX

INVESTIGAZZJONI SPETTROFOTOMETRIKA FL-ULTRAVJOLA

DAHLA

Eżaminazzjoni spettrofotometrika fl-ultravjola tista' tipprovdi tagħrif dwar il-kwalità ta' xaham, l-istat ta' konservazzjoni u tibdiliet mwettqa fih bi proċessi teknoloġiċi.

L-assorbiment tal-wavelengths speċifikat fil-metodu huwa dovut għall-preżenza ta' sistemi konjugati ta' diene u triene. Dawn l-assorbimenti huma espressi bħala estinzjonijiet speċifiċi E1 %1 ċm (l-estinzjoni ta' soluzzjoni ta' 1 % tax-xaham fis-solvent speċifikat, fi hxuna ta' 1 ċm) konvenzjonalment indikata b'K (imsejha wkoll "koef-fiċjent ta' estinzjoni").

1. SKOP

Il-metodu jiddeskrivi l-proċedura għat-tweġtieq ta' eżaminazzjoni spettrofotometrika ta' żejt taż-żebuga fl-ultravjola.

2. PRINĊIPJU TAL-METODU

Ix-xaham imsemmi jiġi mdewweb fis-solvent meħtieġ u l-estinzjoni tas-soluzzjoni tiġi mbagħad ikkalkolata fil-wavelengths speċifikati b'referenza għal solvent pur. Estinzjonijiet speċifiċi huma kkalkolati mill-qari tal-ispettrofotometru.

3. TAGHMIR

- 3.1. Spettrofotometru biex tkejjel l-estinzjoni fl-ultravjola bejn 220 u 360 nm, bil-possibilità li taqra unitajiet nanometrici individwali.
- 3.2. Kuvetti rettangolari tal-quartz, bil-ghotjien, li għandhom tul ottiku ta' metru. Meta mimlija bl-ilma jew b'solventi ohra xierqa, il-kuvetti ma għandhomx juru xi differenza bejniethom ta' aktar minn 0,01 unitajiet ta' estinzjoni.
- 3.3. Flasks gradati ta' 25 ml.
- 3.4. Kolonna kromatografika li għandha tul ta' 450 mm u djametru ta' 35 mm b'tubu ta' hrug ta' djametru ta' madwar 10 mm.

4. REAĠENTI

- 4.1. Iso-octane spettrofotometrikament pur (2,2,4-trimethylpentan). B'referenza għall-ilma ddistillat dan għandu jkollu trasmittenza ta' mhux anqas minn 60 % fuq 220 nm u mhux anqas minn 95 % fuq 250 nm, jew
 - cyclohexane spettrofotometrikament pur: b'referenza għall-ilma ddistillat dan għandu jkollu trasmittenza ta' mhux anqas minn 40 % fuq 220 nm u mhux anqas minn 95 % fuq 250 nm, jew
 - solvent xieraq ieħor li kapaċi jholl għal kollox ix-xaham (eż. Alkoħol tal-etill għaž-żejt-ir riġnu).
- 4.2. Alumina bazika għall-kromatografija tal-kolonna mhejjija u kkontrollata kif deskritt f'Appendiċi I.
- 4.3. n-hexane, għall-kromatografija.

5. PROĊEDURA

- 5.1. Il-kampjun imsemmi għandu jkun perfettament omogenju u mingħajr suspett ta' tnigġis. Żjut li huma likwidi f'temperatura ambjentali għandhom jiġu ffiltrati mill-karta f'temperatura ta' madwar 30 °C, xahmijiet iebsin għandhom jiġu omogenizzati u ffiltrati f'temperatura ta' mhux aktar minn 10 °C il-fuq mill-punt ta' dewbin.

- 5.2. Iżen bi preċiżjoni madwar 0.25 g tal-kampjun hekk imhejji fi flask gradat ta' 25 ml, žid sal-marka bis-solvent speċifikat u omogenizza. Is-soluzzjoni miksuba għandha tkun perfettament ċara. Jekk ikun hemm opalescenza jew torbidezza ffiltra malajr mill-karta.

- 5.3. Imla kuvetta bis-soluzzjoni miksuba u kejjel l-estinzjonijiet fuq *wavelength* xieraq bejn 232 u 276 nm, billi tuża s-solvent użat bħala referenza.

Il-valuri ta' estinzjoni rrekordjati għandhom jkunu fi hdan medda ta' bejn 0,1 sa 0,8. Jekk le għandu jerga' jsir il-kejl billi jintużaw soluzzjonijiet aktar konċentrati jew aktar dilwiti kif xieraq.

- 5.4. Meta tkun tinhtiegħ determinazzjoni ta' estinzjoni speċifika wara l-mogħdija fuq l-alumina, kompli kif ġej. Qiegħed 30 g ta' alumina bażika f'sospensjoni fil-hexane fil-kolonna kromatografika. Wara li l-assorbent ikun qagħad, nehhi l-hexane żejjed sa madwar 1 ċm 'il fuq mit-tarf ta' fuq tal-alumina.

Dewweb 10 g tax-xaħam, omogenizzat u ffiltrat kif deskritt f 5.1, f'100 ml ta' hexane u ferragh is-soluzzjoni għol-kolonna. Iġbor l-elwit u evapora s-solvent kollu taħt vakwu b'temperatura taħt il- 25°C.

Kompli minnufih kif speċifikat f 5.2 filwaqt li tuża x-xaħam hekk miksub.

6. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

- 6.1. Żomm rekord tal-estinzjonijiet speċifiċi (koeffiċjenti ta' estinzjonijiet) fuq il-bosta *wavelengths* ikkalkolati kif ġej:

$$K_{\lambda} = \frac{E_{\lambda}}{c \cdot s}$$

fejn:

K_{λ} = estinzjoni speċifika fuq *wavelength* λ ;

E_{λ} = estinzjoni mkejla fuq *wavelength* λ ;

c = konċentrazzjoni tas-soluzzjoni fi g/100 ml;

s = ħxuna tal-kuvetta f'ċm.

Ir-riżultati għandhom jingħataw sa żewġ punti deċimali.

- 6.2. L-analizi spettrofotometrika taż-żejt taż-żebbuġa skond il-metodu uffiċjali fir-regolamenti tal-KEE tispeċifika d-determinazzjoni tal-estinzjoni speċifika f'soluzzjoni iso-octane fuq *wavelengths* ta' 232 u 270 nm u d-determinazzjoni K , mogħtija bi:

$$\Delta K = K_m - \frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2}$$

fejn K_m hija l-estinzjoni speċifika fuq *wavelength* m , il-*wavelength* għall-assorbiment massimu madwar 270 nm.

APPENDIĊI I

Preparazzjoni tal-alumina u l-ittestjar tal-attività tagħha

A.1.1. Preparazzjoni tal-alumina

Qiegħed l-alumina li tkun qabel giet imnixxa fil-forn f'380 sa 400 °C għal tliet sigħat f'reċipjent issigillat ermetikament, żid l-ilma ddistillat fi proporzjon ta' 5 ml kull 100 g ta' alumina, minnufih aghlaq ir-reċipjent, hawwad ripetutament, imbagħad halliha għal mill-inqas 12-il siegħa qabel tużaha.

A.1.2. Kontroll tal-attività tal-alumina

Hejji kolonna kromatografika bi 30 g ta' alumina. B'bidma kif deskritta f'paragrafu 5,4 għaddi tahlita li tkun magħmula minn:

- 95 % żejt taż-żebbuġa vergni li jkollu estinzjoni speċifika ta' inqas minn 0,18 ma' 268 nm,
- 5 % żejt tal-lewż mithun ittrat bil-hamrija fil-proċess ta' raffinar, li jkollu estinzjoni speċifika ta' mhux anqas minn 4 f'268 nm

minn ġewwa l-kolonna.

Jekk wara l-mogħdija minn ġewwa l-kolonna, it-tahlita jkollha estinzjoni speċifika ta' iżjed minn 0,11 ma' 268 nm l-alumina hija aċċettabbli, jekk le il-livell ta' tnixxif ta' ilma għandu jigi miżjud.

APPENDIĊI II

Kalibrar tal-ispettofotometru

- A.2. It-tagħmir għandu jiġi kkontrollat kultant żmien (tal-inqas kull sitt xhur) kemm għar-rispons tal-wavelength kemm għall-preċiżjoni tar-rispons.
- A.2.1. Il-wavelength jista' jiġi kkontrollat permezz ta' lampa tal-fwar tal-merkurju jew permezz ta' filtri xierqa.
- A.2.2. Sabiex tikkontrolla r-rispons tal-fotoċellula u l-fotomultiplikatur ipproċedi kif ġej: iżen 0,2000 g ta' kromat tal-potassju pur għall-ispettofotometrija u dewweb f'soluzzjoni ta' 0,05 N tal-idrossidu tal-potassju fi flask gradat ta' 1 000 ml u żid sal-marka. Hu eżattament 25 ml tas-soluzzjoni miksuba, ferragh fi flask gradat ta' 500 ml u ddilwa sal-marka billi tuża l-istess soluzzjoni ta' idrossidu tal-potassju.
- Kejjel l-estinzjoni tas-soluzzjoni hekk miksuba f'275 nm, billi tuża s-soluzzjoni ta' idrossidu tal-potassju bħala referenza. L-estinzjoni mkejjla permezz ta' kuvetta ta' 1 cm għandha tkun ta' $0,200 \pm 0,005$.
-

L-ANNESS X A

ANALIŻI BIL-KROMATOGRAFIJA TAL-GASS TA' ESTERI TAL-METILL TA' AĊIDI GRASSI

1. SKOP

Dan il-metodu jipprovdi gwida ġenerali għall-applikazzjoni tal-kromatografija tal-gass, bl-użu ta' kolonni ppakkjati jew kapillari, għad-determinazzjoni tal-kompożizzjoni kwalitattiva u kwantitattiva ta' tahlita ta' esteri tal-metill ta' aċidu grass miksuba skond il-metodu speċifikat f'Anness X B.

Dan il-metodu mhuwiex applikabbli għall-aċidi grassi polimerizzati.

2. REAĖENTI

2.1. *Gass carrier:*

Gass inerti (nitroġenu, elju, argon, idroġenu, eċċ.), imnixxef sewwa u b'kontenut ta' ossiġenu ta' inqas minn 10 mg/kg.

Nota 1. L-idroġenu, li jintuża bħala gass carrier mal-kolonni kapillari biss, jista' jirdoppja l-veloċità ta' analiżi iżda huwa perikoluż. Mezzi ta' sigurtà huma disponibbli.

2.2. **Gassijiet awżiljarji:**

2.2.1. Idroġenu (purità $\geq 99,9\%$), hieles mit-tniġġis organiku.

2.2.2. Arja jew ossiġenu, hieles mit-tniġġis organiku.

2.3. **Standard ta' riferenza**

Tahlita ta' esteri tal-metill ta' aċidi grassi puri, jew l-esteri tal-metill ta' xi grass ta' kompożizzjoni magħrufa, jekk jista' jkun jixbah lil dak tal-materja grassa li tkun trid tiġi analizzata.

Wiehed għandu joqghod attent li jimpedixxi l-ossidazzjoni ta' aċidi grassi polyunsaturati.

3. APPARAT

L-istruzzjonijiet mogħtija għandhom x'jaqsmu mat-tagħmir normali wżat għall-kromatografija tal-gass, bl-użu ta' kolonni kapillari u/jew ippakkjati u didekter ta' jonizzazzjoni tal-fjamma. Kull apparat li jipprovdi l-effiċjenza u r-riżoluzzjoni speċifikata f'4.1.2 huwa xieraq.

3.1. **Kromatografu tal-gass**

Il-kromatografu tal-gass għandu jkollu dawn l-elementi..

3.1.1. Sistema ta' injezzjoni

Juża sistema ta' injezzjoni jew:

- (a) b'kolonni ppakkjati, li jkollhom l-inqas spazju mohli possibbli (f'dan il-każ is-sistema ta' injezzjoni għandha tkun tiflaħ għas-shana sa temperatura ta' bejn 20 sa 50 °C oghla minn dik tal-kolonna); jew
- (b) b'kolonni kapillari, f'liema każ is-sistema ta' injezzjoni għandha tkun iddisinjata b'mod speċjali għall-użu ta' kolonni bħal dawn. Tista' tkun tat-tip li tifred jew tista' tkun tat-tip li ma tifridx fuq tip ta' injezzjoni tal-kolonna.

Nota 2. Fin-nuqqas ta' aċidi grassi b'inqas minn 16-il atomu ta' karbonju, jista' jintuża injettur bil-labra li tiċċaqtaq.

3.1.2. Forn

Il-forn għandu jkun jista' jsaħħan il-kolonna sa temperatura ta' mill-inqas 260 °C u li jżomm it-temperatura mixtieqa sa 1 °C b'kolonna ppakkjata u sa 0,1 °C b'kolonna kapillari. L-aħħar hteġa hija b'mod partikolari importanti meta jintuża tubu tas-silika mġongħi.

L-użu tat-tiħin bit-temperatura pprogrammata huwa rrakkomandat fil-każijiet kollha, u b'mod partikolari għall-aċidi grassi b'inqas minn 16-il atomu tal-karbonju.

3.1.3. Kolonna ppakkjata

3.1.3.1. Kolonna, mibnija minn materjal inerti għas-sostanzi li għandhom jiġu analizzati (i.e. hġieġ jew *stainless steel*) li għandha dawn id-daqsijiet:

- (a) tul: 1 sa 3 m. Għandha tintuża kolonna relattivament qasira meta jkunu preżenti aċidi grassi ta' katina twila (l fuq minn C_{20}). Meta jiġu analizzati aċidi b'4 jew 6 atomi tal-karbonju, huwa rrakkommandat li tintuża kolonna twila 2 m;
- (b) djametru intern: 2 sa 4 mm.

Nota 3. Jekk jkunu preżenti xi komponenti polyunsaturated b'aktar minn tlett bonds doppji, jistgħu jiġu dekomposti f'kolonna tal-*stainless steel*.

Nota 4. Tista' tintuża sistema b'kolonni tewmin ippakkjati.

3.1.3.2. Ippakkjar, li jinkludi l-elementi li ġejjin:

- (a) support: hamrija bid-diatomiji maħsula bl-aċidu u silanizzata, jew xi support inerti xieraq iehor b'medda dejqa ta' daqs tal-fraka (medda ta' 25 mm bejn il-limiti 125 sa 200 mm) filwaqt li d-daqs medju tal-fraka jkollu x'jaqsam mad-djametru intern u t-tul tal-kolonna;
- (b) fażi stazzjonarja: tip ta' likwidu polari polyester (e.g. diethylene glycol polysuccinate, butanediol polysuccinate, ethyleneglycol polyadipate, eċċ.) cyanosilicones jew xi likwidu iehor li jippermetti s-separazzjoni kromatografika meħtieġa (ara l-klawsola 4). Il-faži stazzjonarja għandha tkun 5 sa 20 % (m/m) tal-ippakkjar. Faži stazzjonarja mhux polari tista' tintuża għal ċerti separazzjonijiet.

3.1.3.3. Kondizzjonament tal-kolonna

Bil-kolonna mhux imqabbda mad-didekter, jekk ikun possibli, saħhan il-forn bil-mod sa 185 °C u għaddi kurrent ta' gass inerti minn ġewwa l-kolonna ppreparata ftit qabel b'rata ta' 20 sa 60 ml/min għal mill-inqas 16-il siegħa f'din it-temperatura, u għal sagħtejn ohra f'195 °C.

3.1.4. Kolonna kapillari

3.1.4.1. Tubu, magħmul minn materjal inerti għas-sostanzi li għandhom jiġu analizzati (ġeneralment hġieġ jew fused silica). Id-djametru intern għandu jkun bejn 0,2 u 0,8 mm. Il-wiċċ intern għandu jiġi trtrattat b'mod xieraq (eż. thejjiġa tal-wiċċ, disattivazzjoni) qabel ma jirċievi l-kisja tal-faži stazzjonarja. F'bosta każijiet, tul ta' 25 mm huwa biżżejjed.

3.1.4.2. Faži stazzjonarja, ġeneralment tat-tip polyglycol (poly(ethylene glycol) 20 000), polyester (butanediol polysuccinate) jew polysiloxane polari (cyanosilicones). Kolonni bonded (imsallbin) huma xierqa.

Nota 5. Hemm riskju li l-polysiloxanes polari jagħtu lok għal xi diffikultajiet fl-identifikazzjoni u s-separazzjoni tal-aċidu linoleniku u l-aċidi C_{20} .

Il-kisjiet għandhom ikunu rqaq, i.e. 0,1 sa 0,2 µm.

3.1.4.3. Assemblaġġ u kondizzjonament tal-kolonna

Hares il-prekawzjonijiet normali għall-assemblaġġ ta' kolonni kapillari, i.e. it-tqegħid tal-kolonna fil-forn (support), l-għażla u l-assemblaġġ tal-gonot (nuqqas ta' tnixxijiet), it-tqassim tat-truf tal-kolonna fl-injettur u d-didekter (tnaqis tal-ispazji mohlija). Qiegħed il-kolonna taħt kurrent ta' gass carrier (eż. 0,3 bar (30 kPa) f'każ ta' kolonna ta' tul ta' 25 mm u djametru intern ta' 0,3 mm).

Ikkondizzjona l-kolonna billi tipprogramma t-temperatura tal-forn fuq 3 °C/min mit-temperatura tal-ambjent sat-temperatura ta' 10 °C taħt il-limiti ta' dekomposizzjoni tal-faži stazzjonarja. Żomm il-forn f'din it-temperatura għal siegħa sa l-istabbilizzazzjoni tal-linja bażi. Reġġa t-temperatura għal 180 °C biex taħdem taħt kondizzjonijiet isotermiċi.

Nota 6. Kolonni kkondizzjonati minn qabel b'mod xieraq huma disponibbli kummerċjalment.

3.1.5. Didekter, jekk jista' jkun li jiflah għal tishin għal temperatura oghla minn dik tal-kolonna.

3.2. Siringa

Is-siringa għandha jkollha kapacità massima ta' 10 µl, u tkun iggradata f'divizjonijiet ta' 0,1 µl.

3.3. Rikorder

Jekk għandha tintuża l-kurva tar-rikorder biex tikkalkula l-kompożizzjoni tat-tahlita analizzata, ikun jinhtieġ rikorder elettroniku ta' preċiżjoni għolja, kompatibbli ma' l-apparat użat. Ir-rikorder għandu jkollu dawn il-karatteristiċi:

- (a) rata ta' rispons, taħt 1,5 s, jekk jista' jkun 1 s (ir-rata ta' rispons huwa l-hin meħud mill-pinna tar-rikorder biex tgħaddi minn 0 sa 90 % wara l-introduzzjoni f'daqq ta' sinjal ta' 100 %);

- (b) wisa' tal-karta, minimu ta' 20 cm;
- (ċ) velocità tal-karta, li tista' tiġi aġġustata għal bejn 0,4 u 2,5 cm/min.

3.4. Integratur

Tista' ssir determinazzjoni mġaġġla u preċiża bil-ghajnuna ta' integratur elettroniku. Dan għandu jagħti reazzjoni lineari b'sensittività adegwata, u l-korrezzjoni għad-devjazzjoni tal-linja bażi għandha tkun soddisfaċċjenti.

4. PROCEDURA

L-operazzjonijiet deskritti f'4.1 sa 4.3 huma marbutin ma' l-użu ta' didekter tal-jonizzazzjoni tal-fjamma.

Bħala alternattiva tista' tintuża kromatografija tal-gass li thaddem catharometer didekter (li jahdem fuq il-prinċipju ta' tiddil fil-konduttività termika). Il-kondizzjonijiet ta' thaddim huma mbagħad mibdula kif deskritti fi klawnsola 6.

4.1. Kondizzjonijiet tat-test

4.1.1. Għażla tal-aqwa kondizzjonijiet ta' thaddim

4.1.1.1. Kolonna ippakkjata

Fl-għażla tal-kondizzjonijiet tat-test, għandhom jitqiesu l-varjabbli li ġejjin:

- (a) it-tul u d-djometru tal-kolonna;
- (b) in-natura u l-ammont tal-fażi stazzjonarja;
- (ċ) it-temperatura tal-kolonna;
- (d) iċ-ċirkolazzjoni tal-gass *carrier*;
- (e) ir-risoluzzjoni meħtieġa;
- (f) id-daqs tal-porzjon tat-test, magħżul b'mod li l-assemblaġġ tad-*didekter* u l-elettrometru jagħti reazzjoni lineari;
- (g) it-tul ta' żmien tal-analiżi.

B'mod ġenerali, il-valuri mogħtija fit-Tabella 1 u t-Tabella 2 jwasslu għar-riżultati mixtieqa, i.e. tal-inqas 2 000 pjanċa teoretika għal kull metru ta' tul tal-kolonna għal stearat tal-metill u l-elużjoni tiegħu f'madwar 15-il minuta.

Fejn l-apparat jippermetti, l-injettur għandu jkun f'temperatura ta' madwar 200 °C u d-*didekter* f'temperatura daqs jew oghla minn dik tal-kolonna.

Bħala regola, l-proporzjon tar-rata ta' ċirkolazzjoni tal-idroġenu mġhodli lid-*didekter* ta' jonizzazzjoni tal-fjamma għal dik tal-gass *carrier* tinbidel minn 1:2 għal 1:1 skond id-djometru tal-kolonna. Iċ-ċirkolazzjoni ta' ossiġenu hija madwar 5 sa 10 darbiet dik tal-idroġenu.

Tabella 1

Dijometru intern tal-kolonna mm	Ċirkolazzjoni tal-gass <i>carrier</i> ml/mm
2	15 sa 25
3	20 sa 40
4	40 sa 60

Tabella 2

Konċentrazzjoni ta' fażi stazzjonarja % (m/m)	Temperatura tal-kolonna °C
5	175
10	180
15	185
20	185

4.1.1.2. Kolonna kapillari

Il-proprietajiet ta' effiċjenza u permeabilità tal-kolonna kapillari jfissru li s-separazzjoni bejn il-kostitwenti u t-tul ta' żmien tal-analiżi huma bil-bosta dipendenti fuq ir-rata ta' ċirkolazzjoni ta' gass carrier fil-kolonna. Ikun għalhekk meħtieġ li l-kondizzjonijiet ta' thaddim jiġu magħmula l-aħjar possibbli billi ssir azzjoni fuq dan il-parametru (jew sempliċement fuq kemm jinżel il-livell tal-kolonna), skond kemm wiehed jixtieq li jtejjeb is-separazzjoni jew li jagħmel analiżi ta' malajr.

4.1.2. Determinazzjoni tan-numru ta' pjanci teoretiċi (effiċjenza) u riżoluzzjoni (Ara Figura 1)

Wettaq l-analiżi ta' tahlita ta' stearat tal-metill u ta' oleat tal-metill fi proporzjonijiet kwazi ekwivalenti (per eżempju, esteri tal-metill mill-butir tal-kawkaw).

Aghżel it-temperatura tal-kolonna u ċ-ċirkolazzjoni ta' gass carrier sabiex tiġi rreġistrata l-oghla quċċata ta' stearat tal-metill madwar 15-il minuta wara l-quċċata tas-solvent. Uża kwantità suffiċjenti ta' tahlita ta' esteri tal-metill biex il-quċċata ta' stearat tal-metill tokkupa madwar tliet kwarti tal-iskala shiha.

Ikkalkula n-numru ta' pjanci teoretiċi, n (effiċjenza), billi tuża l-formula:

$$n = 16 \left[\frac{dr_1}{\omega_1} \right]^2$$

u r-riżoluzzjoni, R, billi tuża l-formula:

$$R = \frac{2\Delta}{\omega_1 + \omega_2}$$

fejn:

dr_1 hija d-distanza ta' żamma, f'millimetri, mill-bidu tal-kromatogramma sa l-oghla tal-quċċata għal methyl stearate;

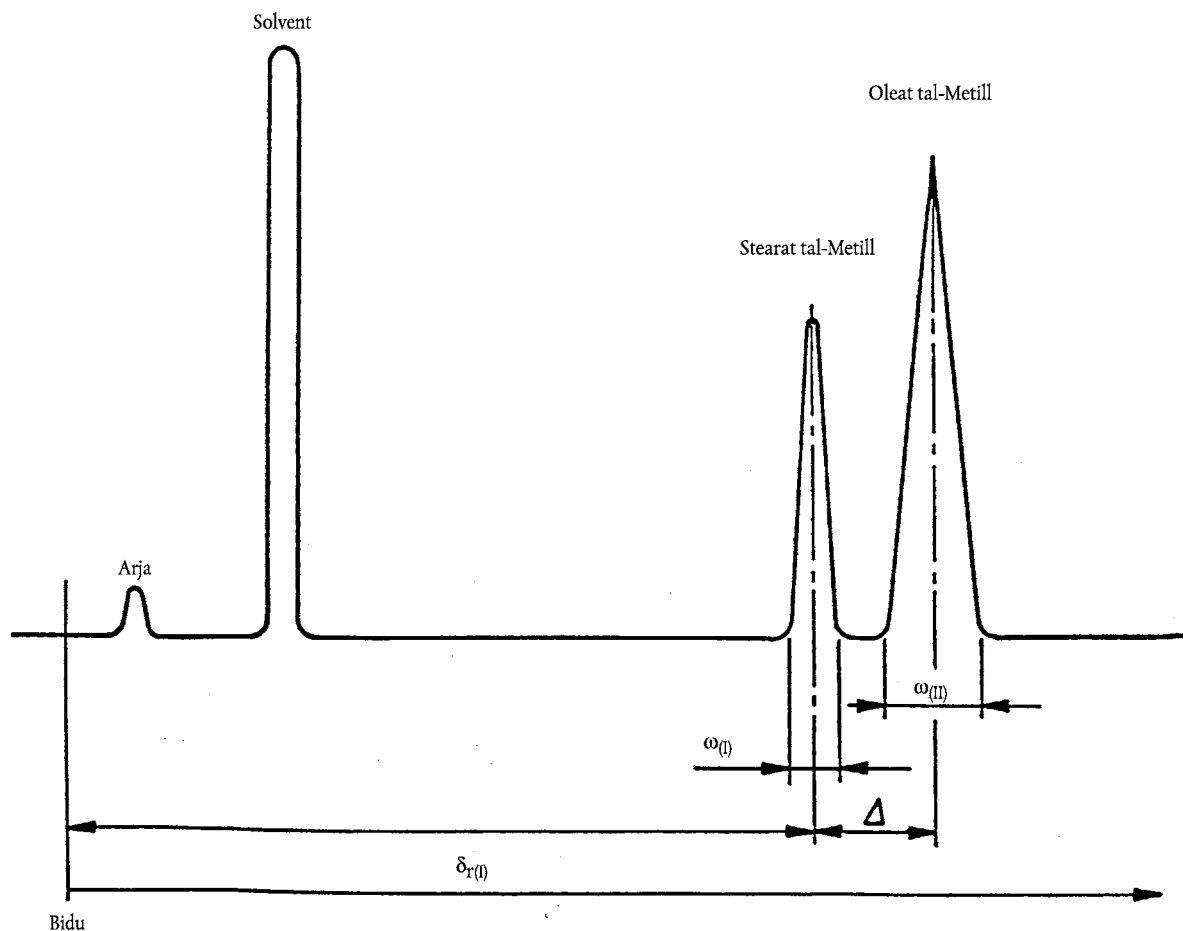
ω_1 u ω_2 huma l-wesghat, f'millimetri, tal-qċaċet għal stearat tal-metillu methyl oleate rispettivament, mkejla bejn il-ponot ta' intersezzjoni tat-tangenti mal-ponot ta' inflessjoni tal-kurva mal-linja bażi;

Δ hija d-distanza, f'millimetri, bejn l-oghla qċaċet tal-stearat tal-metillu l-methyl oleate.

Il-kondizzjonijiet ta' thaddim li għandhom jintgħazlu huma dawk li jifilhu għal mill-inqas 2 000 pjanca teoretika għal kull metru ta' tul ta' kolonna għal stearat tal-metill u riżoluzzjoni ta' mill-inqas 1,25.

Figura 1

Kromatogramma għad-determinazzjoni tan-numru ta' pjanċi teoretici (effiċjenza) u riżoluzzjoni.



4.2. Porzjon tat-test

Bl-użu tas-siringa (3.2) hu 0,1 sa 2 μ l tas-soluzzjoni ta' esterji tal-metill mhejjija skond l-Anness X B u injetthom għewwa l-kolonna.

Fil-każ ta' esterji mhux f'soluzzjoni, hejji soluzzjoni ta' madwar 100 mg/ml fl-eptan ta' kwalità kromatografika, u injetta 0,1 sa 1 ml minn din is-soluzzjoni.

Jekk l-analiżi hija għall-kostitwenti preżenti biss f'ammonti ta' traċċi, d-daqs tal-porzjon tat-test jista' jiż-
died (sa 10 darbiet).

4.3. Analizi

Ġeneralment, il-kondizzjonijiet ta' thaddim għandhom jkunu dawk definiti f'4.1.1.

Madanakollu, huwa possibbli li taħdem b'temperatura tal-kolonna aktar baxxa meta tkun mehtieġa d-determinazzjoni ta' aċidi grassi b'inqas minn 12-il atomu tal-karbonju, jew b'temperatura oghla meta jiġu kkalkolati aċidi grassi b'aktar minn 20 atomu tal-karbonju. Xi kultant, huwa possibbli li tuża programmazzjoni ta' temperatura fiż-żewġ każijiet. Bħala eżempju, jekk il-kampjun fih il-esterji tal-metill ta' aċidi grassi b'anqas minn 12-il atomu tal-karbonju, injetta l-kampjun b'temperatura ta' 100 °C (jew 50 sa 60 °C jekk hemm l-aċidu butiriku) u għolli minnufih it-temperatura b'rata ta' 4 sa 8 °C/min sa l-aqwa kondizzjoni. F'ċerti każijiet, iż-żewġ proċeduri jistgħu jiġu maqgħudin flimkien.

Wara s-shana pprogrammata, kompli bl-elużjoni b'temperatura kostanti sakemm il-komponenti jiġu elwiti. Jekk l-istrument ma għandux shana pprogrammata, użah f' żewġ temperaturi fissi bejn 100 u 195 °C.

Jekk ikun hemm bżonn, huwa rrakkomandat li ssir analiżi fuq żewġ fażijiet fissi b'polaritajiet differenti biex tivverifika n-nuqqas ta' qċaet mohbija, per eżempju fil-każ tal-preżenza simultanja ta' C18:3 u C20:0, jew C18:3 u C18:2 konjugati.

4.4. Thejġija tal-kromatogramma ta' referenza u l-graffs ta' referenza

Analizza t-tahlita *standard* ta' referenza (2.3) billi tuża l-istess kondizzjonijiet ta' thaddim li ntużaw għall-kampjun, u kejjel il-hinijiet ta' żamma jew id-distanzi ta' żamma għall-aċidi grassi kostitwenti. Ibni fuq karta semi-logaritmika, għal kull grad ta' nuqqas ta' saturazzjoni, il-graffs li juru l-logaritmu taż-żmien jew distanza ta' żamma bħala funzjoni tan-numru ta' atomi tal-karbonju. F'kondizzjonijiet isotermali, l-graffs għall-aċidi ta' katini dritti tal-istess grad ta' nuqqas ta' saturazzjoni għandhom ikunu linji dritti. Dawn il-linji għandhom ikunu bejn wiehded u iehor paralleli.

Jehtieg li jiġu evitati kondizzjonijiet b'tali mod li jeżistu "qċaċet moħbija", i.e. fejn ir-riżoluzzjoni mhix biż-żejjed sabiex tifred iż-żewġ kostitwenti.

5. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI:

5.1. Analizi kwalitattiva

Identifika l-qċaċet ta' esteri tal-metill għall-kampjun mill-graffs imhejġija f'4,4, jekk mehtieg permezz ta' interpolazzjoni.

5.2. Analizi kwantitattiva

5.2.1. Determinazzjoni tal-kompożizzjoni

Għajr f'każijiet eċċezzjonali, uża l-metodu ta' normalizzazzjoni interna, i.e. assumi li l-komponenti kollha tal-kampjun huma rrappreżentati fuq il-kromatogramma, sabiex it-total ta' areas taht il-qċaċet jirrappreżenta 100 % tal-kostitwenti (elużjoni totali)

Jekk it-tagħmir jinkludi integrator, uża l-figuri miksubin minnu. Jekk le, ikkalkula l-area taht kull quċċata billi tikkalkula l-perċentwali rrappreżentati mill-area tal-quċċata li tikkorrispondi relattiva għat-total tal-arej tal-qċaċet kollha, billi tuża l-formula li ġejja:

5.2.2. Metodu ta' determinazzjoni

5.2.2.1. Każ ġenerali

Ikkalkula l-kontenut ta' komponent partikolari i, imfissra bħala perċentwali skond il-piż tal-esteri tal-metill, billi tikkalkula l-perċentwali rrappreżentati mill-area tal-quċċata li tikkorrispondi relattiva għat-total tal-arej tal-qċaċet kollha, billi tuża l-formula li ġejja:

$$\frac{A_i}{\sum A} \times 100$$

fejn:

A_i hija l-area taht il-quċċata li tikkorrispondi għall-komponent i;

$\sum A$ hija s-somma tal-area taht il-qċaċet kollha.

Agħti r-riżultat sa punt deċimali wiehed.

Nota 7: F'dan il-każ ġenerali, ir-riżultat tad-determinazzjoni bbażat fuq arej relattivi huwa kkunsidrat li jirrappreżenta perċentwali bil-piż. Għall-każijiet li fihom din l-ipoteżi mhix permessa, ara 5.2.2.2.

5.2.2.2. Użu ta' fatturi ta' korrezzjoni

F'ċerti każijiet, per eżempju fil-preżenza ta' aċidi grassi b'inqas minn tminn atomi tal-karbonju jew ta' aċidi bi gruppi sekondarji, meta jintużaw *didekters* ta' konduttività termali jew fejn huwa mehtieg l-oghla grad ta' preċiżjoni, għandhom jintużaw fatturi ta' korrezzjoni sabiex jinbidlu l-perċentwali tal-arej tal-qċaċet f'perċentwali tal-piż tal-komponent i.

Ikkalkula l-fatturi ta' korrezzjoni bil-ghajnuna ta' kromatogramma miksuba mill-analizi ta' tahlita ta' referenza ta' esteri tal-metill ta' kompożizzjoni magħrufa, mwettqa taht kondizzjonijiet ta' thaddim identici għal dawk użati għall-kampjun.

Għal din it-tahlita ta' referenza, il-perċentwali bil-piż tal-komponent i tingħata bil-formula:

$$\frac{m_i}{\sum m} \times 100$$

fejn:

m_i huwa l-piż tal-komponenti fit-tahlita ta' referenza;

$\sum m$ hija it-total tal-piż tal-bosta komponenti tat-tahlita ta' referenza.

Mill-kromatogramma tat-tahlita ta' referenza (4.4) ikkalkola l-perċentwali (area/area) għal komponent i kif ġej:

$$\frac{A_i}{\sum A} \times 100$$

fejn:

A_i hija l-area taht il-quċċata li tikkorrispondi għall-komponent i ;

$\sum A$ hija t-total tal-arja taht il-qċaċet kollha.

Il-fattur ta' korrezzjoni jiġi mbagħad ikkalkolat bħala:

$$K_i = \frac{m_i \times \sum A}{A_i \times \sum m}$$

B'mod komuni, il-fatturi ta' korrezzjoni huma espressi fir-rigward ta' K_{C16} , biex b'hekk il-fatturi relattivi jsiru:

$$K'_i = \frac{K_i}{K_{C16}}$$

Għall-kampjun, il-kontenut ta' kull komponenti i , espress bħala perċentwali bil-piż tal-esteri tal-metill, huwa:

$$\frac{K'_i \times A_i}{\sum (K'_i \times A_i)} \times 100$$

Agħti r-riżultati sa punt decimali wiehed.

5.2.2.3. Użu ta' *standard* intern

F'ċerti analiżi (per eżempju meta mhux l-aċidi grassi kollha huma kkwantifikati, bħal meta xi aċidi b'erba' jew sitt karbonji huma preżenti flimkien ma' aċidi b'16 u 18-il karbonju, jew meta jehtieg tikkalkola l-ammont assolut ta' xi aċidu grass f'kampjun) għandu jiġi wżat l-*Istandard* Intern. Spiss jintużaw aċidi grassi b'hamsa, 15 jew 17-il karbonju. Il-fattur ta' korrezzjoni (jekk jkun hemm) għall-*Istandard* Intern għandu jiġi kkalkolat.

Il-perċentwali bil-piż tal-komponent i , imfisser bħala esteri tal-metill, tingħata bil-formula:

$$\frac{m_s \times K'_i \times A_i}{m \times K'_s \times A_s} \times 100$$

fejn:

A_i hija l-area taht il-quċċata li tikkorrispondi mal-komponenti i ;

A_s hija l-area taht il-quċċata li tikkorrispondi ma' l-*Istandard* Intern;

K_{C1} huwa l-fattur ta' korrezzjoni għall-komponent i (relattiv għall- K_{C1});

K_{C16} huwa l-fattur ta' korrezzjoni għall-*Istandard* Intern (relattiv għall- K_{C16});

m huwa l-piż, f'milligrammi, tal-porzjon tat-test;

m_s huwa l-piż, f'milligrammi, tal-*Istandard* Intern;

Agħti r-riżultati sa punt decimali wiehed.

6. KAŻ SPEĊJALI — UŻU TA' *DIDEKTER* KATAROMETRU (IMHADDEM FUQ IL-PRINĊIPJU TA' TIBDIL FIL-KONDUTTIVITÀ TERMALI)

Kromatografu tal-gass li jhaddem *didekter* imhaddem fuq il-prinċipju ta' tibdil fil-konduttività termali (katarometru) jista' jintuża għad-determinazzjoni tal-kompożizzjoni kwalitattiva u kwantitattiva ta' tahlita ta' aċidi grassi ta' methyl esters. Jekk jintuża, il-kondizzjonijiet speċifikati fi klawnsola 3 u fi klawnsola 4 għandhom jinbidlu kif muri fit-Tabella 3.

Għal analiżi kwantitattiva, uża l-fatturi ta' korrezzjoni definiti f'5.2.2.2.

Tabella 3

Varjabbli	Valur/kondizzjoni
Kolonna	Tul: 2 sa 4 m Djometru intern: 4 mm
Support	Daqs tal-fraka bejn 160 u 200 µm
Koncentrazzjoni ta' fażi stazzjonarja	15 sa 25 % (m/m)
Gass carrier	Elju jew, jekk ma jkunx disponibbli, idroġenu, b'kemm jista' jkun kontenut baxx ta' ossiġenu.
Gassijiet awżiljarji	Xejn
Temperatura tal-injettur	Minn 40 sa 60 °C oghla minn dik tal-kolonna
Temperatura tal-kolonna	180 sa 200 °C
Ċirkolazzjoni tal-gass carrier	Normalment bejn 60 u 80 ml/min
Daqs tal-porzjon tat-test injettat	Normalment bejn 0,5 u 2 µl

7. RAPPORT TAT-TEST

Ir-rapport tat-test għandu jisspeċifika l-metodi wżati għat-thejjija tal-esteri tal-metillu għall-analiżi tal-kromatografija tal-gass, u r-riżultati miksuba. Għandu wkoll isemmi d-dettalji kollha ta' thaddim mhux speċifikati f'dan l-Istandard Internazzjonali, jew miqjusa b'hala mhux obbligatorji, flimkien ma' dettalji ta' xi inċidenti li setghu kellhom influwenza fuq ir-riżultati.

Ir-rapport tat-test għandu jinkludi t-tagħrif kollu mehtieġ għall-identifikazzjoni shiha tal-kampjun.

L-ANNESS X B

**THEJJJA TA' ESTERI TAL-METILL TA' AĊIDI GRASSI SKOND IT-TITOLI I U II TA' L-ANNESS VI
TAR-REGOLAMENT (KEE) NRU 72/77JEW IL-METODU DESKRITT HAWN TAHT**

DAHLA

L-ghażla tal-proċess sejra tiġi dettata mill-kompożizzjoni tal-aċidu u mill-aċidità tas-sostanza grassa eżaminata u l-analiżi ta' kromatografija tal-gass li trid titwettag.

Aktar speċifikament:

- proċessi f'kunjetti ssiġillati jew proċessi li jużaw is-sulfat tad-dimetill jistgħu jintużaw għal sostanzi grassi li fihom aċidi grassi b'anqas minn 12-il atomu tal-karbonju,
- il-proċessi ta' metanol-aċidu idrokloriku biss jew ta' sulfat tal-metill jistgħu jintużaw għal sostanzi grassi ta' aċidità oghla minn 3 %,
- proċessi li jużaw is-sodju metillat biss jew is-sulfat tad-dimetill jistgħu jintużaw għall-kejl bil-kromatografija tal-gass ta' trans-isomeri,
- il-proċess ta' metanol-hexane-aċidu sulfuriku għandu jintuża għat-thejjja tal-esteri tal-metill ta' kwantitajiet żgħir ta' sostanzi grassi mis-separazzjoni permezz ta' kromatografija ta' saff rqiq.

Il-preżenza ta' materji li ma jistgħux jiġu ssaponifikati tista' ma titqisx, sakemm din ma taqbiżx it-3 %, inkella, l-esteri tal-metill għandhom jiġu mhejjja mill-aċidi grassi.

1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Tingħata deskrizzjoni tal-hames proċessi għat-thejjja ta' ester i tal-metill minn sostanzi grassi:

- (a) bis-sodju metillat;
- (b) bis-sodju metillat f'kunjett issiġillat;
- (c) bil-metanol-aċidu idrokloriku f'kunjett issiġillat;
- (d) bis-sulfat tad-dimetill;
- (e) bil-metanol-hexane-aċidu sulfuriku.

Proċess A

2. PRINĊIPJU

Is-sostanza grassa li qegħda tiġi soġġetta għall-analiżi tissahħan taht rifluss bl-alcohol tal-metill u s-sodju metillat. Il-esteri tal-metill miksubin huma estratti bl-eteru tal-etill.

3. APPARAT

- 3.1. Flask ta' 100 ml b' kondensur ta' rifluss armat fuq il-parti ta' fuq b'tubu tas-soda lime, b'gonot tal-ħġieg immolat.
- 3.2. Tazzi tal-kejl ta' 50 ml.
- 3.3. Pipetta tal-kejl ta' 5 ml immarkata b'linji ta' 0,1 ml.
- 3.4. Njebet ta' separazzjoni ta' 250 ml.
- 3.5. Flask ta' 200 ml.

4. REAĠENTI

- 4.1. Metanol anidridu.

- 4.2. Soluzzjoni ta' madwar 1 % sodju metillat fil-metanol; din tithejja billi jiddewweb 0,34 g ta' sodju metalliku f'100 ml ta' metanol anidridu.
- 4.3. Ethyl ether.
- 4.4. Soluzzjoni ta' klorur tas-sodju ta' 10 %.
- 4.5. 40 sa 60 °C ta' *petroleum* ether.

5. PROCEDURA

- 5.1. Qieghed fil-flask ta' 100 ml 2 g tas-sostanza grassa li tkun giet mnixxa minn qabel fuq is-sulfat tas-sodju u ffiltrata. Żid 35 ml ta' metanol, wahhal il-kondensur u għalli taht rifluss għal ftit minuti.
- 5.2. Waqqaf il-proċess ta' shana, nehhi l-kondensur u žid malajr 3,5 ml ta' soluzzjoni ta' sodju metillat; erga qieghed il-kondensur u aghlli taht rifluss għal mill-inqas 3 siegħat. Il-metilazzjoni tkun lesta meta tinhall is-sostanza grassa kollha u t-tahlita ta' reaġent tkun ċara għal kollox f'temperatura tal-ambjent.
- 5.3. Kessaħ u ferragh it-tahlita ta' reaġent f'lembut ta' separazzjoni ta' 250 ml, žid 35 sa 40 ml ta' ethyl ether, 100 ml ilma u 5 sa 6 ml ta' soluzzjoni ta' 10 % ta' klorur tas-sodju. Hawwad u halli s-saffi jisseparaw. Ferragh il-faži milwiema f'lembut ieħor ta' separazzjoni u għamel estrazzjoni għal darb'oħra b'25 ml ta' ethyl ether.

Żid 50 ml ta' 40 sa 60 °C *petroleum* ether ma' l-estratti kombinati tal-ether. L-ilma jinfired u jista' jiġi mwarra.

Aħsel il-faži ta' ether tliet darbiet b'10 sa 15 ml ta' ilma, nixxef fuq is-sulfat tas-sodju u filtra mill-karta, filwaqt li tiġbor il-filtrat fi flask ta' 200 ml.

Evapora s-solvent sa 20 ml, filwaqt li ttemm il-proċess fuq banju ilma f'kurrent ta' nitoġenu pur.

Proċess B

2. PRINĊIPJU

Is-sostanza grassa li tkun qegħda tiġi soġġetta għal analiżi tiġi ttrattata bis-sodju metillat f'soluzzjoni ta' metanol, f'kunjett issiġillat, f'madwar 85 sa 90 °C.

3. APPARAT

- 3.1. Kunjett ta' hġieg b'saħħtu li jesa' madwar 5 ml (għoli 40 sa 45 mm, djametru 14 sa 16 mm).
- 3.2. Pipetta tal-kejl ta' 1 ml b'linji mmarkati kull 0,1 ml.

4. REAĠENTI

- 4.1. Soluzzjoni ta' madwar 1,5 % ta' sodju metillat fil-metanol. Din tithejja billi jiddewweb 0,50 g ta' sodju metalliku f'100 ml ta' metanol anidridu.

5. PROCEDURA

- 5.1. Qieghed fil-kunjett tal-hġieg 2 g tas-sostanza grassa, li giet imnixxa minn qabel fuq is-sulfat tas-sodju u ffiltrata. Żid 0,3 g (madwar 0,4 ml) ta' soluzzjoni ta' sodju metillat u ssiġilla l-kunjett bis-shana.
- 5.2. Aghddas il-kunjett għal sagħtejn b'temperatura ta' 85 °C sa 90 °C, filwaqt li thawwad minn hin għal hin. Il-proċess ta' esterifikazzjoni jintemm meta l-kontenut tal-kunjett jiċċara wara s-sedimentazzjoni tal-glicerina u l-fdal tar-reaġenti.
- 5.3. Kessaħ f'temperatura tal-ambjent. Iftaħ il-kunjett meta tkun wasalt biex tuża l-methyl esters. Dawn ma jehtieġux aktar trattament wara li jitqegħdu fl-apparat ta' kromatografija tal-gass.

Proċess Ċ

2. PRINĊIPJU

Is-sostanza grassa li tkun qegħda tiġi soġġetta għal analiżi tiġi ttrattata bil-metanol-aċidu idrokloriku, f'kunjett issiġillat, f'temperatura ta' 100 °C.

3. APPARAT

3.1. Kunjett ta' hġieg b'sahhtu li jesgħa madwar 5 ml (għoli 40 sa 45 mm, djametru 14 sa 16 mm).

3.2. Pipetti kkalibrati ta' 1 u 2 ml.

4. REĠENTI

4.1. Soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku f'2 % ta' metanol. Dan jithejja mill-aċidu idrokloriku gassuż u metanol anidridu (Nota 1).

4.2. Hexane għal kromatografija tal-gass.

5. PROCEDURA

5.1. Qiegħed fil-kunjett tal-hġieg 0,2 g ta' sostanza grassa, li tkun tnixxfet fuq is-sulfat tas-sodju u ffiltrata, u 2 ml ta' soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku-metanol. Issigilla l-kunjett bis-shana.

5.2. Aghddas il-kunjett f'temperatura ta' 100 °C għal 40 minuta.

5.3. Kessah il-kunjett taht il-vit, ifthu, žid 2 ml ta' ilma ddistillat u 1 ml ta' hexane. Iċċentrifuga u nehhi l-fazi tal-hexane lit kun lesta għall-użu.

Proċess D

2. PRINĊIPJU

Is-sostanza grassa li tkun qegħda tiġi soġġetta għal analizi tiġi ssapunifikata b'soluzzjoni ta' alokohol tal-metill tal-idrossidu tal-potassju, imbagħad ittrattata bis-sulfat tad-dimetill. Meta jiżdied l-aċidu idrokloriku, il-esteri tal-metill li jkunu ffurmaw jinfirdu awtomatikament. Esteri tal-metill puri ħafna jinkisbu bit-trattament sussegwenti bl-alumina.

3. APPARAT

3.1. Tubu tat-testijiet tal-hġieg b'sahhtu li jesgħa madwar 20 ml, b'tapp tal-hġieg immolat 10/19 u clips tas-sigurtà.

3.2. Kondensur ta' rifluss, b'aċċessorju tal-hġieg immolat 10/19.

3.3. Filtri tal-hġieg b'diski sintered, ta' daqs G 2, djametru 20 mm.

3.4. Tubi tat-testijiet tal-hġieg li jesgħu madwar 10 ml u b'qiegħ koniku.

3.5. Siringi ta' 1 ml u 5 ml.

4. REĠENTI

4.1. Idrossidu tal-potassju, soluzzjoni ta' 10 % fil-methyl alcohol għal kromatografija tal-gass.

4.2. Indikatur bromocresol aħdar: Soluzzjoni ta' 0,05 % fil-methyl alcohol.

4.3. Dimethyl sulphate (p = 1,335 f'temperatura ta' 15 °C).

4.4. Aċidu idrokloriku kkonċentrat (p = 1,19) dilwit f'partijiet indaqs bil-methyl alcohol għal kromatografija tal-gass.

4.5. Brockmann ossidu tal-aluminju għal kromatografija ta' assorbiment.

5. PROCEDURA

5.1. Qiegħed fit-tubu tat-testijiet tal-hġieg ta' 20 ml 2,2 ml tas-sostanza grassa, li tkun tnixxfet minn qabel fuq is-sulfat tas-sodju u li tkun giet iffiltrata. Žid 5 ml ta' soluzzjoni tal-idrossidu tal-potassju u xi ftit frak tal-quartz biex tikkontrolla l-għali. Wahħal il-kondensur ta' rifluss u saħħan fuq fjamma baxxa għal hames minuti, filwaqt li thawwadha. Is-saponifikazzjoni tintemm meta s-soluzzjoni tiċċara. Fl-aħħar, kessah taht il-vit u nehhi l-kondensur.

- 5.2. Żid żewġ qatriet mill-indikatur u, permezz ta' siringa, 1 ml ta' sulfat tad-dimetill, bil-mod. Issiġilla t-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ ermetikament u hawwad għal żewġ minuti jew tlieta, filwaqt li tgħaddas il-qiegh tat-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ f'banju ta' ilma jagħli f'intervalli spissi. Ir-reazzjoni tintemm meta l-indikatur jinbidel minn ikħal għal isfar. Fl-aħhar, kessah it-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ taħt il-vit, imbagħad iftu u žid 5ml ta' soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku metanol.
- 5.3. Wara li thawwad għal ftit sekondi, xaqleb it-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ lejn naħa u tektku bil-mod il-mod. Dan jgħin lill-esteri tal-metill jitlegħu fil-wiċċ taħt forma ta' massa żejtnija (Nota A).

Nehhi il-esteri tal-metill b'siringa, qegħdhom f'tubu tat-testijiet tal-ħġieġ b'qiegh koniku, žid il-volum ta' alumina daqs madwar ¼ tal-volum tal-esteri tal-metill esteri, hawwad u ffiltra bil-karta filtru.

Nota A. Jekk il-esteri tal-metill ma jinfirdux minn rajhom, žid 5 ml ilma fit-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ u hawwad.

Proċess E

2. PRINĊIPJU

Is-sostanza grassa li qegħda tiġi soġġetta għall-analiżi tissahħan taħt rifluss ma' l-metanol-hexane-aċidu sulfuriku. Il-esteri tal-metill miksubin huma estratti bl-eteru *petroleum*.

3. APPARAT

- 3.1. Tubu tat-testijiet tal-ħġieġ li jesa' madwar 20 ml, mghammar b'kondensur ta' rifluss tal-arja twil madwar 1m, b'gonot tal-ħġieġ immolat.
- 3.2. Pipetta gradata ta' 5 ml.
- 3.3. Lembut ta' separazzjoni ta' 50 ml.
- 3.4. Tazzi tal-kejl ta' 10 ml u 25ml.
- 3.5. Tubu tat-testijiet tal-ħġieġ b'qiegh koniku ta' 15 ml.

4. REAGENTI

- 4.1. Reaġent ta' metilazzjoni: metanol-hexane-aċidu sulfuriku konċentrat anidriduż ($p = 1,84$) fil-proporzjon ta' 75:25:1 (V/V/V).
- 4.2. 40 sa 60 °C eteru tal-*petroleum*.
- 4.3. Sulfat tas-sodju anidridu.

5. PROĊEDURA

- 5.1. Qieghed il-materjal meħud mill-pjanċa fit-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ ta' 20 ml u žid 5 ml ta' reaġent ta' metilazzjoni.
- 5.2. Wahħal il-kondensur ta' rifluss u saħħan għal 30 minuta f'banju ta' ilma jagħli (Nota 2).
- 5.3. Ferragħ b'mod kwantitattiv it-tahlita f'lembut ta' separazzjoni ta' 50 ml, bil-ghajnuna ta' 10 ml ta' ilma ddistillat u 10 ml ta' eteru tal-*petroleum*. Hawwad bis-saħħa, u halli l-fażijiet jisseparaw, nehhi l-fażi milwiema u aħsel is-saff ta' eteru darbtejn b'20 ml ta' ilma ddistillat. Žid kwantità żgħira ta' sulfat tas-sodju anidridu fil-lembut ta' separazzjoni, hawwad, hallih joqghod għal ftit minuti u ffiltra, filwaqt li tiġbor l-iffiltrat f'tubu tat-testijiet tal-ħġieġ ta' 15 ml b'qiegh koniku.

Evapora s-solvent fuq banju ta' ilma f'kurrent ta' nitroġenu.

Nota 1. Jistghu faċilment jithejju ammonti żgħar ta' aċidu idrokloriku gassuż fil-laboratorju bi spostament sempliċi mis-soluzzjoni kummerċjali ($p = 1,18$) billi tqattar aċidu sulfuriku konċentrat ($p = 1,84$). Il-gass illiberat jitnixxef faċilment billi tbaqbu minn gewwa l-aċidu sulfuriku konċentrat. Minhabba li l-aċidu idrokloriku jinxtorob malajr mill-metanol, huwa ta' min jittieħdu l-prekawzjonijiet tas-soltu fit-tidwib, eż. dahħal il-gass minn gewwa lembut żgħir maqlub rasu l-isfel bit-tarf tiegħu kemm kemm imiss il-wiċċ tal-likwidu. Jistghu jiġu ppreparati kwantitajiet kbar ta' soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku metanoliku bil-quddiem, minhabba li din iżżomm perfettament fi flixken bit-tapp tal-ħġieġ jekk mahżuna fid-dlam.

Nota 2. Biex tikkontrolla l-punt tat-tgħollija dahħal virga tal-ħġieġ fit-tubu tat-testijiet tal-ħġieġ u żomm it-temperatura tal-banju tal-ilma sa 90 °C.

L-ANNESS XI

**DETERMINAZZJONI TAL-KONTENUT TA' SOLVENTI VOLATILI ALOĠINATI FIŻ-ŻEJT
TAŻ-ŻEBBUĠA****1. METODU**

Analizi bil-kromatografija tal-gass bl-użu tat-teknika ta' spazju ta' arja.

2. TAGHMIR

2.1. Apparat ta' kromatografija tal-gass mghammar b'*electron capture* didekter (ECD).

2.2. Apparat ta' spazju ta' arja.

2.3. Kolonna tal-kromatografija tal-gass, tal-ħġieġ, twila 2 m u b'djametru ta' 2 mm, fażi stazzjonarja. OV101 10 % jew ekwivalenti, li timla hamrija kalcinata diatomea, maħsula bl-aċidu u silanizzata u ta' daqs ta' partiċella ta' malja ta' 80 sa 100.

2.4. Gass awżiljarju u *carrier*: nitroġenu għal kromatografija tal-gass, xieraq għal kxiq bil-qbid tal-elettroni.

2.5. Flasks tal-ħġieġ, 10 sa 15 ml, b'kisja ta' teflon u tapp tal-aluminju b'aċċessorju biex tidhol siringa.

2.6. Moros li jagħluq ermetikament.

2.7. Siringa tal-gass 0,5 sa 2 ml.

3. REAĠENTI

Standard: solventi aloġinati ta' grad ta' purità xieraq għal kromatografija tal-gass.

4. PROCEDURA

4.1. Iżen eżattament madwar 3g ta' żejt fi flask tal-ħġieġ (mhux biex jerga' jintuża); issiġġillah ermetikament. Qieghdu f'termostat fuq 70 °C għal siegħa. Permezz ta' siringa nehhi bil-mod 0,2 sa 0,5 ml tal-ispazju ta' arja. Injettah fil-kolonna tal-apparat ta' kromatografija tal-gass irregolat kif ġej:

— temperatura tal-injettur: 150 °C,

— temperatura tal-kolonna: 70 sa 80 °C,

— temperatura tad-didekter: 200 sa 250 °C.

Jistgħu jintużaw ukoll temperaturi ohra sakemm ir-riżultati jibqgħu ekwivalenti.

4.2. Soluzzjonijiet ta' riferenza: hejji soluzzjonijiet *standard* billi tuża żejt taż-żebbuġa raffinat mingħajr traċċa ta' solventi b'koncentrazzjonijiet li jvarjaw bejn 0,05 sa 1 ppm (mg/kg) u li jikkorrispondu għall-kontenut maħsub tal-kampjun. Is-solventi aloġinati jistgħu jiġu dilwiti bl-użu tal-pentan.

4.3. Stima kwantitattiva: ikkorrelata l-uċuħ jew l-elevazzjonijiet tal-qċaċet tal-kampjun u tas-soluzzjoni *standard* tal-koncentrazzjoni meqjusa l-eqreb. Jekk id-devjazzjoni tkun akbar minn 10 % l-analiżi trid terġa' ssir mqabbla ma' soluzzjoni ohra *standard* sakemm id-devjazzjoni tkun sa 10 %. Il-kontenut jiġi kkalkolat fuq il-bażi tal-medja tal-injezzjonijiet elementari.

4.4. Espressjoni tar-riżultati: f'ppm (mg/kg). Il-limitu ta' kxiq għall-metodu huwa ta' 0,01 mg/kg.

L-ANNESS XII

EVALWAZZJONI ORGANOLETTIKA TAŻ-ŻEJT VERĠNI TAŻ-ŻEBBUĠA

1. SKOP

L-ghan ta' dan il-metodu huwa li jiġu stabbiliti l-kriterji mehteġa biex jiġu valutati l-karatteristiċi tat-toghma taż-żejt taż-żebbuġa u biex tiġi żviluppata l-metodologija mehteġa biex isir dan.

2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Il-metodu deskritt huwa applikabbli biss għall-evalwazzjoni organolettika u l-klassifikazzjoni taż-żejt verġni taż-żebbuġa li jista' jintuża għal konsum dirett. Jilimita ruhu għal gradazzjoni taż-żejt verġni fuq skala numerika marbuta mal-perċezzjoni tal-istimuli tagħha tat-toghma, skond il-ġudizzju ta' grupp ta' dewwieqa magħżula jahdmu bħala bord.

3. VOKABULARJU ĠENERALI BAŻIKU GĦALL-ANALIŻI SENSORJA

Ara l-Kapitolu msejjah "Analizi sensorja: vokabularju ġenerali bażiku".

4. VOKABOLARJU SPECIFIKU GĦAŻ-ŻEJT TAŻ-ŻEBBUĠA

Lewż: din it-toghma tista' tidher taht żewġ forom: dik tipika tal-lewża friska jew dik partikolari tal-lewż niexef shih li wiehed jista' jitfixkilha ma' wahda ta' thassir għadu jibda. Tintieghem toghma distintiva bħala toghma warranija meta ż-żejt jibqa' f'kuntatt ma' l-ilsien u s-saqaf tal-halq. Assoċjata ma' żjut helwin li għandhom riha bla benna.

Tuffieħ: toghma ta' żejt taż-żebbuġa li jfakkar f'din il-frotta.

"Atrojado" (togħma ta' moffa): toghma karatteristika ta' żejt miksub miż-żebbuġ maħżun f'munzelli li jkun għadda minn stadju avanzat ta' fermentazzjoni.

Morra: toghma karatteristika ta' żjut miksubin minn żebbuġ aħdar jew żebbuġ li jkun qieghed jibdel kuluru. Tista' tkun xi ftit jew wisq pjaċevoli skond l-intensità tagħha.

Salmura: toghma ta' żejt magħsur minn żebbuġ li jkun ġie ppreservat fis-salmura..

ħjara: toghma prodotta meta xi żejt jiġi ppakkjat ermetikament għal żmien twil, b'mod partikolari fil-landa, u li tkun attribwita għall-formazzjoni ta' 2,6 nonadienal.

Terruża: toghma karatteristika ta' żejt miksub minn żebbuġ li jkun ingabar miksi bil-ħamrija jew tajn min-ħajr ma jkun ġie maħsul. Xi kultant din it-toghma tista' tkun akkumpanjata minn toghma niedja ta' tnaħwir.

Esparto: toghma karatteristika ta' żejt miksub minn żebbuġ magħsur fi twapet ġodda tal-esparto. It-toghma tista' tinbidel skond jekk it-twapet humiex magħmulin mill-esparto aħdar jew imnixxef.

Bla benna jew mhux qawwiya (smooth): toghma ta' żejt taż-żebbuġa li l-karatteristiċi organolettiċi tiegħu huma dgħajfa hafna minhabba t-telf tal-komponenti aromatiċi tagħhom.

Li ttieghem il-frotta: toghma li tfakkar kemm fir-riha kif ukoll fit-toghma ta' frott frisk u sabiħ maqtugħ misjur fl-aqwa tiegħu.

ħaxix aħdar: toghma karatteristika ta' ċerti żjut li jfakkruk fil-ħaxix aħdar maqtugħ frisk.

zejtnija: riha ta' żejt taż-żebbuġa estratt f'impjant li xi fdalijiet ta' *petroleum*, żift jew żejt minerali ma tneħħewx sewwa mill-makkinarju tiegħu.

Weraq aħdar (morr): toghma ta' żejt miksub minn żebbuġ aħdar iżżejjed jew żebbuġ li jkun tgħaffeg ma' weraq u zkuk.

Maħmuġa: toghma karatteristika ta' żejt miksub minn żebbuġ li jkun imtela' ħmieġ tad-dubbiena taż-żebbuġa (*Dacus oleae*).

ħarxa: sensazzjoni karatteristika ta' ċerti żjut li, meta jintieghmu, jipproduċu reazzjoni ta' stringenza fil-halq.

Tibnija: toghma karatteristika ta' ċerti żjut li tfakkrek fil-haxix xi ftit jew wisq niexef.

Imisahha jew mahruqa: toghma karatteristika taż-żjut minhabba shana żejda u/jew fit-tul waqt l-ipproċessar, b'mod partikolari meta l-pasta tiġi mħallta b'mod termali, jekk dan isir taht kondizzjonijiet mhux xierqa.

Metallika: toghma li tfakkar fil-metall. Karatteristika ta' żjut li jkunu f'kuntatt fit-tul, taht kondizzjonijiet xierqa, ma' ikel jew uċuħ tal-metall waqt it-tgħaffiġ, tahlit, għasir jew hżin.

Sediment tajni: toghma karatteristika ta' żejt miksub minn sediment ta' tikwis fi btieti u tankijiet taht l-art.

Tnawwir: umdità: toghma karatteristika ta' żjut miksubin minn frott li żviluppa fih numru kbir ta' faqqieġh u hmira, bħala riżultat ta' hażna f'munzelli, f'kondizzjonijiet umidi, għal bosta jiem.

Qadima: toghma karatteristika ta' żejt li nżamm fit-tul wisq f'reċipjenti ta' hażna. Tista' titfaċċa wkoll fi żjut li jkunu ppakkjati għal perjodu twil iżżejjed.

Fdal tal-żebbuġa: toghma karatteristika li tfakkar fit-toghma ta' fdal taż-żebbuġ.

Tapit tal-ghasir: toghma karatteristika ta' żejt miksub miż-żebbuġ li jkun ġie magħsur fi twapet mahmuġin li fihom thalla fdal iffermentat.

Mraġta: toghma karatteristika komuni għaž-żjut u x-xahmijiet kollha li jkunu għaddew minn proċess ta' awto-ossidazzjoni kkawżata minn kuntatt fit-tul ma' l-arja. Din it-toghma mhiex pjaċevoli u ma tistax titranġa.

Frott misjur: toghma ta' żejt taż-żebbuġa miksuba minn frott matur, li ġeneralment ikollu riha xi ftit bla benna u toghma helwa.

Goffa: hjiel karatteristiku f'ċerti żjut li, meta jindaqu, jipproduċu sensazzjoni fil-halq ta' xi haġa pasta magħqud.

Toghma ta' sapun: toghma li tipproduċi sensazzjoni fl-imniffsejn u fil-palat li tfakkar f'dik prodotta mis-sapun aħdar.

helwa: toghma pjaċevoli, mhux tant helwa, iżda misjuba f'żejt li fih l-attributi ta' mrar, stringenti u punġenti ma jippredominawx.

Ilma veġetali: toghma karatteristika miksuba miż-żejt bħala riżultat ta' tikwis hażin u kuntatt fit-tul ma' -ilma veġetali.

Toghma ta' nbid-hall: toghma karatteristika ta' ċerti żjut li tfakkrek fl-inbid jew fil-hall. L-aktar minhabba l-formazzjoni ta' aċidu aċetiku, aċetat tal-etil u etanol f'ammonti akbar mis-soltu fl-aroma taż-żejt taż-żebbuġa.

5. TAZZI GHAD-DEWQAN TAŻ-ŻEJT

Ara l-Kapitolu msemmi "Tazzi għad-dewqan taż-żejt".

6. KAMRA TAT-TESTIJET

Ara l-Kapitolu "Gwida għall-istallazzjoni ta' kamra tat-testijiet".

7. APPARAT

L-apparat li ġej, li huwa meħtieġ mid-dewwieq biex jagħmel xogħlu sewwa, għandu jiġi pprovdut f'kull kamra u għandu jkun disponibbli faċilment:

- tazzi (standardizzati) li jkun fihom il-kampjuni mmarkati b'kitba li tikkonsisti f'żewġ figuri magħżulin b'mod każwali jew f'żewġ figuri w ittri. Il-marki għandhom isiru b'lapes li ma jithassarx u bla riha,
- ghotjien tal-ħġieġ b'marki identiċi, sabiex jgħattu t-tazzi,
- karta ta' gradazzjoni (ara Figura 2) li fiha l-istruzzjonijiet għall-użu tagħha,
- lapses jew pinna,
- trays żgħar bit-tuffieġh imqatta,
- tazza ilma f'temperatura tal-ambjent.

8. METODOLOĠIJA

Din is-sezzjoni tistipula t-tagħrif minn qabel meħtieġ biex issir l-analiżi sensorja taż-żjut verġni taż-żebbuġa u tagħmel tentattiv biex tistandardizza l-kondotta u l-proċedura tad-dewwieqa li jiehdu sehem f'testijiet bħal dawn li għandhom jkunu jafu r-rakkomandazzjonijiet kemm ġenerali kif ukoll dawk speċifiċi tad-dewqan taż-żejt taż-żebbuġa.

8.1. Dmirijiet tal-organizzatur jew superviżur tal-bord

L-organizzatur tal-bord għandu jkun persuna mharreġ b'mod addattat, persuna li jaf l-affarijiet sewwa, li jkun espert fuq it-tipi ta' żjut li jiltaqa' magħhom matul xogħolu. Huwa l-figura ewlenija tal-bord u huwa responsabbli għall-organizzazzjoni u t-tmexxija. Għandu jlaqqa' lid-dewwieqa minn qabel sewwa u għandu jiċċara xi dubji li jista' jkollhom fir-rigward tat-twettieq tat-testijiet, iżda għandu jżomm lura milli jissuġġerilhom xi opinjoni dwar il-kampjun.

Għandu jkun responsabbli għall-inventarju tal-apparat u li jara li jiġi mnaddaf tajjeb, għat-thejjija u l-kodifikazzjoni tal-kampjuni u għal preżentazzjoni tagħhom lid-dewwieq skond l-għan xieraq tal-esperiment, kif ukoll għall-għbir u għall-ipproċessar statistiku tat-tagħrif miksub, sabiex jinkisbu l-aqwa riżultati bl-inqas sforz possibbli.

Ix-xogħol tas-superviżur tal-bord jitlob hila sensorja, metikolożità fit-thejjija tat-testijiet u t-tqassim rigoruż tagħhom, kif ukoll senġa u paċenzja fl-ippjanar u t-twettiq tat-testijiet. Huwa d-dmir tas-superviżur tal-bord li jistimola l-moral tal-membri tal-bord billi jhegġeġ interess, kurżità u spirtu ta' kompetizzjoni fosthom. Għandu jara li l-opinjoni tiegħu ma tkunx magħrufa u ma għandux iħalli li xi mexxejja possibbli jasserixxu l-kriterji tagħhom fuq id-dewwieqa l-oħra. Għandu jkun ukoll responsabbli għat-taħriġ, l-għażla u l-monitoraġġ tad-dewwieqa biex jara jekk ikunux qegħdin iżommu livell xieraq ta' kapaċità.

8.2. Kondizzjonijiet tat-test

8.2.1. Daqs tal-kampjun

Kull tazza għandha jkollha 15 ml ta' żejt.

8.2.2. Temperatura tat-test

Il-kampjuni taż-żejt għall-ittestjar għandhom jinżammu fit-tazzi f'temperatura ta' $28^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Din it-temperatura intgħazlet għaliex hija l-aħjar biex wiehed josserva faċilment id-differenzi organolettiċi, f'temperatura normali, meta ż-żjut jintużaw bħala kondiment. Fattur ieħor li jxaqqleb favur dan il-valur huwa li f'temperaturi oghla jew aktar baxxi, jew il-komponenti aromatiċi bilkemm jivvolatilizzaw jew jiġu prodotti komponenti volatili li huma partikolari għal żjut imsahhna.

8.2.3. Ħinijiet tat-test

Filgħodu huwa l-aħjar ħin biex isiru t-testijiet fuq iż-żejt. Inghatat prova li ma hemmx perijodi tal-aħjar perċezzjoni fir-rigward ta' toghma jew riha matul il-jum..

L-ikket huma preċeduti b'perjodu li fih is-sensittività tax-xamm u t-toghma tiżdied, filwaqt li wara din il-perċezzjoni tonqos.

Iżda, dan il-kriterju ma għandux jittiehed fl-estrem fejn il-ġuħ jista' jfixkel lid-dewwieqa, u b'hekk inaqqas il-hila diskriminatorja tagħhom u, b'mod partikolari, l-kriterji ta' preferenza u aċċettazzjoni tagħhom.

9. DEWWIEQA

In-nies li jagħmluha ta' dewwieqa fit-testijiet organolettiċi mwettqa fuq iż-żjut taż-żebbuġa li jittiekle għandhom jiġu mharrġa u magħzula skond il-hila tagħhom li jiddistingwu bejn kampjuni li jixxiebh; ta' min jiftakar li l-preċiżjoni tagħhom titjeb bit-taħriġ (ara is-sezzjoni x-xierqa).

Jinhtiegu minn tminja sa 12-il dewwieq għat-test, minkejja li huwa għaqli li jkun hemm xi dewwieqa żejda biex jagħmlu tajjeb għal xi nuqqas possibbli.

9.1. Rakkomandazzjonijiet ġenerali għal kandidati u dewwieqa.

Dawn ir-rakkomandazzjonijiet japplikaw għall-aġir tal-kandidati u dewwieqa matul xogħolhom.

Meta jiġi msejjaħ mis-superviżur tal-bord biex jiehu sehem f'xi test organolettiku, id-dewwieq għandu jkun f'pożizzjoni li jattendi fil-ħin stabbilit minn qabel u għandu josserva dan li ġej:

- 9.1.1. Ma ghandux ippejjep ghal mill-inqas 30 minuta qabel il-hin stabbilit ghat-test.
- 9.1.2. Ma ghandux juża xi fwieha, kosmetiċi jew sapuna b'riha li tista' tkarkar sal-hin tat-test. Ghandu juża sapuna bla fwieha jew bi fwieha hafifa biex jahsel idejh li mbagħad ghandu jlahlah u jnixxef kemm jinhtieg biex inehhi kull riha.
- 9.1.3. Ghandu jsum ghal mill-inqas siegħa qabel ma jibda jduq.
- 9.1.4. Kemm-il darba jhossu ma jiflahx, u b'mod partikolari jekk jiġu effettwati s-sens tax-xamm jew tal-palat, jew jekk ikun taht xi effett psikologiku li ma jhallihx jikkoncentra fuq xoghlu, d-dewwieq ghandu jinforma lis-superviżur tal-bord skond il-bżonn bil-ghan li jitnehha mit-test jew mid-deċiżjonijiet xierqa li jkun qegħdin jittiehdu, filwaqt li wiehed iżomm f'mohhu d-devjazzjoni possibbli fil-valuri medji għal kumplement tal-bord.
- 9.1.5. Meta jkun issodisfa l-kriterji ta' hawn fuq, id-dewwieq ghandu jiehu postu fil-kamra mogħtija lilu bl-aktar mod ordnat u kwiet possibbli.
- 9.1.6. Meta jkun bil-qegħda, ghandu jikkontrolla li l-apparat ikun mghammar b'mod xieraq u li jkun imqassam sewwa, u ghandu jara li l-kitba ta' tifsir fuq il-ħġieg taqbel mal-kitba ta' tifsir fuq l-ghatu tal-ħġieg.
- 9.1.7. Ghandu jaqra sewwa l-istruzzjonijiet mogħtija fuq il-karta ta' gradazzjoni u ma ghandux jibda jeżamina l-kampjun qabel ma jkun assolutament ċert dwar ix-xogħol li jkun sejjer iwettaq. Jekk ikollu xi dubji, ghandu jiddiskuti d-diffikultajiet li jkun iltaqa' magħhom privatament mas-superviżur tal-bord.
- 9.1.8. Id-dewwieq ghandu jerfa' t-tazza, jzomma mghottija bl-ghatu tal-ħġieg, u jxaqlibha kemm kemm; imbagħad ghandu jdawwar it-tazza dawra tond f'din il-pożizzjoni biex ixarrab il-parti ta' gewwa kemm jista' jkun. Meta dan l-istadju jintemm, ghandu jneħhi l-ghatu tal-ħġieg u jxomm il-kampjun filwaqt li jiehu nifsijiet regolari, fil-fond u bil-mod sakemm jasal għal kriterju fuq iż-żejt li jkun qiegħed jiġi smat. Ix-xamm ma ghandux jaq-beż it-30 sekonda. Jekk ma jkun wasal għal ebda konkluzjoni matul dan iż-żmien, ghandu jistrieħ f'tit qabel ma jerġa' jipprova. Meta it-test tax-xamm ikun twettaq, id-dewwieq ghandu jagħti ġudizzju fuq it-togħma (is-sensazzjoni ġenerali dwar ix-xamm, togħma u t-tatt). Biex jagħmel dan, ghandu jiehu belgħa żgħira ta' madwar 3 ml ta' żejt. Huwa importanti hafna li jqassam iż-żejt madwar il-kavità kollha tal-halq, mill-parti ta' quddiem tal-halq u l-ilsien matul il-ġnub sal-parti ta' wara u lejn is-support tal-palat, minhabba li huwa fatt magħruf li l-perċezzjoni tal-erba' toghmiet primarji, il-hlewwa, l-imluħa, l-aċidu u l-morr ivarja fl-intensità skond il-parti tal-ilsien u tal-palat.
- Ghandu jsir enfazi li huwa essenzjali li jinfrex ammont suffiċjenti ta' żejt bil-mod fuq il-parti ta' wara tal-ilsien lejn il-gerżuma filwaqt li d-dewwieq jikkoncentra fuq l-ordni li bihom jidhru l-istimolu morr u dak punġenti; jekk dan ma jsirx, iż-żewġ stimuli jistghu jintilfu f'ċerti żjut jew inkella l-aħjar stimolu jista' jitgħatta mill-istimolu punġenti.
- Billi jiehu nifsijiet qosra u wara xulxin, jiġbed in-nifs mill-halq, id-dewwieq jkun jista' mhux biss jifrex il-kampjun b'mod estensiv mal-halq kollu iżda wkoll jkollu ħjiel tal-komponenti aromatiċi volatili permezz tal-parti ta' wara tal-imnieher.
- Is-sensazzjoni tat-tatt għandha titqies ukoll. Konsegwentement, il-fluwidità, it-twahħil u l-qrusa jew nigs għandhom jitniżżlu meta jinhassu, u jekk jkun hekk meħtieġ ghat-test, l-intensità tagħhom għandha tiġi kkwantifikata.
- 9.1.9. Waqt l-evalwazzjoni organolettika taż-żejt verġni taż-żebbuġa, kampjun wiehed biss ghandu jiġi evalwat f'kull taqsima biex jiġi evitat l-effett ta' kuntrast li jista' jitrabba meta wiehed immedjatament iduq kampjuni oħra.
- Billi dewqan wara iehor jipproduċi għajja u nuqqas ta' sensitività, huwa mportanti li wiehed juża prodott li jista' jelimina l-fdal taż-żejt mid-dewqan ta' qabel mill-halq.
- L-użu ta' felli żgħir ta' tuffiegha (madwar 15 g) huwa rakkomandat li, wara li jiġi magħmud, jista' jinbezaq fl-isputatur. Imbagħad laħlah il-halq b'naqra ilma f'temperatura tal-ambjent. Għandhom jgħaddu mill-inqas 15-il minuta bejn l-aħħar ta' dewqan u l-bidu tad-dewqan li jkun imiss.

9.2. Għażla tal-kandidati

Din il-fażi għandha ssir mill-organizzatur tal-bord li għandu personalment jintervista lill-kandidati biex jiffamiljarizza ruhu mal-personalità tagħhom u ma' l-ambjent ċirkostanti. Il-kondizzjonijiet fisjo-psikologiċi li għandhom jiġu sodisfatti mhumix rigorużi ż-żejjed minhabba li, teoretikament, kull persuna normali għandha tkun kapaci tiehu sehem. Fatturi bħal sess, età, drawwiet speċifiċi (tipji), eċċ, illum ġew superati minn oħrajn bħal is-saħħa, l-interess personali u jekk wiehed għandux hin għax-xogħol.

Matul l-intervista, l-organizzatur tal-bord għandu jispjega l-karatteristiċi tax-xogħol lill-kandidat u kemm għandu jiehu hin dan ix-xogħol. Imbagħad għandu jikseb tagħrif mill-kandidat billi jhallih jistma l-interess u l-motivazzjoni tiegħu u kemm hin tassew għandu għad-dispożizzjoni. Il-kwestjonarju li ġej jista' jkun ta' għaj-nuna bħala referenza.

KWESTJONARJU

Jekk jogħġbok wieġeb għal dawn il-mistoqsijiet:

- | | | |
|---|--------------------------|--------------------------|
| | Iva | Le |
| 1. Tixtieq tinvolvi ruhek fix-xogħol dwar dan is-sugġett? | ☐ | ☐ |
| 2. Tahseb li dan ix-xogħol jista' jikkontribwixxi għat-titjib tal-kwalità tal-ikel fuq il-front domestiku u dak internazzjonali? | Iva | Le |
| | ☐ | ☐ |
| 3. Jekk huwa hekk, għaliex ⁽¹⁾ | | |
| | | |
| | | |
| 4. Għandek tkun taf li inti sejjer idduq iż-żjut meta tigi msejjaħ biex tagħmel dan. Inti lest tagħmel dan? | Iva | Le |
| | ☐ | ☐ |
| 5. Tixtieq tqabbel il-hila tiegħek tax-xamm u tal-palat ma' dik ta' shabek? | Iva | Le |
| | ☐ | ☐ |
| 6. Inti disponibbli f'dak li għandu x'jaqsam ma' hin? Inti indipendenti biżżejjed biex torganizza ix-xogħol tiegħek ta' kuljum kif tixtieq? | Iva | Le |
| | ☐ | ☐ |
| 7. Jekk inti tiddependi minn xi superjur, tahseb li kieku kellek ma tmurx għax-xogħol tiegħek tas-soltu għal bejn wiehied u iehor nofs siegħa, għal bosta okkażjonijiet matul numru suċċessiv ta' jiem, tithalla tagħmel dan? | Iva | Le |
| | ☐ | ☐ |
| 8. Tkun tista' tpatti għal xi hin mitluf fix-xogħol tiegħek minhabba li tkun haġt sehem fl-analiżi sensorja? | Iva | Le |
| | ☐ | ☐ |
| 9. Tahseb li għandek tithallas għal dan ix-xogħol? | Iva | Le |
| | ☐ | ☐ |
| 10. B'liema mod? | Iva | Le |
| | ☐ | ☐ |

L-organizzatur għandu juża dan it-tagħrif biex jagħzel il-kandidati u għandu jwarrab dawk li juru ftit interess f'dan it-tip ta' xogħol, dawk li mhumiex disponibbli malajr u dawk li mhumiex kapaci jesprimu ruhhom ċar.

9.3. Determinazzjoni tal-“ogħla limitu medju” tal-grupp għall-“attributi karatteristiċi”

Agħzel sewwa erbat iżjut, li kull wiehied minnhom huwa kkunsidrat rappreżentattiv ta' wiehied minn dawn l-attributi li ġejjin: “atrojado” (mnawwar), toghma ta' nbid, qares u morr, u għandu intensità kbira u ċara daqs kemm huwa possibbli.

hu parti alikwotta minn kull żejt u hejji kampjuni, li l-konċentrazzjoni ta' kull wiehied minnhom tkun differenti mill-ohra bi proporzjon ta' tnejn, li tinkludi dilwizzjonijiet suċċessivi ta' ilma bis-support xieraq sakemm ma tibqa' tinhass ebda differenza bejn it-tazza li fiha s-support biss u l-aħhar żewġ jew tliet dilwizzjonijiet. L-aħhar par għandu jkun żewġ tazzi tas-support.

Temm is-serje b'tazzi li fihom konċentrazzjonijiet oghla, sakemm jintlaħaq total ta' tmienja.

hejji ammonti suffiċjenti ta' kampjuni mhejjija f'konċentrazzjonijiet differenti sabiex is-serje mitmuma ta' kull attribut tkun tista' tingħata lil kull kandidat.

Biex tikkalkola l-“ogħla livell medju” tal-kandidati għal kull attribut, agħti tazza li fiha 15 ml ta' xi waħda mill-konċentrazzjonijiet mhejjija lil kull wiehied minnhom, u tazza oħra li fiha 15 ml tas-support biss. Wara li jwet-taq it-test, il-kandidat għandu jindika jekk humiex l-istess jew differenti.

Irrepeti l-istess test għall-bqija tal-konċentrazzjonijiet tal-attribut ikkunsidrat.

Niżżel in-numru ta' twegibiet tajba miksuba għal kull konċentrazzjoni mid-dewwieqa kollha u agħti din il-figura bhala perċentwali tan-numru ta' testijiet magħmula.

⁽¹⁾ Iddeskrivi dak li jista' jinkiseb mill-evalwazzjoni organolettika ta' kull haga tal-ikel, jew, jekk tixtieq, taż-żejt taż-żebbuġa.

Imbagħad ipplotta bħala axxiżi, f'ordni axxendenti, il-konċentrazzjonijiet ittestjati u bħala ordinati l-% tal-identifikazzjonijiet tajba għal kull konċentrazzjoni.

Figura 1 hija eżempju prattiku ta' dawn l-istruzzjonijiet. L-oghla limitu ta' kxiif hija kkalkolata billi tagħmel estrapolazzjoni tal-punt ordnat li jirrappreżenta 75 % tal-evalwazzjonijiet korretti mill-kurva għal fuq l-axxiżi.

Din il-konċentrazzjoni tal-"oghla limitu", li tista' tkun differenti għal kull żejt tal-bidu għax tiddependi fuq l-intensità tal-attribut preżenti, għandha tkun simili għall-gruppi differenti ta' kandidati għal bordijiet differenti; mhiex marbuta ma' xi drawwa jew preferenza tendenzjuża. Konsegwentement, hija punt ta' riferiment komuni għal kull grupp normali uman u tista' tintuża biex tomogenizza l-bosta bordijiet mis-sensittività ta' xamm u toghma tagħhom biss.

Fuq il-bażi tal-konċentrazzjoni tal-oghla limitu miksub għall-grupp, kompli kif ġej:

hejji serje ta' konċentrazzjonijiet li jiżdiedu u jonqsu b'mod li l-"konċentrazzjoni tal-oghla limitu" tkun fl-għaxar post f'din l-iskala. Naturalment, il-ħdax u t-tmax-il konċentrazzjoni jkunu iżjed dilwiti, u allura jkun aktar diffiċli jkollok hjiel tal-preżenza ta' żejt li fih l-attribut magħżul.

Billi tiehu l-konċentrazzjoni C_{10} bħala bażi, l-bqija tal-kampjuni jistgħu jithejjew skond il-formula li ġejja:

$C_{10} \times a^n$, fejn "a" huwa numru kostanti, l-fattur ta' dilwizzjoni, li huwa ugwali għal 1,5, u "n" huwa l-esponenti li jvarja bejn 9 u 2.

Eżempju: meta wiehed jassumi li l-oghla limitu miksub miż-żejt imranġat huwa ta' 0,32; $C_{10} = 0,32$, u fuq din il-bażi, minhabba li "a" = 1,5, is-serje ta' kampjuni jkollhom dawn il-konċentrazzjonijiet:

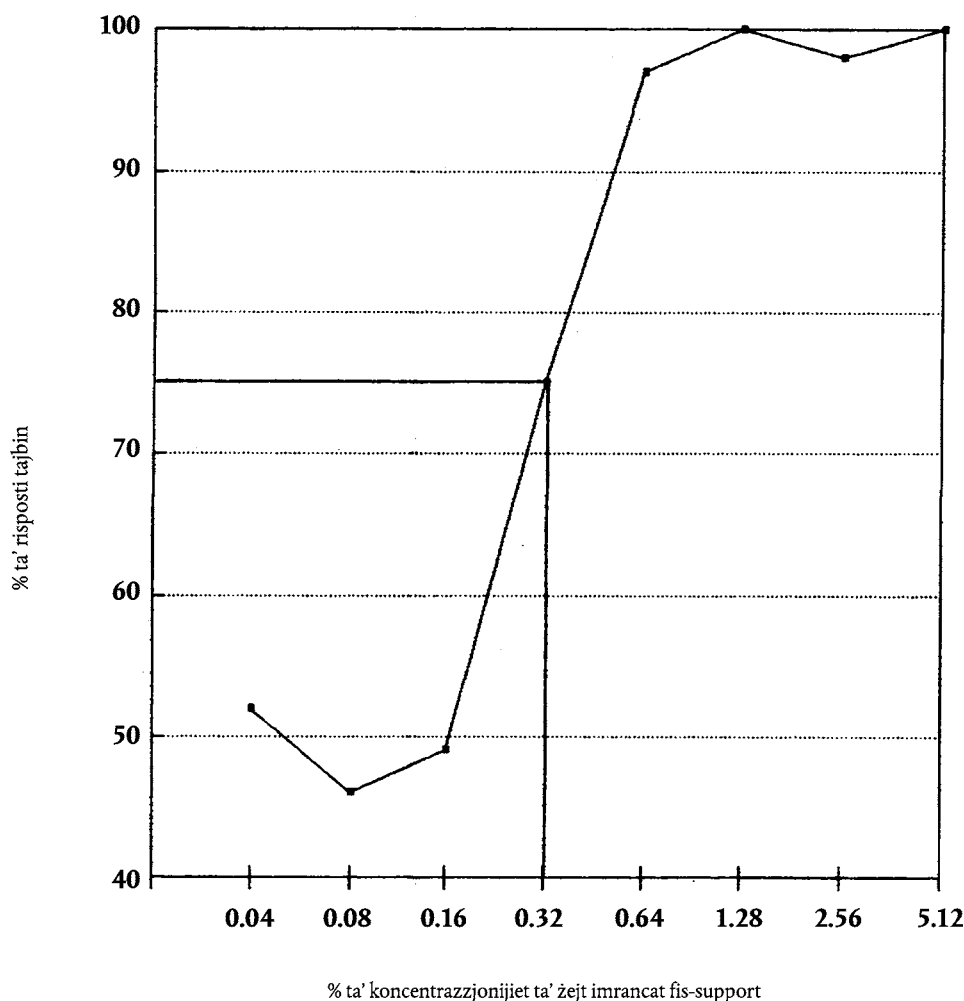
Eżempju	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Konċentrazzjoni	12,30	8,20	5,47	3,65	2,43	1,62	1,08	0,72	0,48	0,32	0,21	0,14

Jekk il-proċedura ta' hawn fuq tiġi ripetuta għat-tliet attributi li jibqa' fuq il-bażi tal-oghla limitu rispettiv tagħhom li jiġi kkalkolat kif muri hawn fuq, jinkisbu skali b'intensitajiet aromatiċi simili għal kull stimolu għal-laboratorji kollha, anki jekk id-difetti taż-żjut tal-bidu jistgħu jidhru f'intensitajiet differenti.

9.4. Għażla tad-dewwieqa bil-metodu tal-iskala ta' intensità

Fil-proċedura tal-għażla, għandu jkun hemm kandidati għal darbtejn jew tliet darbiet aktar minn daww meħtieġa fil-bord sabiex ikunu jistgħu jintgħażlu n-nies bl-aqwa sensittività jew hila ta' diskriminazzjoni. Huwa dejjem rakkommandabbli li jintuża l-istess prodott bħal dak li għandu jiġi analizzat sussegwentement (konsegwentement, iż-żejt taż-żebuga għandu jintuża dejjem).

Figura 1



Waqf l-għażla tal-metodu, wiehed ma għandux jinsa li, barra li tkun effettiva, il-proċedura magħżula għandha tkun kemm jista' jkun ekonomika fir-rigward tal-kwantità ta' żejt, in-numru ta' kampjuni li għandhom jint-bagħtu u l-hin użat biex issir l-għażla. L-effettività tal-proċedura ta' għażla qegħda fl-għażla tal-aqwa livelli tat-tliet varjabbli dipendenti li ġejjin: (a) "spiża" determinata minn numru ta' testijiet; (b) "proporzjon" ta' kandidati potenzjalment xierqa li b'kombinazzjoni ġew b'xorti hażina mwarrba matul l-għażla; u (ċ) "proporzjon" ta' kandidati li b'kombinazzjoni għaddew mill-proċess ta' għażla minkejja li mhumiex addattati.

Erba' punti tal-proċedura ta' għażla magħżula, it-test tal-iskala tal-intensità, li hija deskritta fl-ASTM (Soċjeta Americana għall-Ittestjar u l-Materjali), STP (Pubblikazzjoni Speċjali Teknika) Nru 440, paġna 53, ġew mib-dula billi:

1. tnaqqas n-numru ta' kampjuni fis-serje;
2. twessgħat il-medda ta' stimoli bil-ghan li jiddied in-numru ta' noti dwar ix-xamm u t-togħma li fuqhom hija bbażata l-għażla, sabiex taddatthom għall-aktar difetti komuni misjuba fiż-żejt taż-żebbuġa;
3. inbidlu l-proporzjonijiet ta' koncentrazzjoni fis-serje; u
4. ġew ipproċessati statistikament ir-riżultati.

Apparat meħtieġ

- Fliexken jew flasks tal-ħġieġ ta' 1 500 ml,
- tazzi għad-dewqan ta' kulur skur,
- tubi tat-testijiet ta' 10, 15, 1 000 u 1 500 ml.

Prodotti meħtieġa

- "Merck paraffin" (referenza 7 160, DAB 8, USP XX) jew support żejtni mingħajr togħma jew riha (żejt taż-żebbuġa raffinat reċenti jew xi żejt simili),
- żjut: "atrojado" (mnawwra), togħma ta' nbid, mranġta u morri.

9.4.1. Proċedura

Wara li tipprepara d-dilwizzjonijiet, għaddi għall-fażi ta' għażla billi tibda b'25 kandidat, skond il-metodologija deskritta hawn taht għal kull stimolu:

1. hejji serje ta' 12-il tazza tad-dewqien immarkati b'kodiċi (serje għal kull kandidat). Ferragh 15 ml minn kull waħda mill-bosta konċentrazzjonijiet mhejjija skond il-formula $C_{10} \times a^n$, f'kull tazza ta' dewqien rispettiva.
2. Meta t-tazzi tad-dewqan jimtew, għandhom jithallew mgħottija bl-għatu tal-ħġieġ fil-kamra tad-dewqan f'temperatura ta' 20 sa 22 °C għal mill-inqas siegħa qabel ma jibda t-test biex tomogēnizza t-temperatura tagħhom ma' dik tal-ambjent.
3. L-organizzatur għandu mbagħad iqiegħed it-tmax-il tazza tad-dewqan fringjela f'ordni ta' konċentrazzjoni li dejjem tonqos.

Il-pass li jmiss huwa li kull kandidat jiġi mitlub biex jagħmel it-test waħdu, skond l-istruzzjonijiet li ġejjin:

9.4.2. Istruzzjonijiet għall-kandidati

It-12-il tazza ta' dewqan fringjela quddiem il-kandidati fihom dilwizzjonijiet ta' kwalunkwe wiehed mill-istimuli "atrojado" (mnawwar), toghma ta' nbid, mranġat jew morr. Il-fattur ta' distinzjoni bejn il-kontenut tat-tazzi tad-dewqan huwa l-intensità tar-riha. It-tazza bl-aktar riha qawwija qegħda fuq in-naħa tax-xellug fit-tarf u l-bqija tat-tazzi jitqegħdu fuq il-lemin f'ordni ta' intensità li tonqos. L-aħħar tazza tad-dewqan fuq il-lemin jista' jkollha riha tant dgħajfa li x'aktarx ikun li tiskopriha.

Issokta kif ġej: sir familjari mar-riha ta' kull waħda mit-tazzi tad-dewqan fis-serje. Biex tagħmel dan, ibda minn naħa tal-lemin (Nu 12) u pprova żomm il-qawwa tal-irwejjah kollha, mingħajr ma tghajja żżejjed.

Meta tahseb li drajt l-iskala ta' konċentrazzjonijiet tal-irwejjah, ohroġ mill-kamra.

Sadanittant, l-organizzatur għandu jneħhi waħda mit-tazzi tad-dewqan mis-serje u jqegħda fil-livell tal-aħħar waħda fuq in-naħa tal-lemin, filwaqt li jressaq l-ohrajn kollha flimkien biex jimla l-vojt li jkun thalla. Imbagħad idhol lura fil-kamra u ssokta bit-test.

It-test jinvolvi dan li ġej:

It-tazza tad-dewqan imwarrba mis-serje għandha titqiegħed lura fil-post tagħha eżatt. Biex tagħmel dan, xommha u qabbilha ma' l-ohrajn kemm-il darba tixtieq, filwaqt li żżomm f'moħħok li jekk trid li terġa' tagħmilha f'potha fejn kienet irid ikollha riha aktar qawwija mill-kampjun fuq il-lemin tagħha u aktar dgħajfa minn dak fuq ix-xellug. It-test jerga' jiġi ripetut bi tliet tazzi ohra.

Kull kandidat għandha tinhariġlu formula, flimkien ma' l-istruzzjonijiet issa deskritti, biex it-test u l-ġbir tat-tweġibiet jkun magħmulin ehfef.

GHAŻLA TAL-KANDIDATI

Test Nru Attribut

It-tazza mahruġa ġeja minn pozzizzjoni Nru.

Data Isem:

9.4.3. Kisba tar-riżultati

L-organizzatur tal-bord għandu jżomm rekord tat-tagħrif għal kull wiehed mill-kandidati bil-mod li ġej biex ihaffef l-arranġament tagħhom.

Isem tal-kandidat	Attribut studjat	Nru tal-ordni mogħti (K')	Nru tal-ordni eżatt (K)	Skala (K' — K) ²
.....				
.....				

9.4.4. Proċedura ta' gradazzjoni statistika

F'dan il-każ partikolari ta' għażla, it-tazzi tad-dewqan li jridu jitqegħdu fil-pozizzjoni eżatta tagħhom għandhom ikunu l-istess għall-kandidati kollha. Skond id-determinazzjonijiet statistiċi magħmula għal dan il-ghan, għandhom jikkorrispondu għall-pozizzjonijiet li ġejjin fl-ordni tas-serje fir-rigward ta' kull attribut:

"Atrojado" — Imnawwar (Fy)	Toghma ta' Inbid (W)	Imrangat (Rd)	Morr (Bt)
Nru tat-tazza (10, 5, 7, 2)	Nru tat-tazza (11, 3, 8, 6)	Nru tat-tazza (7, 4, 10, 2)	Nru tat-tazza (6, 3, 11, 9)

In-numru li jikkorrispondi għall-pożizzjoni tat-tazzi fl-ordni tas-serje jista' ma jinbidilx minhabba li d-determinazzjonijiet statistiċi għal dan it-test saru fid-dawl tal-probabilità li t-tazzi jitqegħdu b'mod każwali lura fil-pożizzjoni eżatta tagħhom.

Sabiex ikun estremament diffiċli li xi nformazzjoni tgħaddi minn kandidat għal iehor, l-organizzatur tal-bord għandu jara li:

1. ma jkunx hemm mezz ta' kuntatt possibbli bejn il-kandidati. Għandu jintuża kliem ta' tifsir differenti għal kull kandidat;
2. ma hemm ebda mod kif il-kandidati jistgħu jsibu l-pożizzjoni tat-tazzi li jkunu ġew mwarra;
3. anki jekk il-kandidati kollha jiġu ppreżentati bl-istess tazzi murija qabel, l-ordni li bihom jiġu mgħotija lil kull kandidat għandha tvarja.

Kull kandidat għandu mbagħad jingħata grad, skond ir-rendiment tiegħu b'dan il-mod:

$e_1^i, e_2^i, \dots, e_{12}^i$ jkunu it-12-il tazza bit-12-il konċentrazzjoni li tikkorrispondi ta' attribut "i" (i tista' tkun kwalunkwe wahda mill-erba' attributi: "atrojado" mnawwar, toghma ta' nbid, mrangat u morr) mqassma f'ordni li dejjem tonqos ta' intensità.

E_k^i tkun wahda mit-tazzi magħżula u K' il-pożizzjoni allokata mill-kandidat meta titqiegħed lura fis-serje. Għalhekk, il-valuri ta' K u K' huma numri shah bejn 1 u 12 inklużi, li jikkorrispondu għan-numru veru tal-post tat-tazza magħżul u dak mogħti mill-kandidat rispettivament.

T (id-devjazzjoni massima permessa) huwa valur determinat minn qabel, li fil-każ tagħna huwa ugħali għal 3, u allura jekk $K' - K > T$, il-kandidat jiġi awtomatikament imwarrab ⁽¹⁾.

Jekk, għall-kuntrarju, $K' - K \leq T$, teoretikament il-kandidat jiġi aċċettat u jista' jissokta bit-test minhabba illi huwa jew hija għandu/ha l-hila j/tqiegħed l-istimolu lura fil-pożizzjoni eżatta tiegħu jew għallinqas qrib hafna.

F'dan il-każ, il-grad mogħti lil xi kandidat li għamel evalwazzjoni ta' xi stimolu stabbilit (konċentrazzjoni), per eżempju fis-serje mnawwra tal-"atrojado" -(Fy), għandu jkun ugħali għall-kwadrat tad-differenza bejn in-numru eżatt tat-tazza fl-ordni tas-serje u l-pożizzjoni li fiha l-kandidat ikun poġġiha lura. Jiġifieri

$$P_h^{(Fy)} = (K' - K)^2.$$

Minhabba li din l-operazzjoni ser tiġi mwettqa minn kull kandidat fuq erba' stimoli (konċentrazzjonijiet) ta' kull attribut, il-grad parzjali ta' kull attribut (eż. Fy) ikun:

$$Z^{Fy} = P_h^{Fy} + P_j^{Fy} + P_l^{Fy} + P_m^{Fy}$$

Xi fit eżempji huma mogħtija taht biex wiehed jifhem aħjar din l-operazzjoni.

Eżempju 1:

Ejja nassumu li t-tweġibiet mogħtija mill-kandidat A għall-erba' stimoli mwarra mis-serje għall-attribut (i) huma kif ġej:

Il-pożizzjoni eżatta tat-tazza fis-serje (K)	Il-pożizzjoni li tpogġiet lura fiha mill-kandidat (K')	Devjazzjoni mill-pożizzjoni eżatta (K' - K)
7	7	7 - 7 = 0
4	5	4 - 5 = - 1
10	6	10 - 6 = 4 ⁽¹⁾
2	4	2 - 4 = - 2

⁽¹⁾ Dan il-kandidat ġie rifjutat minhabba li għab $T > 3$ fit-test.

⁽¹⁾ L-organizzatur tal-bord għandu jagħmel premura fuq il-kandidat biex jissokta b'mod raġjonevoli, jiġifieri mingħajr ma jitlef kull sensitività minhabba għejja fix-xamm.

Eżempju 2:

Ejja nassumu li xi kandidat jerga' jqiegħed it-tazzi għal xi attribut kif ġej:

Il-pożizzjoni eżatta tat-tazza fis-serje (K)	Il-pożizzjoni li tpoġġiet lura fiha mill-kandidat (K')	Devjazzjoni mill-pożizzjoni eżatta (K' — K)
7	7	7 — 7 = 0
4	4	4 — 4 = 0
10	7	10 — 7 = 3
2	3	2 — 3 = - 1

Dan il-kandidat ma jiġix imwarrab. Kiseb grad ta':

$$Z^i = 0^2 + 0^2 + 3^2 + (-1)^2 = 10$$

Il-grad aħhari tal-kandidat, li jissigħgħilla jekk jiġix aċċettat jew mwarrab jew magħżul bħala dewwieq, skond it-tweġibiet tiegħu għall-erba' attributi miqjusa, jkun kif ġej:

$$\begin{aligned} P_h^{Fy} + P_j^{Fy} + P_l^{Fy} + P_m^{Fy} &= Z^{Fy} \\ P_h^W + P_j^W + P_l^W + P_m^W &= Z^W \\ P_h^{Rd} + P_j^{Rd} + P_l^{Rd} + P_m^{Rd} &= Z^{Rd} \\ P_h^{Bt} + P_j^{Bt} + P_l^{Bt} + P_m^{Bt} &= Z^{Bt} \\ Z^{final} &= Z^{Fy} \dots Z^{Bt} \end{aligned}$$

Fejn: Fy = "Atrojado" - mnawwar

W = toghma ta' nbid

Rd = Imranġat

Bt = Morra

Issa hija kwistjoni ta' kif tikkalkula sa liema valur massimu għal Z jista' jitqies il-kandidat li għandu livelli tajbin ta' perċezzjoni, ta' żamma tax-xamm u ta' organizzazzjoni intellettuali biex jagħti t-tweġiba t-tajba għall-erba' stimoli meqjusa. Ovvjament, Z dejjem għandha valur mhux negattiv u $Z = 0$ tfisser li l-kandidat għaraf u kkwantifika sewwa s-sittax-l intensità pprezentati (erba' għal kull attribut). Il-valuri ta' Z li mhumiex żero jindikaw li l-kandidat għaraf it-taqsimiet tal-iskala li minnhom intgħażlu l-intensitajiet magħżula, iżda fi hdan dawn it-taqsimiet ma kellux il-hila jsib il-pożizzjoni eżatta għax il-hila tiegħu li jiddiskrimina l-iskala tal-intensità pprezentata lilu għal wieħed jew aktar mill-istimoli mhiex sodisfacenti.

Għalhekk, għandu jiġi determinat xi valur kritiku (Z_c) sabiex jekk il-kandidat jerga' jqiegħed lura b'mod każwali t-tazzi kollha fit-taqsimiet li jkun għaraf minn qabel, il-probabilità ta' grad aħhari Z, anqas minn Z_c , hija kwantità biżżejjed żgħira (α) li tista' tiġi stabbilita minn qabel. Fi kliem iehor, wieħed għandu jiżgura li l-probabilità, bl-użu ta' din il-proċedura, li jintgħażel dewwieq għall-bord li ma jurix biżżejjed hila diskriminatorja għall-intensitajiet tal-istimoli wżati fil-proċess ta' għażla hija anqas minn α .

Meta jiġi stabbilit il-valur għal α (fil-każ tagħna 0,05), Z_c jinkiseb mid-distribuzzjoni tal-probabilità tal-varjabbli Z, li minn naha tiegħu jiddependi mid-distribuzzjonijiet ta' probabilità tal-varjabbli P (K').

Meta wieħed isegwi d-determinazzjonijiet statistiċi rilevanti, il-valur għal Z_c jiġi 34.

Meta jkun ġie miksub il-grad Z għall-kandidati kollha, il-kandidati li l-grad tagħhom qiegħed 'il fuq minn 34 għandhom jiġu eliminati.

Ara l-grad għall-kandidati A u B għal eżempju:

Attribut	Kandidat A	Kandidat B
"Atrojado" – toghma ta' moffa (Fy)	$Z^{Fy} = 10$	$Z^{Fy} = 12$
Togħma li ttiegħem l-inbid (W)	$Z^W = 10$	$Z^W = 11$
Imranġa (Rd)	$Z^{Rd} = 10$	$Z^{Rd} = 15$
Morra (Bt)	$Z^{Bt} = 4$	$Z^{Bt} = 0$
	$\Sigma = 34$	$\Sigma = 38$

Jekk iż-żewġ kandidati meqjusa jkollhom valuri Z rispettivi ta' 34 u 38, il-kandidat A jinżamm filwaqt li l-kandidat B jitwarrab. Meta l-kandidati kollha bi grad oghla minn 34 jitwarrbu, l-bqija għandhom jiġu kklassifikati skond il-valuri Z tagħhom sakemm jintgħażlu l-aħjar 12-il kandidat.

9.5. Tahrig

L-ghanijiet prinċipali tal-istadju ta' tahrig huma:

- (a) li tiffamiljarizza d-dewwieqa mal-varjanti multipli ta' xamm, toghma u tatt misjuba fiż-żjut vergni taż-żebuga;
- (b) li tiffamiljarizza d-dewwieqa mal-metodologija sensorja speċifika;
- (c) li ttejjeb il-hila individwali fl-gharfien, l-identifikazzjoni u l-kwantifikazzjoni tal-attributi sensorji; u
- (d) li ttejjeb is-sensittività u l-memorja fir-rigward tal-bosta attributi meqjusa, sabiex ir-riżultat ahhari jkun evalwazzjoni preċiża u konsistenti.

L-istadju ta' tahrig normalment jitlob numru ta' sezzjonijiet, skond il-possibiltajiet miftuħa għall-bord u l-istudju, li matulhom, wara li janalizzaw individwalment iż-żjut, id-dewwieqa jiddiskutu d-diffikultajiet li ltaqghu magħhom ma' l-organizzatur tal-bord u jikkumentaw fuq il-marki mogħtija sabiex iwahhdu l-kriterji u l-opinjoni.

L-*istandard* milhuq fit-tahrig wara ċertu numru ta' sessjonijiet jiġi valutat bħala ż-żieda fil-perċentwali tat-twegibiet eżatti - jekk jintużaw testijiet diskriminatorji - jew billi wiehed janalizza t-tibdil fil-marki medji ndividwali tal-bord meta jitwettqu testijiet bl-użu ta' skala.

L-utilità Prattika ta' dan il-perjodu ta' tahrig giet diskussa f'hafna tul iżda bħalissa titqies effettiva hafna u anki meħtieġa jekk wiehed jrid jikseb tagħrif sensorju eżatt u preċiż.

9.6. Kontrolli tar-rendiment

Bordijiet ta' dewwieqa veterani normalment iwettqu dewqan fuq bażi regolari u kontinwa, li jinvolvi testijiet sensorji li jeħtieġu sforz kbir min-naha tagħhom. Deċiżjonijiet ta' mportanza kummerċjali u teknoloġika kbira jiddependu fil-maġġoranza l-kbira tal-każijiet fuq il-ġudizzju tagħhom. Minhabba f'hekk, wara l-ghażla u t-tahrig tagħhom, ir-rendiment tad-dewwieqa għandu jiġi kkontrollat biex ikun żgurat li r-riżultati tagħhom ikunu preċiżi.

Wara li l-bordijiet jiġu stabbiliti u jgħaddu mill-provi ta' rutina, ovvjament jkun jeħtieġ li wiehed jikkontrolla r-rendiment tagħhom f'intervalli xierqa.

10. PROCEDURA GħALL-EVALWAZZJONI ORGANOLETTIKA TAŻ-ŻEJT VERĠNI TAŻ-ŻEBBUĠA

Meta l-kondizzjonijiet murija fil-mudelli ta' hawn fuq jiġu sodisfatti, l-faċilitajiet meħtieġa huma disponibbli u l-bord ikun intaġħel, kull dewwieq għandu jxomm u jduq ⁽¹⁾ il-kampjun ta' żejt magħżul għall-analiżi li jinsab fit-tazza tad-dewqan. Għandu janalizza l-perċezzjonijiet ta' xamm, toghma, tatt u kinestetiki bl-ghajnuna tal-folja murija fil-Figura 2 li fiha għandu jniżżel in-"noti" preżenti u l-grad ta' intensità tagħhom. Il-pass li jmiss tiegħu għandu jkun li jagħti grad lill-kwalità taż-żejt.

10.1. Użu tal-folja fil-Figura 2 (deskrizzjoni tat-toghma u l-grad ta' kwalità).

Xi ftit mill-aktar perċezzjonijiet sensorji karatteristiċi spiss misjuba fiż-żjut taż-żebuga li jiddeskrivu it-toghma jinsabu elenkati fuq ix-xellug tal-paġna. Jekk id-dewwieq jiltaqa' ma xi stimuli oħra li ma jikkor-rispondux mal-kriterji ta' deskrizzjoni elenkati, għandu jagħmel nota tagħhom taħt "affarijiet oħra", billi juża l-kriterju (i) ta' deskrizzjoni (i) li jiddefinixxi kemm jista' jkun preċiż possibbli.

L-istimoli perċettibbli għandhom jiġu valutati fil-proporzjon tal-intensità tagħhom li għandha tiġi murija b'salib (+) fil-kaxxa xierqa, skond il-kriterji li ġejjin:

- 1: bilkemm huma perċettibbli,
- 2: hfief,
- 3: medji,
- 4: kbar,
- 5: estremi.

Fuq in-naha tal-lemin tal-folja, tintwera skala minn 1 sa 9 punti (9 għal kwalità eċċezzjonali, 1 għall-agħar) li d-dewwieqa għandhom jużaw biex jagħtu grad wiehed u ġenerali għall-karatteristiċi taż-żejt meqjus. Dan il-grad għandu jkun konsistenti mal-punti tajbin u d-difetti taż-żejt li jkunu ġew elenkati diġà fuq in-naha tax-xellug tal-folja

⁽¹⁾ Huwa jista' jiekaf meta jsib xi attribut estremament mhux pjaċevoli fir-riħa, filwaqt li jzomm rekord ta' dan fil-karta ta' gradazzjoni bħala okkorrenza eċċezzjonali

L-ewwel kolonna (difetti) tat-tabella tal-gradji hija maqsuma f'fames taqsimiet. Konsegwentement, il-klassifikazzjoni taż-żjut għandha tkun ibbażata fuq in-nuqqas jew il-preżenza totali ta' toghmiet difettużi, kif ukoll fuq kemm dawn it-toghmiet huma serji jew qawwija. Iżda, minhabba li l-iskala ta' gradi titla' sa 9 punti, għandu jinghata kas ta' ċerti differenzi jew aspetti żgħar li jghinu biex tintlaħaq deċiżjoni konkluziva fuq il-gradazzjoni totali ta' kwalità u li huma deskritti fit-tieni kolonna taht "karatteristiċi".

10.2. Gradazzjoni aħharija

Is-superviżur tal-bord għandu jiġbor il-formoli mimlija minn kull dewwieq u għandu jikkontrolla li l-attributi sensorji u l-intensitajiet li bihom dawn l-attributi ġew ipperċeputi u rreġistrati fil-folja profil jaqblu ma' l-evalwazzjoni taż-żejt mdahhla fil-folja ta' gradazzjoni. Jekk tinstab differenza li tidher is-superviżur għandu jitlob lid-dewwieq biex jikkontrolla l-folja ta' gradazzjoni tiegħu.

Jekk ikun mehtieg, id-dewwieq għandu jirrepeti t-test.

Fl-aħhar, is-superviżur tal-bord għandu jhejji tabella bil-gradazzjonijiet għall-grupp kollu w għandu jikkalkula l-medja aritmetika u l-grad ta' żball (tal-medja).

Fil-każ ta' analiżi ta' reviżjoni biss il-grupp għandu jirrepeti t-testijiet bil-ghan li jikseb evalwazzjoni ttriplikata tal-kampjun; il-grad aħhari, b'figura deċimali, għandha tkun il-medja tat-tliet gradazzjonijiet mogħtija.

Jekk ir-rata ta' intensità medja għall-imrar u/jew punġenza hija aktar minn 2,5, iż-żejt għandu jiġi mmarkjat skond il-każ u għandu jitniżżel li huwa morr u/jew punġenti.

Espressjoni tar-riżultati: fuq il-bażi tal-gradazzjoni medja, is-superviżur tal-bord għandu jiddeċiedi l-kategorija li fiha jiġi kklassifikat il-kampjun, skond il-limiti stabbiliti f'Anness I. Ir-rapport tal-analiżi għandu juri biss din il-kategorija

Nota: Il-kampjuni għandhom jinżammu ssigillati fil-frigġ sakemm jiġu analizzati u għandhom jitqegħdu lura fil-frigġ wara kull analiżi sakemm it-test jkun sar tliet darbiet.

Figura 2

Iż-żejt verġini taż-żebuga

Folja Profil
Noti dwar ix-xamm-toghma-tatt ⁽²⁾

	0	1	2	3	4	5
Iż-żebug li jtiegħem il-frott (matur u ahdar) ⁽¹⁾						
Tuffieħ						
Frott matur ieħor						
Ahdar (weraq, ħaxix)						
Morr						
Pungenti						
Helu						
Attribwit(i) permessibbli ohra						
(Speċifika:)						
Morr/toghma ta' inbid/toghma ta' hall/aċidu ⁽¹⁾						
Goffa						
Metalliku						
Mustiness/umduż ⁽¹⁾						
Muddy sediment						
Toghma ta' moffa ('Atrojado')						
Imranċat						
Attribwit(i) permessibbli ohra						
(Speċifika:)						

⁽¹⁾ Hassar fejn mhux applikabbli.

⁽²⁾ Perċezzjoni:

0: ⁽³⁾,

1: bilkemm hija perċettibbli,

2: hafifa,

3: medja,

4: kbira,

5: estrema.

Tabella ta' gradazzjoni

Difetti	Karatteristiċi	Marki totali: punti
Xejn	Iż-żebug li jtiegħem il-frott	9
	Iż-żebug li jtiegħem il-frott u t-toghma tal-frott frisk ieħor	8
		7
Ftit jew bilkemm hija perċettibbli	Toghma ta' frott hafifa to kwalunkwe tip	6
Perċettibbli	Irwejjah u toghmiet anomali daqxejn imperfetti ta' frott	5
Hafna, fil-limitu tal-aċċettabilità	Irwejjah u toghmiet mhux pjaċevoli, imperfetti biċ-ċar	4
Kbira hafna u/jew serja, perċettibbli biċ-ċar	Irwejjah u toghmiet għal kollox mhux ammessibbli għall-konsum	3
		2
		1

Rimarki:

.....

Isem tad-dewwieq

.....

Kliem ta' tifsir tal-kampjun:

Data:

ANALIŻI SENSORJA: VOKABULARJU ĠENERALI BAŻIKU.**1. SKOP**

L-ghan ta' dan il-mudell huwa li jingabru t-termini ġenerali wżati fl-analiżi sensorja u li jinghataw id-definizzjonijiet tagħhom.

2. VOKABULARJU**2.1. Terminoloġija ġenerali**

Analizi sensorja (nom):

eżami tal-attributi organolettiċi ta' xi prodott bl-organi tas-sensi.

Perċezzjoni (nom):

għarfien sensorju ta' oġġetti esterni jew avvenimenti.

Organolettiku (aġġettiv) (attribut):

jiddeskrivi xi attribut ta' xi prodott, perċettibbli mill-organi tas-sensi.

Esper (nom):

(fir-rigward tal-eżaminazzjoni ta' attributi organolettiċi)

dewwieq li jkun speċjalizzat fl-analiżi sensorja ta' xi prodott speċifiku u li jkollu fehim bażiku dwar it-thejjja tal-prodott u l-preferenzi tas-suq.

Dewwieq (nom):

persuna perspikaci, sensittiva u mħarrġa magħżula biex tevalwa l-attributi organolettiċi ta' xi ikel bl-organi tas-sensi.

Bord:

grupp ta' assessuri li ġew magħżula u mħarrġa apposta u li jiltaqgħu biex iwettqu l-analiżi sensorja tal-prodott taht kondizzjonijiet ikkontrollati.

Sensazzjoni (nom):

fenomeni soġġettiv li jirriżulta mill-istimolu ta' xi sistema sensorja. Dan il-fenomeni jista' jiġi soġġettivament diskriminat jew definit oġġettivament mill-organu tas-sensi involut, skond in-natura jew tip ta' stimolu, u l-intensità tiegħu.

Sensittività (nom):

hila li tipperċepixxi kwantitattivament u kwalitattivament xi stimolu ta' intensità żgħira jew differenzi żgħar bejn stimuli permezz tal-organi tas-sensi.

Dewqan (nom):

operazzjoni li tinvolvi l-perċezzjoni, l-analiżi u l-ġudizzju tal-attributi organolettiċi ta' xi prodott, b'mod partikolari l-attributi ta' xamm, toghma, tatt u kinestetici ta' xi prodott tal-ikel.

Aċċettazzjoni (nom):

l-att ta' individwu jew popolazzjoni li jilqa' b'mod favorevoli xi prodott.

Armonija (nom):

attribut ta' xi prodott li b'mod ġenerali, jagħti lok għal sensazzjoni pjaċevoli. Din is-sensazzjoni tiġi prodotta permezz tal-perċezzjoni tal-komponenti tal-prodott bħala stimuli ta' xamm, toghma, tatt u stimuli kinestetici għaliex huma preżenti fi proporzjonijiet ta' konċentrazzjoni xierqa.

Aċċettabilità (nom):

stat ta' xi prodott milqugħ favorevolment minn individwu jew popolazzjoni fir-rigward tal-attributi organolettiċi.

Diskriminazzjoni (nom):

l-att ta' divrenzjar kwalitattiv u/jew kwantitattiv bejn żewġ stimuli jew aktar.

Kumpens (nom):

riżultat tal-interazzjoni ta' tahlita ta' stimuli b'mod illi kull wiehied jiġi perċett b'anqas intensità milli kieku hadem wahdu.

Aspett (nom):

tahlita ta' attributi organolettiċi li jiġu perċetti viżwalment: daqs, forma, kulur, konformazzjoni, dardir, ndafa, fluwidità, rawa u effervexxenza. Dan it-terminu għandu jinghata preferenza fuq it-terminu apparenza.

Attribut (nom):

karatteristika perċettibbli

2.2. **Termini fiżjoloġiċi**

Stimolu (nom):

aġent fiżiku jew kimiku li jipproduċi speċifikament ir-rispons tar-riċetturi sensorji esterni jew interni.

Toghma (nom):

(sens ta' toghma)

sens li r-riċetturi tiegħu jinsabu fil-halq, b'mod partikolari fuq l-ilsien, u li huma attivati minn bosta komposti f'soluzzjoni.

Tat-toghma (aġġettiv):

jiddeskrivi l-attribut ta' xi prodott li jista' jstimula l-apparat tat-toghma billi jqajjem is-sensazzjonijiet li huma ta' wiehed jew aktar mill-erba' toghmiet primarji: helu, mielah, acidu u morr.

Receptor (nom):

struttura speċifika ta' organu tas-sensi li jista' jiġi eċitat u li għandu l-hila jirċievi stimolu u jaqilbu fi skarika nervuża.

Nota: Ir-riċetturi huma kklassifikati skond it-tip ta' enerġija marbuta ma' l-istimolu (dawl, shana, hoss, eċċ).

Xamm (nom):

funzjoni mill-apparat tax-xamm li bih tipperċepixxi u tiddiskrimina bejn il-molekoli li jasl原因 għandu, taht forma ta' gass minn ambjent estern, direttament jew indirettament mill-imnieher.

Intensità (nom):

kobor tal-enerġija ta' xi attribut li jista' jitkejjel f'termini ta' skala kwantitattiva ta' valuri oghla mill-oghla limitu.

Adattament (nom):

tibdil temporanju tas-sensittività fil-hass ta' stimoli sensorji minhabba espożizzjoni kontinwa u ripetuta għal xi stimolu partikolari jew wiehed li jixbh.

Inibizzjoni (nom):

nuqqas ta' reazzjoni minn xi organu senswali jew parti minnu, minkejja li jiġi suġġett għall-azzjoni ta' stimolu xieraq li l-intensità tiegħu hija oghla mill-oghla limitu.

Rispons (nom):

azzjoni li biha ċ-ċelluli sensorji jwieġbu għall-azzjoni ta' stimolu wiehed jew aktar marbutin ma' xi organu senswali partikolari.

Qawwa (nom):

sensazzjoni ta' mess li tinħass fil-halq li taghti grad ta' densità, viskożità, konsistenza jew kompattezza ta' xi prodott.

Fwieha (nom):

riha friska, pjaċevoli u delizzjuża.

Xamm (verb)

(sens attiv applikat għar-riha)

jiddeskrivi l-att ta' perċezzjoni ta' riha.

Ogġettività (aġġettiv):

(a) jiddeskrivi dak li jagħti stampa vera tal-ogġett billi jnaqqas il-fatturi umani (per eżempju, preferenza, drawwa, inklinazzjoni);

(b) jiddeskrivi t-teknika li, jew permezz ta' metodi sensorji jew strumentali, tnaqqas żbalji kkawżati mill-bniedem stess.

Nota: L-użu tat-terminu "strumentali" bħala sinonimu mhuwiex rakkommandabbli.

Sogġettività (aġġettiv):

jiddeskrivi dak li jipproduċi xi hass li huwa nflwenzat mhux biss mill-istimolu iżda wkoll mill-mod kif ahna nahsbu u nhossu.

Kinestezi:

sensazzjonijiet li jirriżultaw minn pressjoni fuq il-kampjun prodotti minn xi moviment fil-kavità tal-halq jew bis-swaba (per eżempju: tagħfas il-ġobon bis-swaba)

L-ogħla limitu (nom)

L-ogħla limitu assolut:

valur minimu ta' stimolu sensorju li jagħti lok għal:

— id-dehra ta' xi sensazzjoni (l-ogħla limitu tal-istimolu jew l-ogħla limitu tal-hass), jew

— l-identifikazzjoni tas-sensazzjoni (l-ogħla limitu ta' għarfien).

L-ogħla limitu tad-differenza:

valur minimu ta' stimolu sensorju li jagħti lok għal xi differenza perċettibbli fl-intensità tas-sensazzjoni.

L-ogħla limitu terminali:

valur massimu ta' xi stimolu li oghla minnu xi żjieda fl-intensità ma tinhasx.

L-ogħla limitu ta' preferenza:

valur minimu kwantitattiv ta' xi stimolu jew valur kritiku oghla mill-ogħla limitu ta' dak l-istimolu li fih jidher rispons ta' attrazzjoni jew ta' rifjut fir-rigward tal-istimolu newtrali, per eżempju, fl-ghażla bejn soluzzjoni biz-zokkor u ilma.

Nota: Għandha ssir distinzjoni bejn l-ogħla limitu ta' preferenza assoluta u l-ogħla limitu ta' preferenza divrenzjali.

Taht l-ogħla limitu (aġġettiv):

taht l-ogħla limitu assolut.

Fuq l-ogħla limitu (aġġettiv):

'l fuq mill-ogħla limitu assolut.

Ghejja sensorja:

forma speċifika ta' addattament sensorju li fiha jitfaċċa nuqqas fis-sensittività.

Kumpens (nom):

riżultat tal-interazzjoni ta' tahlita ta' stimoli b'mod illi kull wiehied jinhass b'anqas intensità milli kieku kien qieghed jahdem wahdu.

Sinerġiku (aġġettiv):

effetti jew azzjonijiet flimkien ta' ċerti sostanzi li fihom, l-intensità tal-attributi organolettiċi li jirriżultaw mit-tahlita jaqbzu s-somma tal-intensitajiet ta' kull attribut mehud separatament.

Effett ta' kuntrast:

żieda fir-rispons għad-differenzi bejn żewġ stimoli simultani jew konsekuttivi.

L-oppost tal-effett ta' konverġenza.

Effett ta' konverġenza:

tnaqqis fir-rispons għal differenzi bejn żewġ stimoli simultani jew konsekuttivi; l-oppost tal-effett ta' kuntrast.

2.3. Terminoloġija marbuta ma' l-attributi organolettiċi

Aċidu (aġġettiv):

(a) jiddeskrivi t-togħma primarja prodotta mis-soluzzjonijiet milwiema dilwiti ta' bosta sostanza aċidi (per eżempju, aċidu ċitriku, aċidu lattiku, aċidu tartariku);

(b) jiddeskrivi l-attribut ta' sostanzi puri jew tahlitiet li jipproduċi din it-togħma.

In-nom li jikkorrispondi huwa aċidità

Qares (aġġettiv):

jiddeskrivi s-sensazzjoni ta' xamm u togħma li fihom l-aċidi ġeneralment prodotti mill-fermentazzjoni huma predominanti, kif ukoll l-ikel li jipproduċi din is-sensazzjoni.

Xi fatturi li jwasslu għal din is-sensazzjoni huma marbutin mal-fermentazzjoni, per eżempju l-fermentazzjoni lattika jew aċidika, ta' xi prodott tal-ikel.

Morr (aġġettiv):

- (a) jiddeskrivi t-toghma primarja prodotta minn soluzzjonijiet milwiema dilwiti bhal kinina, kaffeina u ċerti alkaloidi
- (b) jiddeskrivi l-attribut ta' sostanzi puri jew tahlitiet li jipproduċi din it-toghma.

In-nom li jikkorrispondi huwa mrar.

Mielah (aġġettiv):

- (a) sensazzjoni karatteristika li tinhass mis-sens tat-toghma, l-aktar eżempju tipiku tagħha huwa prodott minn soluzzjoni ta' klorur tas-sodju;
- (b) jiddeskrivi l-attribut ta' sostanzi safja jew tahlitiet li jipproduċi din it-toghma.

In-nom li jikkorrispondi huwa mluha.

ħelu: (aġġettiv):

- (a) jiddeskrivi t-toghma primarja prodotta minn soluzzjonijiet milwiema dilwiti bħas-sukrożju.
- (b) jiddeskrivi l-attribut ta' sostanzi puri jew tahlitiet li jipproduċi din it-toghma.

In-nom li jikkorrispondi huwa ħlewwa.

Stringenti (aġġettiv):

- (a) jiddeskrivi s-sensazzjoni komplessa prodotta fil-halq minn soluzzjoni milwiema dilwita ta' prodotti bħat-tannini (per eżempju tannini tal-kaki jew tannini tal-pruna)
- (b) jiddeskrivi l-attributi ta' sostanzi puri jew tahlitiet li jipproduċi din is-sensazzjoni.

(In-nom li jikkorrispondi huwa stringenza).

Benna (nom):

benna tfisser it-tahlita ta' sensazzjonijiet ta' xamm, toghma, ħass u kinestetici li tippermetti li xi assessur jidentifika u jwaqqaf kriterju, favorevoli jew sfavorevoli, ta' bosta livelli.

Toghma (nom):

- (a) sensazzjonijiet li jinhassu meta l-papillae tat-toghma jiġu stimulati minn xi sostanzi li jinhallu.
- (b) attribut ta' sensazzjoni speċifika prodotta minn sostanzi bhal dawn.

Toghma primarja (nom):

kwalunkwe wahda mit-togħmiet distintivi li jingħad li minnhom hemm erba': ħelwa, mielha, aċida, morra.

Riħa (nom):

- (a) tahlita ta' sensazzjonijiet li tinhass mill-organu tax-xamm meta wiehed ixammem ċerti sostanzi volatili;
- (b) attribut tas-sensazzjoni speċifika prodotta minn kwalunkwe wahda mis-sostanzi ta' hawn fuq.

Aroma (nom):

- (a) sensazzjonijiet ta' pjaċir li jinhassu indirettament mill-organu tax-xamm meta wiehed itieghem l-ikel.
- (b) fil-profumerija u flingwi mhux speċjalizzati, dan it-terminu huwa wkoll applikat għall-istess sensazzjonijiet li jinhassu direttament mill-innieher.

Toghma ta' wara; toghma residwa (nom):

tahlita ta' sensazzjonijiet li jinhassu wara li l-istimolu jkun għeb mill-halq u li tvarja mis-sensazzjonijiet li jinhassu qabel.

Aromatika (aġġettiv):

- (a) jiddeskrivi l-attribut ta' sostanzi puri jew tahlitiet li mad-dewqan jipproduċu sensazzjonijiet magħrufa bhala aroma;
- (b) jiddeskrivi l-prodotti li meta jiġu eżaminati direttament permezz tal-innieher jipproduċu sensazzjonijiet ta' fwieha u freskezza

Nisġa (nom):

karatteristiċi tal-istat solidu jew reoloġiku ta' xi prodott, li t-tahlita tagħhom tista' tistimula r-riċetturi mekkanici waqt id-dewqan, b'mod partikolari dawk li jinsabu fil-halq

Nota: Dan it-terminu jirreferi biss għall-attributi oġġettivi, mhux għas-sensazzjonijiet prodotti li ssir referenza għalihom minn termini generali bħal konsistenza, fibrożità, tidlik, eċċ.

Tlaħliħ tal-halq:

azzjoni li permezz tagħha xi ikel preżenti fil-halq jidhol f'kontatt mal-partijiet sensitivi kollha tal-halq b'mod illi s-sensazzjonijiet li jipproduċi fil-halq ikunu jistgħu jinhassu.

Nota: Dan il-vokabolarju jista' jitwessa billi wiehed jikkonsulta l-ISO standards 5492, Partijiet I sa V u pubblikazzjonijiet oħra bħal J. L. Magnen bl-isem *Les cahiers de Coordination des Etudes et Recherches sur la Nutrition et l'Alimentation*, eċċ.

TAZZI GHAD-DEWQAN TAŻ-ŻEJT

1. SKOP

L-għan ta' dan il-mudell huwa li jiddeskrivi l-karatteristiċi tat-tazza maħsuba għall-użu fl-analiżi organolettika taż-żjut tal-ikel (riħa, toġhma, benna)

Barra minn hekk, jiddeskrivi l-apparat ta' shana addattat mehtieg biex tintlaħaq u tinzamm it-temperatura xierqa għal din l-analiżi.

2. DESKRIZZJONI TAT-TAZZA

L-istampa fid-Figura 1 tipprova tistabbilixxi l-aqwa karatteristiċi mixtieqa f'biċċa apparat ta' dan it-tip, li jista' jiġi speċifikat kif ġej:

- (a) l-ogħla grad ta' sodezza, li ma jhallix it-tazza tegħleb u jinfirx iż-żejt;
- (b) qieġh li jaqbel sewwa ma' l-ingastraturi tal-apparat tas-shana sabiex il-qieġh tat-tazza jishon b'mod uniformi;
- (c) forma li hija l-aktar wiesgħa fil-qieġh sabiex il-komponenti volatili taż-żejt jiġu rilaxxati malajr iżda dejqa fil-halq sabiex l-istess komponenti jikkonċentraw ruħhom malajr, biex b'hekk jinhassu aħjar u jiġu identifikati mill-imnieher;
- (d) magħmula minn hġieg ta' kulur skur biex id-dewwieq ma jarax il-kulur taż-żejt, b'hekk iwarrab kull preġudizzju u jimpedixxi t-tiswir possibbli ta' preġudizzji jew tendenzi.

2.1. Dimensjonijiet

It-tazza hija mhażża fil-Figura 1, u għandha dawn id-dimensjonijiet:

— kapacià totali	130 ml ± 10 ml,
— għoli totali	60 mm ± 1 mm,
— djametru tal-bokka	50 mm ± 1 mm,
— djametru tat-tazza fl-usa parti tagħhao	70 mm ± 1 mm,
— djametru tal-qieġh	35 mm ± 1 mm,
— hxuna tal-hġieg fil-għub	1,5 mm ± 0,2 mm,
— hxuna tal-qieġh tat-tazza	5 mm ± 1 mm.

Kull tazza għandha tkun mghammra b'ghata tal-hġieg, li d-djametru tiegħu għandu jkun 10 mm akbar mill-bokka tat-tazza. Dan l-ghatu tal-hġieg għandu jintuza bħala ghata biex ma jhallix li tintilef l-aroma u jidhol it-trab.

2.2. Karatteristiċi tal-manifattura

It-tazza għandha tkun magħmula minn hġieg rezistenti; għandha tkun skura sabiex il-kulur tal-kontenut ma jkunx jidher, u għandha tkun hielsa minn grif jew bzieaq.

Ix-xifer għandu jkun wati, lixx u mqabbeż.

It-tazza għandha tkun ittemprata sabiex tiflah għal tibdil fit-temperatura li għandha tgħaddi minnu fit-test.

2.3. Istruzzjonijiet għall-użu

It-tazzi għandhom jitnaddfu bl-użu ta' sapun minnġhajr riha jew detergent imbagħad jitlahalhu b'mod ripetutament sakemm l-aġent li jnaddaf jiġi eliminat għal kollox. L-aħħar tlaħliha għandha tkun b'ilma ddistillat, u wara t-tazzi għandhom jithallew joqtru mbagħad jitnixxfu fil-forn tat-tnixxif.

Ma għandhom jintużaw la aċidi kkonċentrati u lanqas tahlitat ta' aċidu kromiku.

It-tazzi għandhom jinżammu fil-forn sakemm isir il-hin biex jintużaw jew għandhom jinżammu f'armarju li fih jiġu mħarsa minn tniġġis minn xi rwejjah estranji

Qabel l-użu, wiehed għandu jxomm kull tazza biex jara li ebda riha estranja ma tkun preżenti. Meta t-test ikun qiegħed jiġi mhejji wiehed għandu jara li jzomm kont tal-kitba ta' tifsir fuq kull tazza u ż-żejt li fiha. L-organizzatur tat-test għandu jkun l-unika persuna li tkun taf din ir-relazzjoni kitba ta' tifsir/żejt.

3. APPARAT TA' TISHIN TAL-KAMPJUNI

Il-kampjuni għandhom jiġu organolettikament eżaminati f'ċerta temperatura li, fil-każ taż-żjut, għandha tkun 28 ± 2 °C. Għal dan il-ghan, għandu jiġi installat apparat ta' tishin (ara Figura 2) f'kull kamra qrib id-dewwieq. Huwa magħmul minn blokka tal-aluminju mgħaddsa f'banju ta' ilma kkontrollat termostatikament sabiex tinzamm temperatura kostanti. Din il-blokka għandha serje ta' ingastaturi li jaqblu mal-qiegħan tat-tazzi. Id-differenza fit-temperatura bejn il-mezz ta' tishin u ż-żejt li jinsab fit-tazzi mdeffsa fl-ingastaturi ta' bosta mill-blokki ma għandhiex tkun aktar minn ± 2 °C

Figura 1 - Tazza tad-dewqan

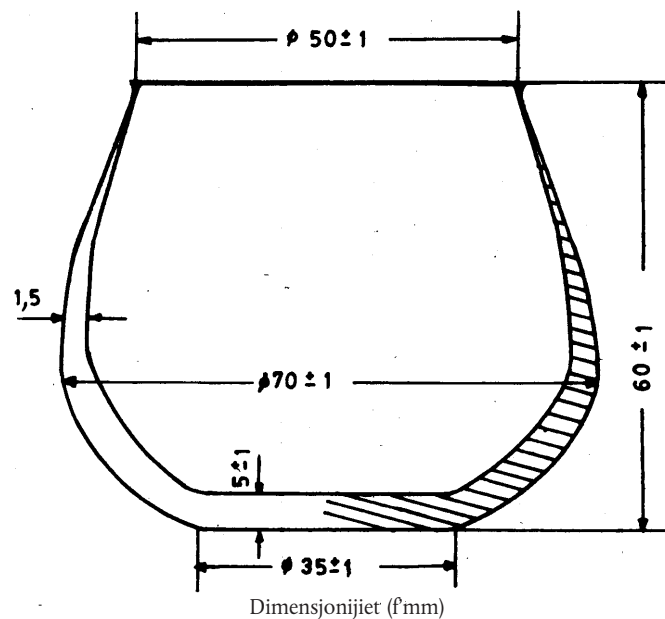
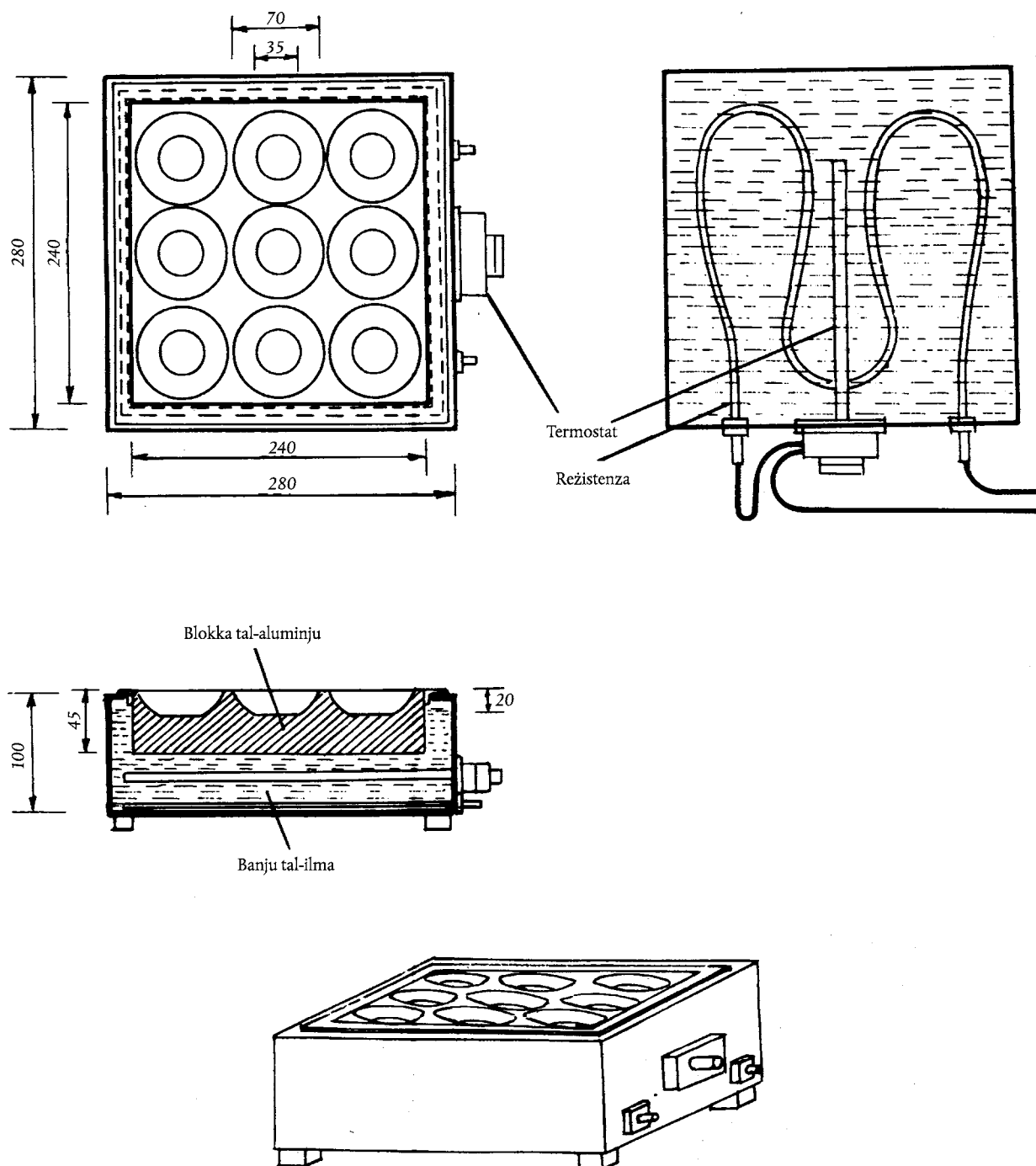


Figura 2 - Apparat ta' tishin tal-kampjuni (daqsjiet f'millimetri)



GWIDA GHALL-ISTALLAZZJONI TA' KAMRA TAT-TESTIJET**1. INTRODUZZJONI**

Il-kamra tat-testijiet hija ddisinjata biex tipprovdi lill-bord li jkun qiegħed jiehū sehem fit-testijiet sensorji b'ambjent xieraq, komdu, standardizzat li jiffaċilita x-xogħol u jghin biex itejjeb ir-ripetibilità u r-riproducibilità tar-riżultati.

2. SKOP

L-ghan ta' dan il-mudell huwa li jispeċifika l-kondizzjonijiet li għandhom jiġu sodisfatti meta tiġi nstallata kamra tat-testijiet.

3. KARATTERISTIĊI ĠENERALI TAL-ISTALLAZZJONI

Il-bini, kbir kemm ikun kbir (ara 3.1), għandu jissodisfa dawn il-karatteristiċi:

Għandu jkun pjaċevoli u mdawwal sewwa (ara 3.2) iżda ta' stil newtrali. Għal dan il-ghan, kulur li jikkalma, li ma jiġbidx l-attenzjoni u ċar huwa rakkomandat għall-hitana sabiex tinholq atmosfera rilassata ⁽¹⁾

Il-bini għandu jkun b'mod li jista' jitnaddaf malajr u għandu jkun maqtuġħ minn kwalunkwe sors ta' hoss; għalhekk, preferibbilment, għandu jkun soundproofed. Għandu jinżamm hieles minn irwejjaħ estranji u għalhekk, jekk ikun possibbli, għandu jiġi mghammar b'mezz effettiv ta' ventilazzjoni. Jekk il-fluttwazzjonijiet fit-temperatura tal-ambjent hekk jitolbu, il-kamra tat-testijiet għandha tkun mghammra bl-arja kkondizzjonata biex l-atmosfera tinżamm qrib 1-20 sat-22 °C.

3.1. Dimensjonijiet

Id-dimensjonijiet tal-bini spiss jiddependu fuq il-possibilitajiet tal-laboratorji jew kumpanniji. Ġeneralment, għandu jkun biżżejjed spazjuż biex jippermetti l-installazzjoni ta' 10 kmamar u zona fejn jithejjew il-kampjuni..

Iżda, huwa ovvju li aktar ma tkun kbira ż-żona għall-installazzjonijiet aktar ahjar, minhabba li ż-żoni awżiljari jistgħu jiġu provvduti, per eżempju, biex jitnaddaf l-apparat, jittraŋġaw it-thejjijiet kulinari u jsiru laqgħat b'bordijiet miftuħin.

3.2. Dawl

Id-dawl ġenerali, kemm tax-xemx kif ukoll mill-lampi (per eżempju, dawl fi strippi) għandu jkun uniformi, kontrollabbli u mifruż.

3.3. Temperatura u kondizzjonijiet igrometriċi.

Il-bini għandu jinżamm il-hin kollu f'temperatura pjaċevoli u f'kondizzjonijiet igrometriċi tajbin. Għajr f'ċirkostanzi speċjali, temperatura ta' 20 ° sa 22 °C u kondizzjonijiet igrometriċi ta' 60 sa 70 % ta' umidità relattiva huma rakkommandati.

4. DESKRIZZJONI TAL-KOMPARTIMENTI**4.1. Karatteristiċi ġenerali**

Il-kompartimenti ta' analiżi sensorja għandhom jitqegħdu ma' ġenb xulxin fil-bini. Għandhom ikunu identiċi u mifrudin b'divizorji li għandhom ikunu għoljin u wesghin biżżejjed biex jiżolaw id-dewwieqa meta jkunu bil-qiegħda.

Il-kompartimenti jistgħu jkunu magħmulin minn kull materjal xieraq li jista' jitnaddaf malajr u jittiehed hsieb tiegħu (per eżempju, injam, plywood vetrifikat, panewijiet laminati, eċċ). Jekk tintuża żebgħa, din għandha tkun għal kollox bla riha meta niexfa.

Is-siġġijiet ipprovvduti fil-kompartimenti għandhom ikunu komdi u jkollhom mezz għall-aġġustament tal-ġholi.

Kull kompartiment għandu jkollu dawl individwali, li d-direzzjoni u l-intensità tiegħu jkunu jistgħu jiġu rregolati.

Huwa rrakkomandat hafna li l-kompartimenti jkunu mghammra b'buttuna mqabbda ma' dawl fuq barra li permezz tiegħu d-dewwieq juri lill-attendent li jkun barra li huwa spicċa t-test, għandu b'żonn aktar kampjuni, jonqsu xi biċċa apparat, induna b'xi irregolarità, jew jixtieq tagħrif, eċċ. mingħajr ma jfikkil lid-dewwieqa l-oħra.

⁽¹⁾ L-iskema ta' kuluri tal-kamra u d-dawl tagħha jistgħu jeffettwaw ir-riżultati tal-analiżi sensorja

4.2. Dimensjonijiet

Il-kmamar għandhom jkunu kbar biżżejjed u komdi. B'mod ġenerali, għandu jkollhom d-dimensjonijiet li ġejjin:

- wisa':
0,75 m (mingħajr sink)
0,85 (bis-sink);
- tul:
0,50 m (mejda)
0,20 m żejjed għad-diviżorju;
- għoli tad-diviżorji:
0,60 m minimu mill-mejda;
- għoli tal-mejda:
0,75 m.

4.3. Tqassim

Il-wiċċ tal-mejda għandu jkun b'mod li titnaddaf malajr.

Parti minn dan il-wiċċ għandu jintuża għal sink ipprovdut b'vit tal-ilma għax-xorb. Izda, jekk dan mhuwiex prattikabbli, l-ispażju jista' jintuża għal tray, sputatur jew xi biċċa apparat simili.

Meta, matul it-test, il-kampjuni għandhom jinżammu f'temperatura kostanti li tkun fuq jew taht it-temperatura tal-ambjent, huwa rakkomandat li jkun hemm mezz xieraq disponibbli għal dan il-għan (banju marija, bażi li ssahhan, eċċ).

Tista' titwahhal ukoll xkaffa f'għoli ta' madwar 1,10 metri mill-art biex jitpoġġew fuqha bosta aċċessorji (tazez, apparat żgħir, eċċ).

Jekk it-tqassim tal-kmamar fil-kamra tat-test jippermetti dan, huwa ta' min ikun hemm mezz installat li jaġevola l-preżentazzjoni tal-kampjuni. Dan jista' jkun taht forma ta' sportell (Figura 1), xi mezz vertikali li jdur (Figura 2) xieraq għat-tazzi u l-kikkri (reċipjenti għoljin), jew xi sportell li jinfetaħ orizzontalment meta r-reċipjenti li fihom jinżammu l-kampjuni huma żgħar (Figura 3). Hija sempliċement kwistjoni li tara li l-fetha hija kbira biżżejjed biex jgħaddu minnha il-gabarreġiet u t-tazzi li jkun fihom il-kampjuni.

Ara l-Figura 4 għal eżempju ta' kamra tat-testijiet u bini addizzjonali.

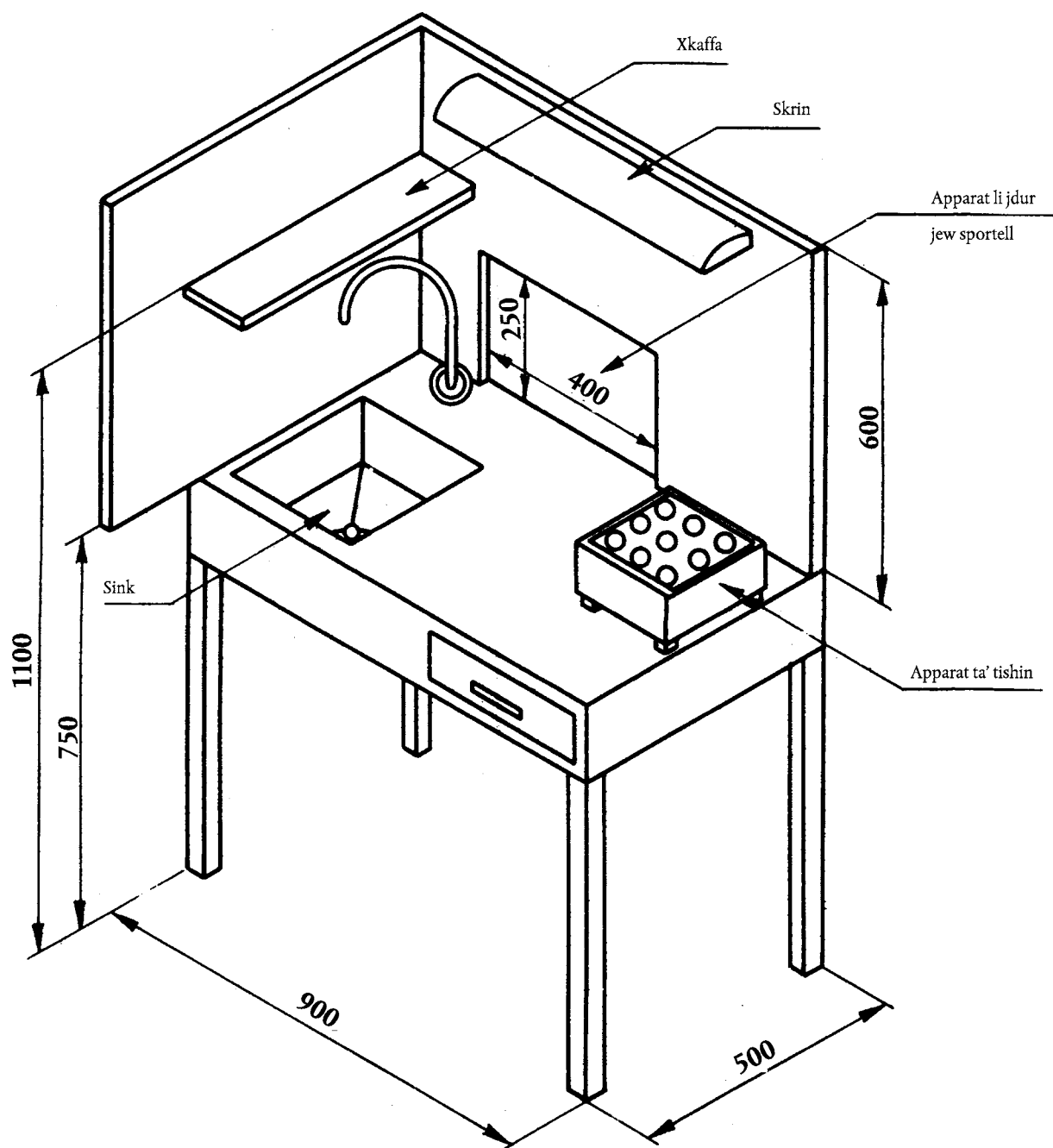
5. BINI ADDIZZJONALI

Jekk ikun hemm spazju biżżejjed, huwa rakkommandabbli li jkun provdut għal bini addizzjonali għat-thejġja tal-kampjuni (kulinariji jew oħrajn), l-irranġar tat-tazzi u fejn isiru d-diskussjonijiet qabel u wara t-testijiet. Jekk ikun disponibbli, dan il-bini għandu jinżamm nadif; bl-ebda mod ma għandhom xi rwejjah, hsejjes jew kliem minn dan il-bini jtellf ix-xogħol tal-assessuri fil-kamra tat-testijiet.

Noti: Il-kondizzjonijiet ideali huma deskritti. Izda, jekk ma jkunx possibbli li jkun hemm installazzjoni bħal din disponibbli għall-analiżi sensorja biss, it-testijiet jistgħu jsiru f'bini li jissodisfa l-kondizzjonijiet minimi deskritti (dawl, temperatura, hoss, rwejjah) billi jitwaqqfu kompartimenti mobbli magħmulin minn elementi li jiltwew b'mod illi, tal-inqas, jiżolaw id-dewwieqa minn xulxin.

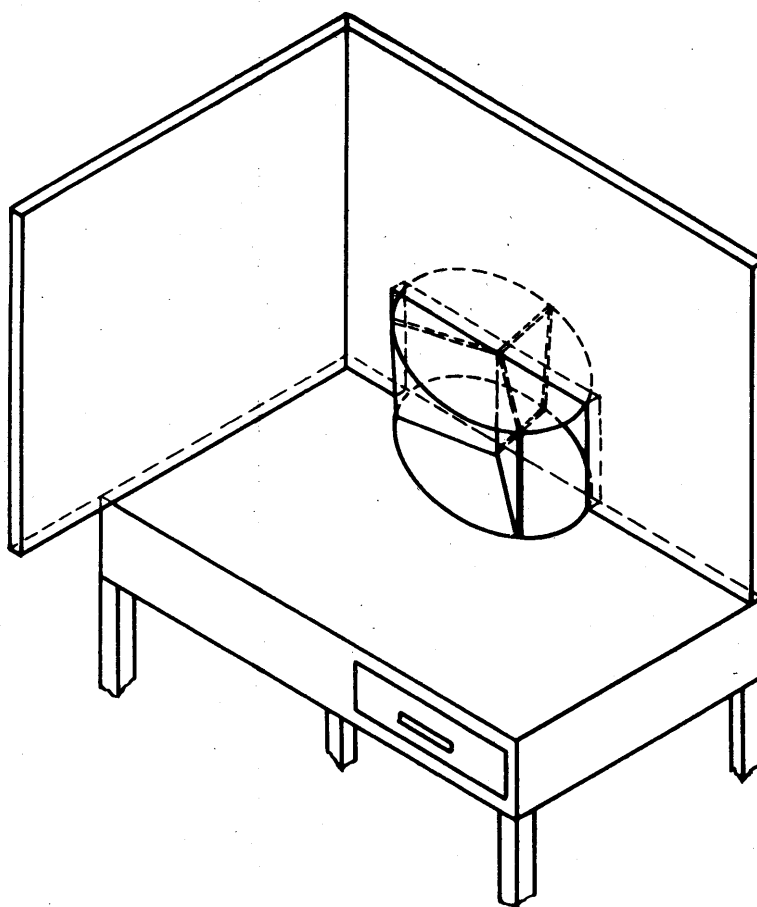
ARRANGAMENT TAL-KOMPARTIMENT

Figura 1



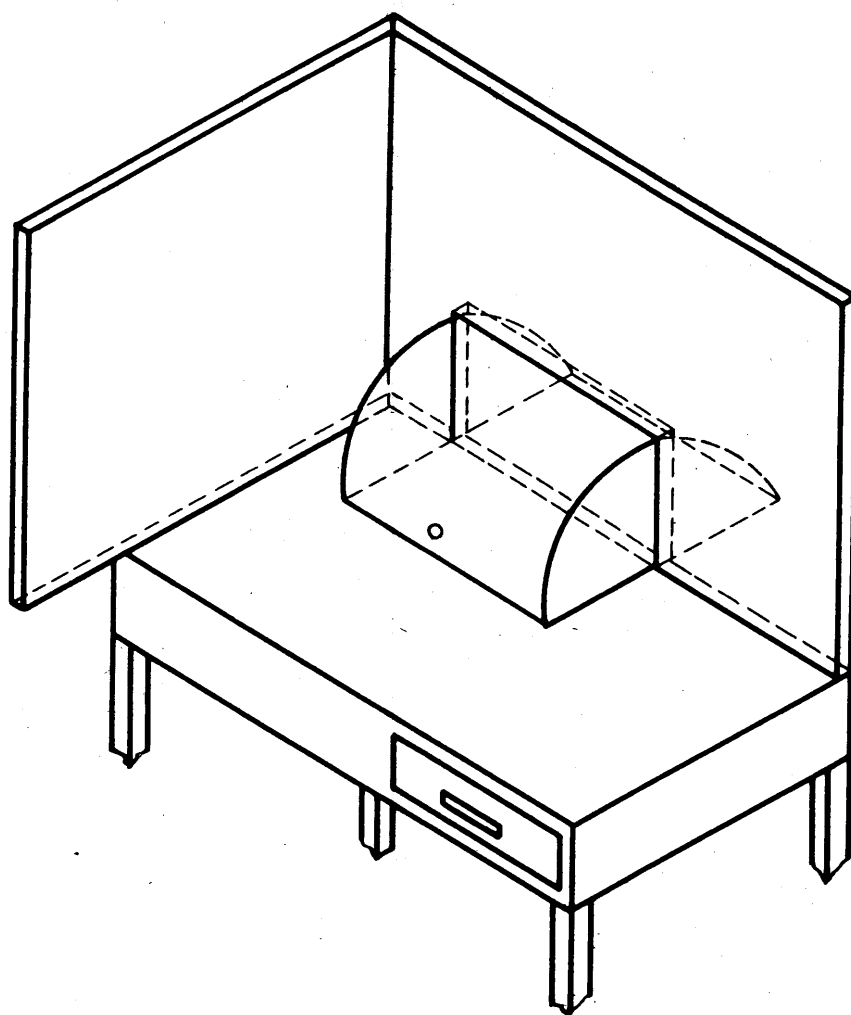
MEZZ LI JDUR GHALL-PREŻENTAZZJONI TAL-KAMPJUNI

Figura 2



SPORTELL GHALL-PREŻENTAZZJONI TAL-KAMPJUNI

Figura 3



L-ANNESS XIII

PROVA LI JKUN SAR IR-RAFFINAR

1. NEWTRALIZZAZZJONI U TELF TA' KULUR TAŻ-ŻEJT TAŻ-ŻEBBUĠA FIL-LABORATORJU

1.1. Newtralizzazzjoni taż-żejt

1.1.1. Apparat

- flask, twil 300 ml,
- ċentrifuga tal-laboratorju b'tubi ta' 100 ml,
- flask, 250 ml,
- flixxen bil-qiegh tond, 100 ml,
- lembut ta' separazzjoni, 1 litru.

1.1.2. Reaġenti

- soluzzjoni milwiema ta' 12 % tal-idrossidu tas-sodju,
- soluzzjoni ta' alkohol tal-etil ta' phenolphthalein ta' 1 %,
- hexane pur, AR,
- propan-2-ol pur ta' AR.

1.1.3. Proċedura

- (a) *Żjut b'kontenut ta' aċidu grass hieles, espress b'hala aċidu oleiku, ta' anqas minn 30 %*

Qiegħed 50 g ta' żejt mhux raffinat fi flask ta' 300 ml u saħħan sa 65 °C f'banju bl-ilma. Żid kwantità ta' soluzzjoni ta' 12 % ta' idrossidu tas-sodju li tikkorrispondi ma' l-aċidu hieles taż-żejt, b'eċċess ta' 5 %, filwaqt li thawwad il-hin kollu. Kompli hawwad għal hames minuti, filwaqt li żżomm it-temperatura f'65 °C.

Ferragh it-tahlita fit-tubi ta' 100 ml tal-makna ċentrifuga w ifred il-pasta tas-sapun biċ-ċentrifugazzjoni. Ferragh iż-żejt mkewwes fi flask ta' 250 ml u aħsel b'50 sa 60 ml ilma ddistillat jagħli, filwaqt li tneħhi l-ilma permezz ta' sifun. Ibqa' aħsel sakemm titneħha kull traċċa ta' fdal ta' sapun (jgħib il-kulur roża fil-phenolphthalein)

Iċċentrifuga ż-żejt biex telimina kull kwantità zġhira ta' fdal ta' ilma

- (b) *Żjut b'kontenut ta' aċidu grass hieles imfisser b'hala aċidu oleiku li jaqbeż it-30 %.*

F'lembut ta' separazzjoni tal-litru qiegħed 50 g ta' żejt mhux raffinat, 200 ml ta' hexane, 100 ml ta' propan-2-ol u kwantità ta' soluzzjoni ta' 12 % ta' idrossidu tas-sodju li tikkorrispondi għall-aċidu liberu taż-żejt, b'eċċess ta' 0,3 %.

Hawwad sewwa għal minuta. Żid 100 ml ta' ilma ddistillat, erga' hawwad u hallieh joqgħod

Wara li jiġu mifrudin is-saffi, halli s-saff ta' isfel li jkun fih is-sapunijiet iqattar kollu. Bejn iż-żewġ saffi (żejtni fuq u milwiem taht) spiss jiffurma saff nofsani magħmul minn muċillagħini u sostanzi li ma jinhallux li għandhom jiġu mwarrba wkoll.

1.2. Telf ta' kulur ta' żejt newtralizzat

1.2.1. Apparat

- flixxun b'qiegh tond, 250 ml, bi tliet għenuq ta' hġieg immolat għad-dhul fihom ta':
 - (a) termometru gradat fi gradi u li jiehu qari sa 90 °C
 - (b) hawwada li taħdem b'mod mekkaniku li taħdem fuq 250 sa 300 dawra kull minuta, mgħammra biex taħdem f'vakwu;
 - (c) tqabbid ta' pompa b'vakwu,
- pompa bil-vakwu, b'manometru, li jagħti pressjoni residwa ta' 15 sa 30 millibar.

1.2.2. Procedura

Iżen madwar 100 g ta' żejt newtralizzat fil-flixkun ta' tliet għenuq. Deffes it-termometru u l-hawwada, qabbad il-pompa bil-vakwu u saħħan sa 90 °C, filwaqt li thawwad il-hin kollu. Żomm din it-temperatura, filwaqt li tkompli thawwad, sakemm iż-żejt li jkun irid jiġi analizzat jkun għal kollox hieles mill-ilma (madwar 30 minuta). Imbagħad ikser il-vakwu u žid 2 sa 3 g ta' hamrija attivata.

Erga' qabbad il-vakwu sakemm tinkiseb pressjoni residwa ta' 15 sa 30 millibar u, filwaqt li żżomm temperatura ta' 90 °C, hawwad għal 30 minuta b'madwar 250 dawra kull minuta.

Iffiltra sakemm għadu shun f'forn termostatiku (50 sa 60 °C).

L-ANNESS XIV

NOTI ADDIZZJONALI 2, 3 U 4 GHALL-KAPITOLU 15 TAN-NOMENKLATURA MAGHQUDA.

1. "Nota 2 A: Għal għanijiet tal-kodiċi NM 1509 u 1510, 'żejt taż-żebbuġa' ifisser żjut miksubin biss mit-trattament taż-żebbuġ, eskluż żejt taż-żebbuġa ri-esterifikat u tahlitat ta' żejt taż-żebbuġa ma' żjut oħra.

Il-preżenza ta' żejt taż-żebbuġa ri-esterifikat jew ta' żjut oħra hija aċċertata bl-użu tal-metodi stabbiliti f'Annexi V, VII, IX, X u XII. Il-karatteristiċi analitiċi tal-kompożizzjoni tal-isterol u dik aċidika taż-żjut kollha taż-żebbuġa taht il-kodiċi NM 1509 u 1510 jidhru fit-tabella hawn taht.

Tabella I - Kompożizzjoni aċidika bhala persentaġġ tat-total		Tabella II - Kompożizzjoni ta' steroli bhala persentaġġ tat-total	
Aċidu miristik	M 0,1	Chloesterol	M 0,5
Aċidu linoleniku	M 0,9	Brassicasterol	M 0,2
Arachidic	M 0,7	Campesterol	M 4,0
Eicosanoic acid	M 0,5	Stigmasterol	campesterol
Behenic acid	M 0,3	Betasitosterol ⁽¹⁾	m 93,0
Aċidu linjoċeriku	M 0,5	Δ 7-stigmasterol	M 0,5

M = massimu

m = minimu

⁽¹⁾ Delta-5-23 Stigma sterol + Cholesterol + Betasitosterol + Sitostanol + Delta-5-Avenasterol + Delta-5-24-Stigmastadienol

Nota 2 B: 'żejt vergni taż-żebbuġa' jfisser żejt miksub biss miż-żebbuġ bl-użu ta' mezzi mekkaniċi jew mezzi oħra fiżiċi taht kondizzjonijiet, u b'mod partikolari kondizzjonijiet termali, li ma jwasslux għad-deterjorament taż-żejt, u li ma jkunx ġie ttrattat b'mod iehor għajr il-ħasil, tkewwis, ċentrifugazzjoni jew filtrazzjoni, iżda bl-esklużjoni ta' żejt miksub minn żebbuġ bl-użu ta' solventi (1510) u definit f'Sezzjonijiet I u II hawn taht.

- I. Għal għanijiet tas-subintestatura 1509 10 10, 'żejt virgini lampanti taż-żebbuġa', tkun xi tkun l-aċidità tiegħu, tfisser żejt taż-żebbuġa bi:

- (a) kontenut ta' *alkohol alifatiku* li ma jaqbiżx 400 mg/kg;
- (b) kontenut erythrodol u uvaol li ma jaqbiżx 4,5 %;
- (c) kontenut faċidi saturati mxahhmin fil-pożizzjoni 2 fit-trigliceridi ta' mhux aktar minn 1,3 % u/jew
- (d) wahda mill-karatteristiċi li ġejjin:

— (d1) numru ta' perossidu oghla minn 20 meq O₂/kg;

— (d2) kontenut ta' solventi volatili aloġenati li jaqbz 0,2 mg/kg jew 0,1 mg/kg għal kwalunkwe wieħed mis-solventi;

— (d3) koeffiċjent ta' estinzjoni K₂₇₀ (100) oghla minn 0,250 u, wara t-trattament taż-żejt bl-alumina attivata, mhux oghla minn 0,11. Xi żjut li għandhom kontenut ta' aċidu grass liberu, mfisser bhala aċidu oleiku, ta' aktar minn 3,3 g għal kull 100 g wara li jghaddi minn ġewwa l-alumina attivata, skond il-metodu stabbilit f'Anness XV, jista' jkollhom koeffiċjent ta' estinzjoni K₂₇₀ oghla minn 0,11. Jekk jiġri dan, wara n-newtralizzazzjoni u t-tneħħija tal-kulur fil-laboratorju, għandu jkollhom dawn il-karatteristiċi:

- koefiċjent ta' estinzjoni K_{270} mhux oghla minn 1,20;
- varjazzjoni fil-koefiċjent ta' estinzjoni (ΔK) ⁽¹⁾ inħawi ta' madwar 270 nm, oghla minn 0,01 iżda mhux oghla minn 0,16;

— (d4) karatteristiċi organolettiċi li jinkludu difetti li jinħassu li jaqbiż l-limiti ta' aċċettabilità u puntegg tat-Test tal-Bord aktar baxx minn 3,5.

II. Għall-ghanijiet tas-subintestatura 1509 10 90, 'żejt vergni taż-żebuga' jfisser żejt taż-żebuga li jkollu l-karatteristiċi li ġejjin:

- (a) kontenut ta' aċidu, mfisser bħala aċidu oleiku, li ma jaqbiż it-3,3 għal kull 100 g;
- (b) numru ta' perossidu mhux oghla minn 20 meq 02/kg;
- (c) kontenut ta' alkohol alifatiku li ma jaqbiż 300 mg/kg;
- (d) kontenut f'solventi volatili alogenati li ma jaqbiż 0,2 m/kg b'kollox u ma jaqbiż 0,1 mg/kg għal kull solvent;
- (e) koefiċjent ta' estinzjoni K 270 mhux oghla minn 0,250 u, wara t-trattament taż-żejt b'alumina attivata, mhux oghla minn 0,10 ⁽²⁾ ;
- (f) varjazzjoni tal-koefiċjent tal-estinzjoni (ΔK) (), fl-inħawi ta' 270 nm, mhux oghla minn 0,010;
- (g) karatteristiċi organolettiċi li jistgħu jinkludu difetti li jinħassu fi hdan il-limiti ta' aċċettabilità u puntegg tat-Test tal-Bord oghla minn 3,5;
- (h) kontenut erythrodiol u uvaol li ma jaqbiż 4,5 %;
- (i) kontenut faċidi grassi saturati fil-pożizzjoni 2 fit-trigliceridi li ma jaqbiż il-1,3 %.

Nota 2 ċ: Is-subintestatura 1509 90 00 tkopri żejt taż-żebuga miksub bit-trattament taż-żjut taż-żebuga li jaqgħu fi hdan is-subintestaturi 1509 10 10 jew 1509 10 90, sewwa jekk imħallat ma' żejt taż-żebuga vergni u sewwa jekk le, li jkollu l-karatteristiċi li ġejjin:

- (a) kontenut ta' aċidu, imfisser bħala aċidu oleiku, li ma jaqbiż it-3,3 għal kull 100 g;
- (b) kontenut ta' alkohol alifatiku li ma jaqbiż 350 mg/kg;
- (c) Koefiċjenti ta' estinzjoni (100) K_{270} oghla minn 0,250 u mhux oghla minn 1,20 u, wara t-trattament tal-kampjun b'alumina attivata, oghla minn 0,10 ;
- (d) varjazzjoni fil-koefiċjent ta' estinzjoni (ΔK), ta' madwar 270 nm, oghla minn 0,010 iżda mhux oghla minn 0,160;
- (e) kontenut erythrodiol u uvaol li ma jaqbiż 4,5 %;
- (f) kontenut faċidi grassi saturati fil-pożizzjoni 2 li ma jaqbiż 1,5 %.

Nota 2 D: Għall-ghanijiet tas-subintestatura 1510 00 10, 'żjut mhux raffinati' tfisser żjut, b'mod partikolari fdal ta' żjut taż-żebuga, li jkollhom il-karatteristiċi li ġejjin:

- (a) kontenut aċidu, mfisser bħala aċidu oleiku, iktar minn 2 g kull 100 g;
- (b) kontenut erythrodiol u uvaol li ma jaqbiż it-12 %;
- (c) kontenut faċidi grassi saturati fil-pożizzjoni 2 fit-trigliceridi li ma jaqbiż il-1,8 %.

Nota 2 E: żjut taht is-subintestatura 1510 00 90 jinkludu żjut miksubin mit-trattament ta' żjut li jaqgħu fi hdan is-subintestatura 1510 00 10, mħalltin jew le maż-żejt vergni taż-żebuga, li ma għandhomx il-karatteristiċi taż-żjut msemija f'punti I u II sakemm għandhom kontenut fl-aċidi grassi saturati fil-pożizzjoni 2 fit-trigliceridi li jaqbiż it-2 %.

⁽¹⁾ $\Delta K = K_m - 0,5 (K_m - \bar{K}_m \div 4)$

K_m tfisser il-koefiċjenti ta' estinzjoni fuq wavelength tal-quċcata tal-kurva ta' assorbiment ta' madwar 270 nm.

$\bar{K}_m = \frac{1}{4} \sum_{i=1}^4 K_{m_i}$ u K_{m_i} tfisser il-koefiċjenti ta' estinzjoni f'wavelengths ta' 4 nm iktar baxxi u oghla mill-wavelength K_m .

⁽²⁾ Jekk il- K_{270} jaqbeż 0,25, għandu jsir test għid wara l-mogħdija fuq l-alumina. K_{270} ma jistax jaqbeż 0,10.

2. "Nota 3: Is-subintestaturi 1522 00 31 u 1522 00 39 ma jkopru:
- (a) fdalijiet li jirriżultaw mit-trattament ta' sostanzi grassi li jkollhom żejt b'indici ta' jodju, stabbilit bi qbil mal-metodu stabbilit f'Anness XVI, aktar baxx minn 70 jew oghla minn 100;
 - (b) fdalijiet li jirriżultaw mit-trattament tas-sostanzi grassi li jkollhom żejt b'indici ta' jodju mhux aktar baxx minn 70 jew oghla minn 100, li minnhom l-area tal-quċċata li tirrappreżenta l-volum taż-żamma ta' -sitosterol, stabbilita skond l-Anness tar-Regolament imsemmi fin-Nota 4 addizzjonali hawn taht, hija inqas minn 93 % tal-areas totali tal-qċaċet ta' sterol."
3. "Nota 4: Il-metodi analitiċi biex jiġu ddeterminati l-karatteristiċi tal-prodotti imsemmija hawn fuq huma daww stabbiliti f'Annessi tar-Regolament (KEE) Nru 2568/91."
-

L-ANNESS XV

1. KONTENUT TA' ŻEJT TAL-FDAL TAŻ-ŻEBBUĠ

1.1. **Apparat**

- apparat xieraq ta' estrazzjoni mghammar bi flixxun b'qiegh tond ta' 200 sa 250 ml,
- msahhan bl-elettriku (eż, banju bir-ramel, banju bl-ilma) jew hotplate,
- bilanċ analitiku,
- forn irregolat sa massimu ta' 80 °C,
- forn msahhan bl-elettriku mghammar b'apparat termostatiku rregolat sa 103 ± 2 °C u iehor li minnu jista' jiġi mghoddi kurrent ta' arja jew li jista' jithaddem bi pressjoni mnaqqsa
- mithna mekkanika, faċli biex titnaddaf, u wahda li tippermetti it-thin tal-fdalijiet taż-żebbuġ minghajr żjieda fit-temperatura jew xi tibdil li jinhass fil-kontenut ta' umdità tagħhom, fil-materja volatili jew fis-sostanzi li jistgħu jiġu estratti bil-hexane.
- holqa ta' estrazzjoni u tajjar jew karta filtru li jkun digà tnehhew minnhom sostanzi li jistgħu jiġu estratti bil-hexane,
- dessikatur,
- passatur b'toqob ta' djametru ta' 1 mm,
- partikoli żgħar ta' haffiefa imnixxa minn qabel.

1.2. **Reaġent**

Hexane normali, ta' grad tekniku, li għandu jhalli fdal ta' anqas minn 0,002 g kull 100 ml, meta jevapora kollu.

2. PROCEDURA

2.1. **Thejjija tal-kampjun tat-test.**

Jekk ikun hemm bżonn, uża l-mithna mekkanika, li qabel tkun giet imnaddfa sew, biex tidhan il-kampjun tal-laboratorju sabiex tfarrku fi frak li jkun jista' jgħaddi għal kollox mill-għarbiel.

Uża madwar wahda minn għoxrin biċċa tal-kampjun biex ittemm il-proċess tat-tindif tal-mithna, armi l-materjal mithun, ithan li jibqa' u iġbor, hallat bir-reqqa u analizza minghajr dewmien.

2.2. **Porzjon tat-test**

Malli tintemm l-operazzjoni tat-thin, iżen madwar 10 g tal-kampjun sa l-eqreb 0,01 g għall-ittestjar.

2.3. **Thejjija tat-tubu ta' estrazzjoni**

Qiegħed il-porzjon tat-test fit-tubu u sodd bit-tajjar. Jekk tiġi wżata karta filtru, qartas il-porzjon tat-test fiha.

2.4. **Tnixxif preliminari**

Jekk il-fdal taż-żebbuġ huwa niedi hafna (i.e., umdità u kontenut materjali volatili aktar minn 10 %), wettaq it-tnixxif preliminari billi tpoġġi l-holqa mghobbija (jew karta filtru) fil-forn imsahhan għal żmien xieraq f'temperatura ta' mhux aktar minn 80 °C sabiex tnaqqas l-umdità u l-kontenut materjali volatili għal anqas minn 10 %.

2.5. **Thejjija tal-flask bil-qiegh tond**

Iżen sa l-eqreb 1 mg il-flask li fih partikola wahda jew tnejn mill-haffiefa, imnixxa minn qabel fil-forn f' 103 ± 2 °C imbagħad mkessha f'dessikatur għal mhux anqas minn siegħa.

2.6. **Estrazzjoni tal-bidu**

Fl-apparat ta' estrazzjoni deffes il-holqa (jew il-karta filtru) li fiha hemm il-porzjon tat-test. Ferragh il-kwantita meħtieġa ta' hexane fil-flask. Qiegħed il-flask fl-apparat ta' estrazzjoni u qiegħed kollox fuq il-banju msahhan b'mod elettriku. Irregola r-rata tas-shana b'mod li r-rata ta' rifluss ma tkunx anqas minn tliet qatriet kull sekonda (toghlija moderata, mhux bil-qawwa). Wara erba' sigħat ta' estrazzjoni, hallih jiksah. Nehhi l-holqa mill-apparat ta' estrazzjoni u qeghdha f'kurrent ta' arja biex tneħhi hafna mis-solvent li jkun ippenetra.

2.7. It-tieni estrazzjoni

Aqleb il-kontenut tal-holqa fil-micro-grinder u ithan fin kemm jista' jkun. Qiegħed lura t-tahlita mithuna fil-holqa minnġhajr ma twaqqà u poġġiha lura fl-apparat ta' estrazzjoni.

Issokta bl-estraxxjoni għal sagħtejn ohra billi tuża l-istess flask bil-qiegh tond li fih hemm l-estratt tal-bidu.

Is-soluzzjoni miksuba fil-flask ta' estraxxjoni trid tkun ċara. Jekk le, iffiltra minn karta filtru u aħsel il-flixkun oriġinali u l-karta filtru għal bosta drabi bil-hexane. Iġbor il-filtrat u s-solvent tal-hasil fi flask iehor bil-qiegh tond li jkun ġie mnixxef u ttarat sa l-eqreb 1 mg.

2.8. Tnehijja tas-solvent u l-użin tal-estratt.

Nehhi l-parti l-kbira tas-solvent billi tiddistilla fuq banju imsahhan bl-elettriku. Nehhi l-aħhar traċċi tas-solvent billi ssahhan il-flask fil-forn f' 103 ± 2 °C għal 20 minuta. Ghin il-proċess ta' eliminazzjoni jew billi tonfoħ l-arja fih, jew preferibbilment xi gass inerti, f'intervalli jew billi tuża pressjoni mnaqqsa

Halli l-flixkun f'dessikatur biex jiksah għal mill-inqas siegħa w iżen sa l-eqreb 1 mg.

Erga' saħhan għal 10 minuti taht l-istess kondizzjonijiet, kessah f'dessikatur u erga' iżen.

Id-differenza bejn iż-żewġ piżijiet ma għandix taqbeż 10 mg. Jekk jiġri hekk, erga' saħhan għal perjodi ta' 10 minuti u wara kessah u iżen sakemm id-differenza fil-piż tkun 10 mg jew inqas. Hu nota tal-aħhar piż tal-flixkun.

Wettaq determinazzjonijiet doppji fuq il-kampjun tat-test.

3. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI:

3.1. Metodu ta' determinazzjoni u l-formula

- (a) L-estratt mfisser bhala perċentwali bil-piż tal-prodott kif irċevut huwa ugħali għal:

$$S = m_1 \times \frac{100}{m_0}$$

fejn: S ja l-perċentwali bil-piż ta' estratt tal-prodott kif irċevut,
 m_0 = wa l-piż, fi grammi, tal-porzjon tat-test,
 m_1 = huwa l-piż, fi grammi, tal-estratt wara li jinxfef,

Hu bhala riżultat il-medja aritmetika tal-determinazzjonijiet duplikati, sakemm il-kondizzjonijiet ta' ripetibilità jiġu sodisfatti.

Agħti r-riżultat sa punt deċimali wiehed.

- (b) L-estratt huwa mfisser fuq bażi ta' materja niexfa bl-użu tal-formula:

$$S \times \frac{100}{100 - U} = \text{perċentwali ta' żejt ta' estratt fuq bażi niexfa}$$

fejn: S = il-perċentwali ta' estratt permezz tal-prodott kif irċevut (ara (a)), AT

U = hija l-umdità u l-kontenut tal-materja volatili.

3.2. Ripetibilità

Id-differenza bejn il-determinazzjonijiet duplikati mwettqa fl-istess hin jew eżatt wara xulxin mill-istess analista ma għandix taqbeż 0,2 g ta' estratt ta' hexane għal kull 100 g ta' kampjun.

Jekk din il-kondizzjoni ma tiġix sodisfatta, irrepiti l-analiżi fuq żewġ porzjonijiet ohra tat-test. Jekk, anki f'dan il-każ, id-differenza taqbeż 0,2 g, hu bhala riżultat il-medja aritmetika tal-erba' determinazzjonijiet.

L-ANNESS XVI

DETERMINAZZJONI TAL-VALUR TA' JODJU

1. SKOP

Dan l-Istandard Internazzjonali jispeċifika metodu għad-determinazzjoni tal-valur ta' jodju tax-xahmijiet u żjut tal-annimali u veġetali, minn issa 'l quddiem imsejthi xahmijiet.

2. DEFINIZZJONI

Għall-għanijiet ta' dan l-Istandard Internazzjonali, tapplika d-definizzjoni li ġejja:

- 2.1. *valur ta' jodju*. Il-piż ta' jodju assorbit mill-kampjun taht il-kondizzjonijiet ta' thaddim speċifikati f'dan l-I standard Internazzjonali.

Il-valur ta' jodju huwa mfisser b'ħala grammi ta' jodju għal 100 g ta' kampjun

3. PRINĊIPJU

Dissoluzzjoni ta' porzjon tat-test f'solvent u ż-żjeda tar-reagent Wijs. Wara hin speċifikat, żjeda ta' soluzzjoni ta' jodju tal-potassju w ilma, u titrazzjoni tal-jodju liberat b'soluzzjoni ta' sodium thiosulfate.

4. REAĠENTI

Ir-reagenti kollha għandhom ikunu ta' grad analitiku magħruf:

- 4.1. *ilma*, li jissodisfa l-kondizzjonijiet meħtieġa ta' ISO 3696, Grad 3.
- 4.2. *jodur* tal-potassju, soluzzjoni 100 g/l, li ma fihx jodat jew jodju hieles.
- 4.3. *lamtu*, soluzzjoni.
- Hallat 5 g ta' lamtu li jinhall fi 30 ml ta' ilma, żid din it-tahlita ma' 1 000 ml ta' ilma jagħli, aghalli għal tliet minuti u hallih jiksah.
- 4.4. soluzzjoni volumetrika *standard c* ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ta' s *odium thiosulfate* = 0,1 mol/l, standardizzata mhux aktar minn sebat ijiem qabel l-użu.
- 4.5. solvent, imhejji bit-tahlit ta' volumi uguali ta' cyclohexane u aċidu aċetiku.
- 4.6. Reagent Wijs, li fih il-monoklorur tal-jodju fl-aċidu aċetiku. Għandu jintuża r-reagent Wijs disponibbli kummerċjalment.

5. APPARAT

Apparat tal-laboratorju tas-soltu u, b'mod partikolari, dan li ġej:

- 5.1. sassla tal-ħgieg għall-użin, xierqa għall-porzjon tat-test u biex tiddeffes fil-flasks (6.2).
- 5.2. flasks koniċi li jesghu 500 ml, b'tappijiet tal-ħgieg immolat u xotti għal kollox.

6. THEJJJA TAL-KAMPJUN TAT-TEST

Il-kampjun omoġenizzat jitnixxef fuq is-sulfat tas-sodju u jiġi ffiltrat.

7. PROCEDURA

7.1. Porzjon tat-test

Il-piż tal-porzjon tat-test ivarja skond il-valur ta' jodju mistenni kif muri fit-Tabella 1.

Tabella 1.

Várhat' "j" 'dszám	A vizsgált mennyiség tömege (g)
kevesebb, mint 5	3,00
5-20	1,00
21-50	0,40
51-100	0,20
101-150	0,13
151-200	0,10

Iżen il-porzjon tat-test sa l-eqreb 0,1 mg f'sassla tal-użin tal-ħgieġ (5.1).

7.2. Determinazzjoni

Qiegħed il-porzjon tat-test fi flask ta' 500 ml (6.2). Żid 20 ml tas-solvent (4.5) biex iddewweb ix-xaħam. Żid eżattament 25 ml tar-reagent Wijs (4.6), poġġi t-tapp, għati dawra lill-kontenut u qiegħed il-fliskun fid-dlam. Tużax pipetta tal-ħalq għar-reagent Wijs.

Bl-istess mod, hejji blank bis-solvent u r-reagent iżda mingħajr il-porzjon tat-test.

Għal kampjuni li għandhom valur ta' jodju taħt il-150, halli l-flasks fid-dlam għal siegħa, għal dawk b'valur ta' jodju 'l fuq minn 150 u għal prodotti polimerizzati jew prodotti ossidati sa ċertu punt, hallihom għal sagħtejn.

Meta jgħaddi l-hin, žid 20 ml ta' soluzzjoni (4.2) ta' jodur tal-potassju u 150 ml ta' ilma (4.1) f'kull flask

Ittitra bis-soluzzjoni volumetrika *standard* (4.4) ta' sodium thiosulfate sakemm l-isfar ta' l-jodju kważi jisparixxi. Żid erba' qatriet mis-soluzzjoni tal-lamtu (4.3) u ssokta bit-titrazzjoni sakemm l-ikħal jisparixxi wara tahwid bis-saħħa hafna.

Nota: Determinazzjoni potenziometrika tal-punt aħhari hija permissibbli.

7.3. Numru ta' determinazzjonijiet

Wettaq żewġ determinazzjonijiet fuq l-istess kampjun tat-test.

8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI:

Il-valur tal-jodju jingħata bit-tifsira

$$\frac{12,69c(V_1 - V_2)}{m}$$

fejn:

$\dot{c}$ = huwa l-valur numeriku tal-koncentrazzjoni eżatta, f'moli għal kull litru, tas-soluzzjoni volumetrika *standard* (4.4) ta' sodium thiosulfate wżat;

V_1 = huwa l-valur numeriku tal-volum, f'millimetri, tas-soluzzjoni volumetrika *standard* (4.4) ta' sodium thiosulfate wżat għall-blank test;

V_2 = huwa l-valur numeriku tal-volum, f'millimetri, tas-soluzzjoni volumetrika *standard* (4.4) ta' sodium thiosulfate użat għad-determinazzjoni;

m = huwa l-valur numeriku tal-piż, fi grammi, tal-porzjon tat-test (7.1).

Hu bħala riżultat il-medja aritmetika taż-żewġ determinazzjonijiet, sakemm il-ħtigiet ta' ripetibilità (9.2) jiġu sodisfatti.