وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 20 شوال عام 1434 الموافق 27 غشت سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة الآزوت البروتيني في الحليب إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 12–326 المؤرخ في 17 شوال عام 1433 الموافق 4 سبتمبر سنة 2012 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90–39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق برقابة الجودة وقمع الغش، المعدل والمتمم؛

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 02–453 المؤرخ في 17 شوال عام 1423 الموافق 21 ديسمبر سنة 2002 الذي يحدّد صلاحيات وزير التجارة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 05–465 المؤرخ في 4 ذي القعدة عام 1426 الموافق 6 ديسمبر سنة 2005 والمتعلّق بتقييم المطابقة،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 والمتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك و عرضه،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 7 ربيع الثاني عام 1418 الموافق 10 غشت سنة 1997 والمتعلّق بالمواصفات التقنية لأنواع الحليب المركز غير المحلّى والمحلّى وشروط عرضها و كيفياته،

يقرر مايأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90–39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الآزوت البروتيني في الحليب إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الآزوت البروتيني في الحليب، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبيّن في الملحق المرفق بهذا القرار.

يجب أن يستعمل هذا المنهج من طرف المخبر عند الأمر بإجراء خبرة.

المادة 3 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرسمية للجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية.

حرر بالجزائر في 20 شوال عام 1434 الموافق 27 غشت سنة 2013.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد نسبة الأزوت البروتيني في الحليب

يبين هذا المنهج تقنية التحديد المباشر لنسبة الأزوت البروتيني للحليب السائل، الكامل أو المنزوع الدسم.

1. التعريف

لمتطلبات هذا المنهج، يطبق التعريف الآتي :

نسبة الأزوت البروتيني :

هي النسبة الكتلية للمواد، تحدد بطريقة مباشرة أو غير مباشرة حسب طريقة العمل المبينة في هذا المنهج.

ملاحظة – يعبر عن نسبة الأزوت البروتيني بالنسبة الكتلية.

2. المبدأ

ترسب بروتينات العينة المأخوذة للتجربة بإضافة محلول حمض ثلاثي الأستيك بحيث يكون التركيز النهائي لهذا الحمض في المزيج بتقريب 12 %. يفصل الراسب البروتيني بالترشيح (تحتوي الرشاحة على الأزوت غير بروتيني). تحدد نسبة الأزوت في الرشاحة حسب طريقة العمل المبينة في منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب.

3. الكواشف

تستعمل فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها و ماء مقطر أو منزوع المعادن أو ماء ذو نقاوة على الأقل مكافئة إلا في وجود تعليمة مخالفة. تستعمل نفس الكواشف المبينة في منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب بالإضافة إلى ما يأتي :

1.3 محلول حمض ثلاثي كلور الأستيك (CCl_3COOH)

داخل حوجلة مدرجة سعتها 100 ملل، تذوب في الماء 15,0 غ من حمض ثلاثي كلور الأستيك و يكمل بالماء

حتى خط المعلم. لا تستعمل تراكيز أخرى لحمض ثلاثي كلور الأستيك و أحجام محاليل تختلف عن تلك المحددة.

في حالة إستعمال تراكيز أخرى لحمض ثلاثي كلور الأستيك أو أحجام أخرى للمحاليل تكون فعالية المنهج فيما يخص القيمة المتوسطة وخصائص الفعالية مابين المخابر مختلفة.

2.3 محلول حجمي معياري لحمض الكلورهيدريك (HCl) تركيزه (0,1 ± 0,0005) مول/ل

4. التجهيزات

تستعمل الأجهزة المتداولة في المخبر، بالإضافة إلى تلك المستعملة في منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب لا سيما الأجهزة الآتية :

1.4حمام مائي، يمكن ضبطه عند 38° م ± 2° م،

2.4 ماصة، سعتها 5 ملل،

3.4 قمع الترشيح، من زجاج، قطره 75 ملم،

4.4 ورق الترشيح، خال من الأزوت، قطره 15 سم،

5.4 ماصة أوتوماتيكية أو ماصة بمكبس، تسمح بالحصول على جرعات ذات 10 ملل.

5. اقتطاع العينة

يتم اقتطاع العينة في شروط ملائمة.

6. تحضير عينة التجربة

تسخن عينة التجربة في حمام مائي (1.4) مظبوط في درجة حرارة 38° م ± 2° م. تخلط العينة جيدا و برفق عن طريق دوران متكرر للوعاء، بدون التسبب في تشكل الرغوة أو المخض. تترك العينة لتبرد في درجة حرارة الوسط مباشرة قبل وزن عينة التجربة (1.7)

7 . طريقة العمل

1.7 العينة المأخوذة للتجربة

توضع 5,0 ملل ± 0,1 ملل من العينة المأخوذة للتجربة المحضرة (6) في كرة (Kjeldahl) أو في أنبوب تمعدن نظيف و جاف، تم وزنه مسبقا بتقريب 0,1 ملغ. يضاف مباشرة 5 ملل ± 0,1 ملل من الماء في الكرة أو الأنبوب و تشطف كل بقايا العينة المتبقية على العنق بحيث ينساب إلى قاع الأنبوب أو الكرة.

ملاحظة – يرتبط استعمال كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن بالمنهج المختار من طرف المخبر.

2.7 التحديد المباشر

1.2.7 الترسيب والترشيح

يضاف إلى العينة (1.7) الموجودة في كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن 40 ملل ± 0,5 ملل من محلول حمض ثلاثي كلور الأستيك (1.3) مع الرج لمزج المحتوى.

من أجل أن يركد الراسب تترك كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن ليرتاح حوالي خمس دقائق. يرشح محتوى الكرة أو الأنبوب عبر ورق ترشيح (4.4) موضوع فوق قمع الترشيح (3.4).

تجمع الرشاحة في حوجلة نظيفة مخروطية الشكل. تبقى كمية من الراسب في كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن و تتجمع الكمية المتبقية فوق ورق الترشيح. ليس من الضروري سحب كل الراسب من الكرة أو الأنبوب.

من أجل ألا يجف جزء من الراسب على عنق الكرة أو الأنبوب يضاف مباشرة بعد سكب المزيج بواسطة ماصة أوتوماتيكية (5.4)، 10 ملل من محلول حمض ثلاثي كلور الأستيك (1.3).

يستعمل هذا المزيج لشطف كل بقايا الراسب المتبقية على العنق و يترك سائل الشطف لينساب في قاع الكرة أو الأنبوب.

يمزج المحتوى بواسطة حركة دورانية. يسكب المزيج المتحصل عليه عبر نفس ورق الترشيح. تضاف الرشاحة إلى تلك التي تم جمعها من قبل داخل الحوجلة المخروطية. يشطف مباشرة عنق الكرة أو الأنبوب مجددا بواسطة جرعة جديدة ذات 10 ملل من محلول ثلاثي كلور الأستيك مع الرج لمزج المحتوى. يسكب للمرة الثالثة محتوى الكرة أو الأنبوب عبر نفس ورق الترشيح مع إضافة الرشاحة إلى ما جمع من قبل داخل الحوجلة المخروطية.

يجب أن تكون الرشاحة المتحصل عليها شفافة وخالية من جزيئات المادة. في هذه المرحلة لا تكون الرشاحة ضرورية ويمكن التخلص منها بطريقة ملائمة.

إذا تم إجراء تجارب متكررة على نفس العينة المأخوذة للتجربة، فيجب أن تجرى تجربتين مختلفتين للترسيب والترشيح على كل عينة تجربة.

2.2.7 تحضير الرشاحة

بعد وضع القفازين يسحب ببطء ورق الترشيح من فوق القمع ويطوى الورق لحبس الراسب، إذ تبقى قليل من الراسب على الحافة الداخلية أو الخارجية لكرة

(Kjeldahl) أو لأنبوب التمعدن يمسح بورق الترشيح المطوي بحيث يلتصق كل الراسب على الورق، بعدها يوضع ورق الترشيح داخل كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن.

3.2.7 عملية التمعدن والتقطير

يضاف إلى كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدن كمية مناسبة من عناصر مسهلة للغليان، محلول سولفات البوتاسيوم، محلول سولفات النحاس وحمض الكبريت و تتبع عملية التمعدن والتقطير حسب طريقة العمل المحددة في منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب.

4.2.7 التجربة على بياض

تجرى التجربة على بياض كما هو مبين من (1.2.7) إلى (3.2.7) بحيث تستبدل عينة التجربة بورق الترشيح (4.4) مغسول بمحلول حمض ثلاثي كلور الأستيك (1.3) وتتم معايرة العينات المأخوذة للتجربة على بياض بنفس الكواشف والتجهيزات المستعملة مع العينات المأخوذة للتجربة.

تسجل القيم على بياض. إذا تغيرت القيم يجب معرفة سبب التغير.

3.7 التحديد غير المباشر

يمكن حساب نسبة الأزوت البروتيني لعينة التجربة بدلا من التحديد المباشر (2.7) بالاستناد إلى تحديد كلاسيكي غير مباشر.

يتم هذا بخصم نسبة الأزوت غير البروتيني من نسبة الأزوت الإجمالي لنفس عينة التجربة المحددة عن طريق منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب.

للتعبير عن النسبة الحقيقية للبروتينات يتم ضرب الناتج المتحصل عليه لنسبة الأزوت البروتيني في 6,38.

8. الحساب والتعبير عن النتائج

1.8 حساب نسبة الأزوت البروتيني

1.1.8 تحسب نسبة الأزوت البروتيني Wpn لعينة التجربة عن طريق المعادلة الآتية :

$$Wpn = \frac{1,4007\,(Vs - Vb)\,Mr}{m}$$

حيث :

Wpn : هي نسبة الأزوت البروتيني لعينة التجربة، بالنسبة الكتلية،

Vs : هي القيمة الرقمية لحجم حمض الكلور (2.3) المستعمل في التحديد، بالميليمتر، يعبر عنها بتقريب 0,05 ملل،

Vb : هي القيمة الرقمية لحجم حمض الكلور (2.3) المستعمل في التجربة على بياض، بالميليمتر، يعبر عنها بتقريب 0,05 ملل،

Mr : هي القيمة الرقمية للمولارية الحقيقية لحمض الكلور (2.3) يعبر عنها بأربعة أرقام بالتقريب،

m : هي القيمة الرقمية لكتلة عينة التجربة (1.7)، بالغرام، يعبر عنها بتقريب 0,1 ملغ.

2.1.8 إذا استلزم الأمر يعبر عن النتائج بأربعة أرقام بالتقريب لإجراء حسابات لاحقة. إذ تعلق الأمر بالنتائج النهائية يعبر عن نسبة الأزوت بثلاثة أرقام وبرقمين للتعبير عن نسبة البروتينات.

من الأحسن ألا تقرب النتائج قبل الاستعمال النهائي لقيمة التجربة.

ملاحظة – يتحقق هذا بالخصوص عندما تستعمل النتائج لحسابات لاحقة. مثلا في الحالة التي يستعمل فيها النتائج الفردية للتجربة المتحصل عليها من تحليل عدة عينات لحساب إحصائيات فعالية المنهج فيما يخص التغيرات في نفس المخبر وما بين المخابر.

كذلك في حالة استعمال هذه النتائج كمرجع لضبط جهاز ما (على سبيل المثال جهاز معايرة الحليب بالأشعة تحت الحمراء)، حيث تستعمل قيم عدة عينات لحساب التناقص البسيط والمتعدد.

في هاته الحالات، من الملائم ألا تقرب القيم المتحصل عليها قبل استعمالها في حسابات لاحقة.

2.8 حساب نسبة الأزوت الحقيقي

1.2.8 تحسب النسبة الحقيقية للبروتينات Wp لعينة التجربة عن طريق المعادلة الآتية :

$$Wp = Wpn \times 6,38$$

حيث :

Wp : هي النسبة الحقيقية للبروتينات لعينة التجربة، يعبر عنها بالنسبة الكتلية،

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 14 صفر عام 1435 الموافق 17 ديسمبر سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة المادة الدسمة في الجبن إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 13 – 312 المؤرّخ في 5 ذي القعدة عام 1434 الموافق 11 سبتمبر سنة 2013 والمتضمّن تعيين أعضاء الحكومة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 – 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق برقابة الجودة وقمع الغش، المعدل والمتمم،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 02 – 453 المؤرخ في 17 شوال عام 1423 الموافق 21 ديسمبر سنة 2002 الذي يحدد صلاحيات وزير التجارة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 05 – 465 المؤرخ في 4 ذي القعدة عام 1426 الموافق 6 ديسمبر سنة 2005 و المتعلق بتقييم المطابقة،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90 – 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدّل والمتمّم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة المادة الدسمة في الجبن إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة المادة الدسمة في الجبن، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش و المخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار.

يجب أن يستعمل هذا المنهج من طرف المخبر عند الأمر بإجراء خبرة.

المادة 3 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرسمية للجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية.

حرر بالجزائر في 14 صفر عام 1435 الموافق 17 ديسمبر سنة 2013.

مصطفى بن بادة

الملحق

تحديد نسبة المادة الدسمة في الجبن

يبين هذا المنهج فان قليك (Van Gulik) تقنية لتحديد نسبة المادة الدسمة في الأجبان (نسبة كتلية).

يطبق هذا المنهج على جميع أنواع الأجبان. غير أنه لا يمكن أن يكون مرضيا تماما عندما يطبق على الأجبان ذات فطريات داخلية (الجبن الأزرق).

1. التعريف

تطبق لمتطلبات هذا المنهج التعاريف الآتية :

1 . 1 منهج فان قليك (Van Gulik)

تقنية متفق عليها والتي، عندما تطبق على الجبن، تعطي نسبة المادة الدسمة معبرا عنها بالغرام بالنسبة لـ 100 غ من الجبن.

1 . 2 تحديد نسبة المادة الدسمة للجبن

جزء كتلي لمادة محددة حسب طريقة العمل المبينة في هذا المنهج.

ملاحظة – يعبّر عن نسبة المادة الدسمة بالغرام بالنسبة لـ 100 غ تعادل عدديا لجزء كتلي بالنسبة المئوية.

2 . المبدأ

بعد تحليل بروتينات الجبن بواسطة حمض الكبريت، تفصل المادة الدسمة بعملية الطرد المركزي داخل مقياس الزبد لـ Van Gulik (1.4)، تسهل إضافة كمية صغيرة من كحول الإيزوأميليك (iso-amylique) عملية الفصل.

يحصل على نسبة المادة الدسمة بقراءة مباشرة على سلم مقياس الزبد.

3 . الكواشف :

تستعمل فقط الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها و ماء مقطر أو ذو نقاوة مكافئة.

1 . 3 حمض الكبريت :

يجب أن تكون الكتلة الحجمية لحمض الكبريت في درجة حرارة 20° م من (1,522 ± 0,005) غ/ مل، أي ما يوافق كتلة حجمية من 61,72% إلى 62,63% لـ H_2SO_4، يجب أن يكون الحمض عديم اللون أو عنبري قليلا ولا يحتوي على أي شوائب بإمكانها التأثير على النتائج.

2 . 3 كحول الإيزوأميليك (iso-amylique)

1 . 2 . 3 التركيبة

يجب أن تكون الكتلة الحجمية التي تحتوي على 99% على الأقل من كحول إيزوأميليك و مكونة من كحولات أولية 3- ميثيل بوتان -1- كحول و 2- ميثيل بوتان -1- كحول، الشوائب الوحيدة المسموح بها هي 2- ميثيل بروبان -1- كحول و بوتان -1- كحول. يجب أن يكون خاليا من البنتانول الثنائي، 2- ميثيل بوتان-2- كحول، فوران-2- ألدهيد (فورفورال، فوران-2- كاربوكسالديهيد، 2- فورالديهيد)، وللبنزين ومشتقات البنزان. يمكن فقط السماح لبقايا قليلة من الماء.

2 . 2 . 3 المظهر

يجب أن يكون كحول الإيزوأميليك صافيا و عديم اللون.

3 . 2 . 3 الكتلة الحجمية

يجب أن تكون الكتلة الحجمية لكحول إيزوأميليك في درجة حرارة 20°م من 0,808 غ/ملل إلى 0,818 غ/ملل.

4 . 2 . 3 2 – فورالديهيد و شوائب عضوية أخرى

يجب أن يكون مزيج من 5 ملل من كحول إيزوأميليك و 5 ملل من حمض الكبريت (1.3)، ذا لون على الأكثر أصفر أو أسمر خفيف.

5 . 2 . 3 مجال التقطير

عندما يقطر كحول الإزوأميليك تحت ضغط 101,3 كيلو باسكال، يجب أن تقطر نسبة حجمية ذات 98% على الأقل في درجة حرارة أقل من 132°م و نسبة حجمية التي لا تتجاوز 5% في درجة حرارة أقل من 128°م. يجب ألا يترك الكحول أي راسب بعد التقطير.

إذا كان الضغط الجوي أثناء التقطير أقل أو أعلى من 101,3 كيلو باسكال، يوصى بتخفيض أو رفع على التوالي درجات الحرارة المشار إليها بـ 3,3°م/كيلو باسكال.

6 . 2 . 3 تجربة المطابقة

يمكن أن يرضي كحول إيزوأميليك المتطلبات الواردة في (1.2.3 إلى 5.2.3) و لا يمكن استعماله في منهج Van Gulik. و بالتالي، يجب التحقق قبل الاستعمال، من قابلية استعمال كحول إيزوأميليك عن طريق تجارب المقارنة التالية المجراة بمعيار كحول إزوأميليك.