

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التجارة

المديرية العامة للرقابة الاقتصادية و قمع الغش

مديرية مخابر التجارب و تحاليل الجودة

المديرية الفرعية للإجراءات و الطرق الرسمية للتحاليل

المناهج الرسمية للتحاليل الميكروبيولوجية و الفيزوكيميائية

جانفي 2016

المناهج الرسمية للتحاليل



الحليب و مشتقاته



اللحوم و منتجات اللحوم



المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي



الحبوب و المواد المشتقة



المياه المعدنية و مياه المنبع



مواد أخرى



ميكروبيولوجيا الأغذية: المناهج الأفقية



مواد غير الغذائية

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التجارة

المديرية العامة للرقابة الاقتصادية
و قمع الغش

مديرية مخابر التجارب
و تحاليل الجودة



الفهرس

المناهج الميكروبيولوجية	
01	1. قرار مؤرخ في 27 مارس سنة 2004، يجعل منهج إحصاء مجموع الجراثيم في 30 °م في مسحوق الحليب و مصل الحليب إجباريا. (ج ر عدد 32 - 2004)
05	2. قرار مؤرخ في 27 مارس سنة 2004، يجعل منهج المراقبة الميكروبيولوجية للحليب المعقم إجباريا. (ج ر عدد 32 - 2004)
06	3. قرار مؤرخ في 27 مارس سنة 2004، يجعل منهج إحصاء الأحياء العضوية الجرثومية للحليب المخمر إجباريا. (ج ر عدد 32 - 2004)
09	4. قرار مؤرخ في 24 مايو سنة 2004، يجعل منهج إحصاء الكوليفورم في الحليب المخمر إجباريا. (ج ر عدد 43 - 2004)
11	5. قرار مؤرخ في 24 مايو سنة 2004، يجعل منهج البحث عن ستافيلوكوك ذات الكواقولاس الإيجابي في مسحوق الحليب إجباريا. (ج ر عدد 43 - 2004)
14	6. قرار مؤرخ في 24 مايو سنة 2004، يجعل منهج إحصاء الأحياء العضوية المجهرية المميزة بتقنية حساب المستعمرات في درجة 37 °م في الياهورت إجباريا. (ج ر عدد 43 - 2004)
21	7. قرار مؤرخ في 11 سبتمبر سنة 2004، يجعل منهج تحضير العينات للتجربة و التخفيفات بغرض الفحص الميكروبيولوجي إجباريا. (ج ر عدد 70 - 2004)
27	8. قرار مؤرخ في 11 سبتمبر سنة 2004، يجعل منهج المراقبة الميكروبيولوجية للحليب المبستر إجباريا. (ج ر عدد 70 - 2004)
32	9. قرار مؤرخ في 11 سبتمبر سنة 2004، يجعل منهج إحصاء الكوليفورم في القشدة المثلجة و المثلجات بالحليب إجباريا. (ج ر عدد 70 - 2004)
37	10. قرار مؤرخ في 23 يناير سنة 2005، يجعل منهج البحث عن السالمونيلا في الحليب و منتجات الحليب إجباريا. (ج ر عدد 42 - 2005)
50	11. قرار مؤرخ في 23 يناير سنة 2005، يجعل منهج التحليل الميكروبيولوجي للزبدة إجباريا. (ج ر عدد 42 - 2005)
56	12. قرار مؤرخ في 23 يناير سنة 2005، يجعل منهج اقتطاع العينات و التحليل البكتيريولوجي للمثلجات و القشدة المثلجة إجباريا. (ج ر عدد 42 - 2005)
63	13. قرار مؤرخ في 25 سبتمبر سنة 2005، يجعل منهج البحث عن ليستيريا مونوسيتوجيناس في الحليب و منتجات الحليب إجباريا. (ج ر عدد 03 - 2006)

المناهج الفيزيوكيميائية

75	14. قرار مؤرخ في 16 غشت سنة 2012، يجعل منهج تحديد نسبة المادة الجافة في الحليب و القشدة و الحليب المركز غير المسكر إجباريا. (ج ر عدد 54 - 2013)
78	15. قرار مؤرخ في 8 ديسمبر سنة 2013، يجعل منهج تحديد النسبة الكلية للمادة الجافة للأجبان و الأجبان الطرية إجباريا. (ج ر عدد 25 - 2014).
82	16. قرار مؤرخ في 27 غشت سنة 2013، يجعل منهج تحديد النسبة الأزوت البروتيني في الحليب إجباريا. (ج ر عدد 38 - 2014).
85	17. قرار مؤرخ في 17 ديسمبر سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة المادة الدسمة في الجبن إجباريا. (ج ر عدد 67 - 2014).
90	18. قرار مؤرخ في 4 غشت سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة المادة الدسمة في الحليب إجباريا. (ج ر عدد 74 - 2014).
100	19. قرار مؤرخ في 27 غشت سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة الأزوت في الحليب إجباريا. (ج ر عدد 67 - 2014).
108	20. قرار مؤرخ في 18 أكتوبر سنة 2015، يجعل منهج تحضير العينة قصد التحليل الفيزيائي و الكيميائي للحليب إجباريا. (ج ر عدد 58 - 2015).
110	21. قرار مؤرخ في 18 أكتوبر سنة 2015، يجعل منهج تحديد الحموضة المعايرة في الحليب إجباريا. (ج ر عدد 58 - 2015).

قرارات، مقررات، آراء

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 5 صفر عام 1425 الموافق 27 مارس سنة 2004، يجعل منهج إحصاء مجموع الجراثيم في 30 م° في مسحوق الحليب ومصل الحليب إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 03 - 215 المؤرخ في 7 ربيع الأول عام 1424 الموافق 9 مايو سنة 2003 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة، المعدل،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 والمتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك وعرضه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 المعدل والمتمم بالقرار الوزاري المشترك المؤرخ في 25 رمضان عام 1418 الموافق 24 يناير سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية.

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 30 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج إحصاء مجموع الجراثيم في 30 م° في مسحوق الحليب ومصل الحليب إجباريا.

المادة 2 : يجب على مخابر الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض من أجل إحصاء مجموع الجراثيم في 30 م° في مسحوق الحليب ومصل الحليب استعمال منهج التحليل الميكروبيولوجي المبين في الملحق.
كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

المادة 3 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرسمية للجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية.
حرر بالجزائر في 5 صفر عام 1425 الموافق 27 مارس سنة 2004.

نور الدين بوكروح

الملحق

منهج إحصاء مجموع الجراثيم في 30 م° في مسحوق الحليب ومصل الحليب.

1 - التعريف :

يقصد بـ "مجموع الجراثيم" الجراثيم الممكن عدها بهذه الطريقة. ويعبر عن النتيجة الناجمة عن هذا بالعد الكلي للجراثيم في غرام واحد من مسحوق الحليب.

2 - المبدأ :

تجرى سلسلة من التخفيفات لعينة أعيد تكوينها تحت 47 ± 2 ° لتخلط مع وسط معين داخل علب بيتري. بعد التجفيف تحت 30 م° لمدة 72 ساعة، تحصى المستعمرات.

3 - التجهيزات والأدوات الزجاجية :

1-3 التجهيزات :

1-1-3 جهاز المعقم تصل درجته إلى 120 م°.

2-1-3 فرن ذوالتهوية الحارة تصل درجته إلى 170 م°.

3-1-3 مجفف بكتريولوجي معدل في درجه حرارة منتظمة قدرها 1+30 م°.

4 - أوساط الزرع

4-1- التركيب

مستخلص الخميرة..... 2,5 غ
تريبتون..... 5,0 غ
سكر العنب 1,0 غ
حليب منزوع الزبدة مسحوق 1,0 غ
جيلوز من 10 إلى 15 غ
حسب الخصائص الهلامية للجيلوز المستعمل.
ماء مقطر 1000 ملل

(في جهاز للتقطير من الزجاج)

العامل الهيدروجيني pH 0.1 ± 6.9

يجب أن يكون مستخلص الخميرة والتريبتون وسكر العنب والحليب المسحوق المنزوع الزبدة والجيلوز من النوعية البكتريولوجية. لا يحتوي الحليب المسحوق المنزوع الزبدة على مواد كابطة.

4-2 التحضير

4-2-1 التحضير انطلاقا من أوساط المساحيق.

4-2-1-1 احترام توصيات المنتج مع إضافة الحليب المسحوق المنزوع الزبدة (4.1).

4-2-1-2 تعديل المعامل الهيدروجيني pH إلى 7,0-7,1 إذا اقتضى الأمر باستعمال NaOH (1N) أو HCL (1N).

4-2-2 التحضير انطلاقا من توابل مختلفة.

4-2-2-1 تذويب على التوالي مستخلص الخميرة، والتريبتون وسكر العنب ومسحوق الحليب المنزوع الزبدة في الماء، ونسخن إذا اقتضى الأمر.

4-2-2-2 نضيف الجيلوز المغلية والمذابة أو المسخنة إلى البخار لمدة حوالي 30 دقيقة.

4-2-2-3 الترشيح على ورق الترشيح.

4-2-2-4 تعديل المعامل الوسط pH إلى 7,0-7,1 باستعمال NaOH (1N) أو HCl 1N نظامي.

4-2-3 توزيع في أنابيب الاختبار بكميات تقدر من 10 إلى 12 مل.

4-2-4 تعقيم لمدة 15 دقيقة داخل جهاز التعقيم تحت 120°م.

4-2-5 يراجع المعامل الهيدروجيني للوسط pH تحت 45°م (يقدر pH بـ 0.1 ± 6.9).

4-2-6 يحفظ الوسط في مكان مظلم في درجة حرارة لا تتعدى 5°م. مع تجنب حدوث التبخر.

3-1-4 جهاز لقياس المعامل الهيدروجيني مجهز

بمعدل حراري.

3-1-5 عدسة ذات تكبير (2,5).

3-1-6 جهاز التعداد - الضوئي.

3-1-7 جهاز عداد مسجل.

3-1-8 حمام مائي في 47±2°م.

3-1-9 ميزان.

3-2 الأدوات الزجاجية :

يجب تعقيم جميع الأدوات الزجاجية.

3-2-1 وعاء زجاجي لوزن مسحوق الحليب.

3-2-2 قارورات التخفيف ذات سداد أو خرسان مناسب تبلغ سعتها من 150 إلى 200 مل.

3-2-3 قارورات كبيرة الحجم (1000 مل أو أكثر) لتحضير وسط الزرع.

3-2-4 أنابيب اختبار 15/151 مم مخصصة لاحتواء وسط الزرع.

3-2-5 ماصات مدرجة (1 و 10 مل).

3-2-6 علب بيتري زجاجية شفافة وغير ملونة، يبلغ قطرها الداخلي حوالي 90 مم وارتفاعها من 15 إلى 20 مم يجب أن يبلغ العمق الداخلي 12 مم على الأقل. يجب أن يكون قعر هذه العلبة مسطحا ومنتظما وغير محدب وأن لا تكون غير مستوية أو منتفخة وأن تكون الأغشية مناسبة مع العلبة.

يمكن استعمال علب بيتري من البلاستيك وكذا ماصات معقمة مسبقا موجهة للاستعمال مرة واحدة فقط.

3-2-7 كريات زجاجية (أنظر 4.1.2.6)

3-3 أدوات مختلفة :

3-3-1 أقمع الترشيح لتحضير الأوساط.

3-3-2 أوراق سريعة الترشيح للأقماع (1.3.3).

3-3-3 قطن غير مصاص وغير سام بعد التعقيم.

3-3-4 الكواشف لتعديل العامل الهيدروجيني pH

3-3-4-1 NaOH حوالي 1 نظامي N

3-3-4-2 HCl حوالي 1 نظامي N

5-المخفف

يجب أن تكون جميع المواد النوعية التدقيقية.

5-1- محلول رينجر غير مخفف.

التركيب :

كلور الصديوم.....9,00 غ

كلور البوتاسيوم.....0,42 غ

CaCl₂ الجاف0,24 غ

NaHCO₃0,20 غ

ماء مقطر1000 ملل

(في جهاز التقطير من الزجاج)

- يمكن استعمال مركز من السترات (بمقدار 15 غ من سترات ثلاثي الصوديوم الجاف مع 1000 مل).

بالنسبة للمساحيق ضعيفة الذوبان.

- كما يمكن استعمال محلول بيبتون 0,1 % عوض من محلول رينجر المخفف عند الربع.

5-2 التحضير:

5-2-1 تحضير محلول رينجر غير المخفف بإذابة الأملاح (5.1) في الماء وقبل الاستعمال، تخفف كمية من هذا المحلول مع ثلاث كميات من الماء المقطر في جهاز للتقطير من الزجاج للحصول على محلول رينجر مخفف عند الربع.

5-2-2 توزيع المحلول المخفف بطريقة تسمح بالحصول بعد التعقيم على كميات تقدر بـ 90 ± 2 ملل في قارورات التخفيف.

يمكن تحضير المخفف انطلاقا من علب جاهزة للإستعمال.

5-2-3 نعقم في جهاز التعقيم لمدة 15 دقيقة تحت 120°C .

6 - المنهج :**6-1 تحضير الأدوات الزجاجية**

6-1-1 تنظف كل الأدوات الزجاجية بعناية قبل استعمالها.

6-1-2 يجب سد أنابيب الاختبار والماصات والقارورات بالقطن قبل تعقيمها وبالنسبة للتعقيم يمكن أيضا حفظ الماصات في ورق من الألمينيوم أو في أي آلة أخرى دائمة.

6-1-3 من الأفضل تعقيم الماصات وعلب بيتري في فرن ذي هواء ساخن لمدة ساعة واحدة في درجة حرارة تتراوح بين 165 و 170°C . كما يمكن تعقيم هذه الأدوات في جهاز التعقيم تحت 120°C .

في الحالة الأخيرة، يجب عدم سد الأوعية التي يتم فيها تعقيم هذه الأدوات.

تجفف الأدوات الزجاجية التي تم تعقيمها بهذه الصفة في جهاز التعقيم أو فرن ذي هواء ساخن.

6-2 تحضير التخفيفات

6-2-1 تحضير التخفيف عند 1/10 (إعادة تكوين المسحوق).

6-2-1-1 تسخين قارورة تحتوي على 90 مل من المخفف تحت $47 \pm 2^{\circ}\text{C}$ داخل حمام مائي.

6-2-1-2 وزن بطريقة نظيفة 10 غرامات من مسحوق الحليب في وعاء زجاجي معقم.

6-2-1-3 يسكب المسحوق في قارورة التخفيف تحتوي على مخفف تحت $47 \pm 2^{\circ}\text{C}$ م.

6-2-1-4 لإذابة المسحوق، يبلل ثم تقلب وتمزج القارورة ببطء لمدة 10 ثواني حوالي 25 مرة باهتزاز يساوي حوالي 30 سم.

يمكن للكريات الزجاجية المساهمة في إعادة التكوين.

وفي حالة استعمالها، نضيفها في القارورة قبل التعقيم.

6-2-1-5 إعادة القارورة في الحمام المائي لمدة 5 دقائق مع رج المحتوى من حين إلى آخر.

6-2-1-6 نرج مرة واحدة ثم نقوم بعملية العد.

يكون الحجم النهائي للحليب المعاد تكوينه حوالي 97.5 ملل ليس 100 ملل ولكن يمكن إهمال هذا الفرق.

6-2-2 تحضير التخفيفات عند 1/100 وأكثر.

6-2-2-1 ننقل بواسطة ماصة معقمة 10 ملل من الحليب المعاد تكوينه في 90 ملل من المخفف المعقم مع الحرص على عدم تجاوز طرف الماصة 1 سم من تحت السطح. وعليه نتحصل على تخفيف عند 1/100.

6-2-2-2 الخلط بالرج 25 مرة باهتزاز يساوي حوالي 50 سم.

6-2-2-3 يمكن مواصلة التخفيفات العشرية باستعمال ماصة جديدة في كل مرة للانتقال من تخفيف إلى آخر كما هو مبين في النقطة 1.2.2.6.

6 - 3 زرع علب بيتري.

6-3-1 تحضير علبتين على الأقل انطلاقا من كل تخفيف ثم اختياره بطريقة تسمح بالحصول على علبتين على الأقل تحتوي على 20 إلى 300 مستعمرة.

يكفي عادة اختيار تخفيفين من بين التخفيفات عند 1/10 أو عند 1/100 أو عند 1/1000، ولكن إذا أردنا قياس مرتفع، نجري تخفيفات أخرى.

6-3-2 استعمال ماصة جديدة معقمة ذات 1 ملل لزرع 1 ملل من كل تخفيف في علب بيتري.

6 - 4 توزيع الهلام في علب بيتري.

6-4-1 يلغى الوسط ويبرد بأقصى سرعة ممكنة تحت درجة حرارة من 45 إلى 47°م.

6-4-2 تفريغ في كل علبة من 10 إلى 12 ملل من الوسط المذاب وتبريده تحت درجة حرارة من 45 إلى 47°م.

6-4-3 مباشرة بعد تفريغ الوسط، يخلط الوسط خمس مرات ذهابا وإيابا متبوعة بخمس حركات دائرية في اتجاه عقرب الساعة ثم بخمس حركات ذهابا وإيابا عموديا وأخيرا متبوعة بخمس حركات دائرية عكس اتجاه عقارب الساعة.

6-4-4 نترك العلب ترتاح إلى غاية تجمد الوسط ثم نقلبها ونضعها في المجفف.

يجب أن لا نتجاوز الوقت بين تحضير التخفيفات وتوزيع الهلام في العلب 15 دقيقة.

يجب تنفيذ العمليات المبيّنة في النقاط 2.6 و 3.6 و 4.6 بعيدا عن الضوء.

6 - 5 تجفيف علب بيتري.

توضع العلب داخل حاضنة في $30 \pm 1^\circ\text{C}$ لمدة 72 $\pm$ 2 ساعة بتوجيه قعر هذه العلب نحو الأعلى ومن الأفضل أن لا يتجاوز ترتيبها الأربع علب (ستهة علب على الأكثر).

لا تلتصق العلب ببعضها البعض وأن لا تكون ملتصقة مع جوانب أو الجهة العليا للمجفف.

6 - 6 تعداد المستعمرات.

6-6-1 تعد المستعمرات في الأربع ساعات الأولى الموالية للتجفيف وهذا لتسهيل التعداد ينصح باستعمال جهاز التعداد الضوئي المجهز بعدسة مكبرة وعداد - مسجل.

6-6-2 من أجل التعبير على النتائج لا تؤخذ بعين الاعتبار إلا العلب التي تحتوي على نمو من 20 إلى 300 مستعمرة.

6-6-3 يحسب المعدل الجبري انطلاقا من الأرقام المتحصل عليها في العلب المزروعة بنفس التخفيف.

6-6-4 إذا كانت العلب متوافقة مع عدد التخفيفات، تعطي نتائج محصورة في مجال محدد لا يؤخذ بعين الاعتبار إلا المعدل.

6-6-5 إذا كان العد يتجاوز 300 مستعمرة بقليل وإذا كان التخفيف الموالي يقل بـ 20 مستعمرة، يؤخذ بالمعدل.

6-6-6 إذا كان الفارق مهم يعاد الاختبار.

6-6-7 إذا كان ربع مساحة العلبة مجتاحة بمستعمرات يشترط إبعادها.

7 - التعبير عن النتائج

7-1 عدد الجراثيم في واحد غرام = عدد المستعمرات المحددة حسب الطريقة المشار إليها في 6-6 نضرب في مقلوب التخفيف، ولا يؤخذ بعين الاعتبار إلا الرقمين المدلول بهما.

7-2 إذا كان العدد ذي ثلاثة أرقام، يقرب إلى الصفر إذا كان الرقم الثالث هو العدد 5، يقرب بالنقصان، إذا كان العددين الأولين هما أعداد زوجية ويقرب بالزيادة إذا كان العددين الأوليين هما أعداد فردية، مثال:

240	236
230	234
240	235
220	225
240	245

7-3 إذا كانت العلب الموافقة مع التخفيف الضعيف تحتوي على أقل من 20 مستعمرة، يعتبر عدد الجراثيم أقل من 20 مرة من مقلوب التخفيف.

إذا كانت العلب الموافقة مع التخفيف المرتفع تحتوي على أكثر من 300 مستعمرة، يعتبر عدد الجراثيم أكبر من 300 مرة من مقلوب التخفيف.

8 - التكرار.

الفارق بين نتائج العد المضاعف الإنجاز (نتيجة متحصل عليها مباشرة أو بسرعة الواحدة تلو الأخرى من طرف نفس العامل) لا يمكن أن يفوق 30% من النتيجة الدنيا.

الملحق**منهج المراقبة الميكروبيولوجية للحليب المعقم****1 - الهدف :**

يطبق هذا المنهج على جميع أنواع الحليب المعقم، السائل الكامل، منزوع الزبدة جزئيا أو كليا والموجه للاستهلاك كما هو عليه (تستثنى هذه الأحكام الحليب المركز، المسكر وكذلك الحليب المعطر).

2 - المعايير وتحضير العينات :**1-2 المعايير :**

يجب أن تعتمد المعايير (عدد العينات والتواتر) على مبادئ علم الإحصاء.

لكل معايرة، نقتطع ثلاثة (3) أوعية لكل عينة باستثناء المناطق ذات المناخ المعتدل حيث يكفي اقتطاع وعائين لكل عينة.

2-2 تحضير العينات :

- يجب أن تكون الأوعية نظيفة وجافة قبل فتحها وتحضيرها، يخلط محتوى الوعاء جيدا قبل فتحه (بتلقبات متكررة).

- يشترط أن تكون جميع الأدوات المستعملة في اقتطاع أقسام الحليب في الأوعية، نظيفة ومعقمة. يجب اتخاذ كل الاحتياطات العادية للمخبر لتفادي تلوث العينات.

3- المراقبة المتخذة قبل التجفيف (على عينة أو وعاء واحد على الأقل) :**1-3 اختبار الاستقرار للإيتانول :**

يمزج حجم لمحلول لزج للإيتانول بنسبة 68 ٪ (ح/ح) مع حجم واحد من الحليب، إذا لم يتشكل راسب، فإن الحليب مرضي لاختبار الاستقرار للإيتانول ثم تجري الاختبارات أدناه.

2-3 الحموضة المقاسة المعبر عنها بمقدار غرام من حمض اللبني في 100 ملل من الحليب المعقم.

3-3 الفحص المجهرى المباشر .

4-3 التحليل العضوي الحواسي (organoleptique)، وجود أو غياب راسب، حبيبات، رائحة أو ذوق غير عادي.

قرار مؤرخ في 5 صفر عام 1425 الموافق 27 مارس سنة 2004، يجعل منهج المراقبة الميكروبيولوجية للحليب المعقم إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 03 - 215 المؤرخ في 7 ربيع الأول عام 1424 الموافق 9 مايو سنة 2003 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة، المعدل،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 والمتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك وعرضه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 المعدل والمتمم بالقرار الوزاري المشترك المؤرخ في 25 رمضان عام 1418 الموافق 24 يناير سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية.

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 30 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج المراقبة الميكروبيولوجية للحليب المعقم إجباريا.

المادة 2 : يجب على مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض من أجل المراقبة الميكروبيولوجية للحليب المعقم استعمال منهج التحليل الميكروبيولوجي المبين في الملحق.

كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر في 5 صفر عام 1425 الموافق 27 مارس سنة 2004.

نور الدين بوكروح

4-2-6 يجب أن لا تختلف رائحة وذوق العينة مع الرائحة والذوق العاديين لحليب معقم مجفف لفترة زمنية طويلة.

5-2-6 يجب أن يكون المظهر الطبيعي عاديا وأن لا يكون هناك أي أثر للتخثر أو تحليل الهيلونات (protéolyse) وأن يكون مطابق لحليب معقم مجفف لمدة طويلة.

7- تقييم نوعية الحصة :

1-7 تعتمد هذه العملية في تفسير النتائج المستخلصة من العينة على طرق إحصائية.



قرار مؤرخ في 5 صفر عام 1425 الموافق 27 مارس سنة 2004، يجعل منهج إحصاء الأحياء العضوية الجرثومية للحليب المخمر إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 03 - 215 المؤرخ في 7 ربيع الأول عام 1424 الموافق 9 مايو سنة 2003 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة، المعدل،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 القرار المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 والمتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك وعرضه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 المعدل والمتمم بالقرار الوزاري المشترك المؤرخ في 25 رمضان عام 1418 الموافق 24 يناير سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية.

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 30 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج إحصاء الأحياء العضوية الجرثومية للحليب المخمر إجباريا.

4- التجفيف (إذا كان الحليب مرضي لاختبار الاستقرار للإيتانول) :

1-4 تجفيف أحد الأوعية غير المفتوحة أو إحدى العينات تحت درجة $30 \pm 1^\circ \text{C}$ لمدة 14 يوما.

2-4 تجفيف الأوعية غير المفتوحة أو العينة الباقية تحت درجة $55 \pm 1^\circ \text{C}$ لمدة 7 أيام.

في المناطق ذات المناخ المعتدل، يمكن الاستغناء عن التجفيف تحت درجة $55 \pm 1^\circ \text{C}$.

5- المراقبة المتخذة بعد التجفيف :

1-5 اختبار الاستقرار للإيتانول :

يمزج حجم محلول لزج للإيتانول بنسبة 68 ٪ (ح/ح) مع حجم واحد من الحليب، إذا كان الحليب مرضي لاختبار الاستقرار للإيتانول، تجري الاختبارات التالية :

2-5 الحموضة المقاسة المعبر عنها بمقدار غرام من حمض اللبن في 100 ملل من الحليب.

3-5 إحصاء عدد المستعمرات، يجب أن يكون إينوكولوم (inoculum) يساوي 0,1 ملل من الحليب.

4-5 التحليل العضوي الحواسي : وجود أو غياب راسب، حبيبات، رائحة أو ذوق غير عادي.

6- الشروط المفروضة من أجل اعتبار العينة مرضية :

1-6 قبل التجفيف :

يجب أن تكون العينة مرضية لاختبار الإيتانول (1-3).

2-6 بعد التجفيف :

1-2-6 يجب أن تكون العينة مرضية لاختبار الاستقرار للإيتانول (1-5).

2-2-6 يجب أن لا يكون الفرق بين الحموضة المقاسة قبل وبعد التجفيف أكبر من 0,02 المعبر عنها بمقدار غرام من حمض اللبن في 100 ملل من الحليب.

3-2-6 يجب أن لا يتجاوز عدد الجراثيم 10 في الوسط إينوكولوم (inoculum) (3-5).

5- المخفف :

محلول رينجر مخفف عند الربع.

تركيبية المحلول المركز لرينجر هي كالآتي :

كلوريد الصوديوم (NaCl).....9,00 غ

كلوريد البوتاسيوم (KCL).....0,42 غ

كلوريد الكالسيوم مجفف (CaCl₂).....0,24 غ

بيكربونات الصوديوم (NaHCO₃).....0,20 غ

ماء مقطر(في جهاز زجاجي).....1.000 ملل

من أجل الاستعمال، نضيف كمية من المحلول السابق لثلاث كميات من الماء المقطر (في جهاز زجاجي).

- يمكن أيضا استعمال محلول بيبتون عند 0,1 ٪ عوض من محلول رينجر المخفف عند الربع.

- كما نستطيع تحضير المخفف انطلاقا من أطباق جاهزة للاستعمال.

- يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية.

6- طريقة الإنجاز :**1-6 تخفيفات :**

1-1-6 تحفظ العينة في الثلاجة (3° إلى 4° م) إلى غاية القيام بالتحليل الميكروبيولوجي المقرر في 24 ساعة كحد أقصى بعد الاقتطاع.

2-1-6 اقتطاع عينة ذات 10 غ من الحليب المخمر، مع الإحاطة بالنظافة العادية، لتسكب داخل إناء أو وعاء مناسب يقفل بخرسان أو سداد يحتوي على 90 ملل من محلول رينجر المخفف عند الربع وبعض الكريات الزجاجية.

- الخلط بعناية ورج الوعاء 25 مرة من الأعلى إلى الأسفل باهتزاز يساوي حوالي 30 سم.

- يستخدم السائل للعد : 1 ملل يناسب 100 مغ من الحليب المخمر.

3-1-6 للحصول على التخفيف عند 100/1 ينقل بوقاية تامة 1 ملل من السائل (1-6) في 9 ملل من محلول رينجر المخفف عند الربع مع الخلط للتجانس تحضر عند الاقتضاء سلسلة من التخفيفات عند 1.000/1 انطلاقا من التخفيف عند 100/1.

المادة 2 : يجب على مخابر مراقبة الجودة وقمع

الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض من أجل إحصاء الأحياء العضوية الجرثومية للحليب المخمر، استعمال منهج التحليل الميكروبيولوجي المبين في الملحق.

كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

المادة 3 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرسمية

للجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية.

حرر بالجزائر في 5 صفر عام 1425 الموافق 27

مارس سنة 2004.

نور الدين بوكروح

الملحق**منهج إحصاء الأحياء العضوية الجرثومية للحليب المخمر****1 - التعريف :**

نفهم من "الأجسام الملوثة" كل الأحياء الدقيقة غير تلك المسؤولة عن التخمير الخاص بصنف الحليب المخمر.

الخمائر التابعة إلى جملة أجناس البكتيريا الخاصة بنكهة بعض أصناف الحليب المخمر، لا تعتبر من الأجسام الملوثة.

2 - المبدأ :

تزرع عينة من الحليب المخمر في وسط جرد من السكريات، تجفف على مرحلتين، تحصى بعد ذلك الأجسام الملوثة.

3- التجهيزات والأدوات الزجاجية :

الأدوات العادية للمخبر.

4- وسط الزرع :

يتركب وسط الزرع من :

جيليزات (*) أو ما يعادلها.....7,5 غ

تريبكتاز (*) أو ما يعادلها.....7,5 غ

كلوريد الصوديوم NaCl.....5,0 غ

جيلوز (*)4,0 غ

ماء مقطر.....1.000 ملل

العامل الهيدروجيني Ph للوسط بعد التعقيم...7,6

0,1 ± (*) خالي من السكريات.

2-6 التجفيف :

نقوم بتجفيف علب بيتري :

- بداية لمدة 2 ± 48 ساعة تحت $30 \pm 1^\circ \text{C}$ م.

- ثم لمدة 2 ± 48 ساعة تحت $20 \pm 1^\circ \text{C}$ م.

7- بيان النتائج :

تبين نتائج العد بعدد الأجسام الدقيقة في واحد
غرام من الحليب المخمر بمعنى عدد المستعمرات $\times$
مقلوب التخفيف.

في بعض الحالات، يتولد عن البكتيريات اللبنية
"نقاط من المستعمرات" لا يمكن حسابها كأجسام
ملوثة. في حالة الشك تجري اختبار كاطالاز على عدد
معين من المستعمرات.



الملحق

منهج إحصاء الكوليفورم في الحليب المخمر.

1. التعريف :

تستعمل تسمية بكتيريا "الكوليفورم" حسب هذا المنهج، على البكتيريات ذات الشكل العصوي، جرام سلبي (-)، هوائية ولا هوائية، اختيارية غير ميوغة، المخمرة للاكتوز مع تشكل الغاز والحمض.

2. المبدأ :

تزرع ثلاث سلسلات من التخفيفات المتوازية متحصل عليها انطلاقا من عينة الحليب المخمر في وسط مميز (الحويصل الصفراوي للبقرة الأخضر اللامع ولاكتوز) في أنابيب اختبار تحتوي على أنبوبات صغيرة دورهام (Durham). تجفف الأنابيب لمدة 48 ساعة في درجة 37 م°. انطلاقا من الأنابيب الإيجابية (تشكل الغازات في أنابيب دورهام) (Durham)، نستخرج العدد الأكثر احتمالا لبكتيريات الكوليفورم في واحد غرام من الحليب المخمر بالاستناد على جدول العدد الأكثر احتمالا لثلاث سلسلات متوازية.

3. التجهيزات والأدوات الزجاجية :

الأدوات العادية للمخبر

4. وسط الزرع

1.4. التركيب

يتركب الوسط "الحويصل الصفراوي للبقرة، الأخضر اللامع ولاكتوز" مما يلي :

بيبتون أو جيليزات 10 غ

لاكتوز 10 غ

الحويصل الصفراوي للبقرة المجفف 20 غ

أخضر لامع 0,0133 غ

ماء مقطر (في جهاز من الزجاج) 1000 ملل

2.4. التحضير

لتحضير 1000 ملل من الوسط، يذوب بيببتون ولاكتوز في حوالي 500 ملل من الماء المقطر.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 4 ربيع الثاني عام 1425 الموافق 24 مايو سنة 2004، يجعل منهج إحصاء الكوليفورم في الحليب المخمر إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 والمتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك وعرضه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج إحصاء الكوليفورم في الحليب المخمر إجباريا.

المادة 2 : من أجل إحصاء الكوليفورم في الحليب المخمر، فإن مخابر رقابة الجودة وقمع الغش وتلك المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال منهج التحليل الميكروبيولوجي المبين في الملحق.

كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر في 4 ربيع الثاني عام 1425 الموافق 24 مايو سنة 2004.

نور الدين بوكروج

2.1.6 اقتطاع عينة لـ 10 غ من الحليب المخمر مع الإحاطة بالحذر الوقائي، توضع في قارورة أو وعاء مناسب مقفل بصمام أو سدادة يحتوي على 90 ملل من محلول رينجر المخفف عند الربع وبعض كريات من الزجاج.

الخلط بعناية برج القارورة 25 مرة من الأعلى إلى الأسفل باهتزاز يساوي حوالي 30 سم.

يستخدم السائل للعد : 1 ملل يساوي 100 ملغ من الحليب المخمر.

3.1.6 من أجل الحصول على التخفيف عند 1/100، ننقل بعناية 1 ملل من السائل (2.1.6) لـ 9 ملل من المحلول رينجر المخفف عند الربع مع الخلط. تحضير، إذا اقتضى الأمر سلسلة من التخفيفات عند 1/1000 انطلاقاً من التخفيف عند 1/100.

2.6 زرع الوسط

1.2.6 تزرع أنابيب تحتوي على وسط (الحويصل الصفراوي للبقرة، الأخضر اللامع ولاكتوز) بإضافة واحد غرام من الحليب المخمر مع التخفيفات المحضرة المشار إليها في 3.1.6. نمزج بعناية مع تجنب تسرب الفقاعات الهوائية في أنبوبات دورهام.

2.2.6 تزرع بالموازاة داخل ثلاثة أنابيب نفس الكمية من العينة وبنفس التخفيف، تجرى ثلاث سلسلات على الأقل، على سبيل المثال 1 غ، 0,1 غ، 0,01 غ. وعلى العموم، يمكن الإرتقاء إلى عدد عشرة تخفيفات وفق الشروط المبينة في الجدول أدناه.

3.6 التجفيف

تجفف الأنابيب المزروعة لمدة 2 ± 48 ساعة في درجة 30 ± 1 م.

4.6 تحديد العدد الأكثر احتمالاً لبيكتيريات

الكوليفورم

يعتبر الاختبار إيجابياً عندما يكون هناك تشكل واضح للغازات في أنبوبات دورهام. يعتبر عدد الأنابيب الإيجابية أساسياً لقراءة العدد الأكثر احتمالاً (ع أ) لبيكتيريات الكوليفورم لثلاث سلسلات متوازية وذلك حسب الجدول المبين أدناه.

تذوب 20 غ من الحويصل الصفراوي للبقرة المجفف، في 200 ملل من الماء المقطر.

يضبط العامل الهيدروجيني لهذا المحلول بين 7,0 و 7,5، يمزج المحلولان معاً و يعدل العامل الهيدروجيني المقاس بواسطة قطب زجاجي إلى 7,4، نضيف 13,3 ملل من محلول لزج لـ 0,1% من الأخضر اللامع، يتم الحجم إلى مقدار 1000 ملل بإضافة الماء المقطر. يفرغ 10 ملل من الوسط في أنابيب الاختبار.

تكون هذه الأنابيب مجهزة بأنبوبات صغيرة دورهام.

بعد الملأ، تعقم هذه الأنابيب لمدة 15 دقيقة في جهاز التعقيم يعدل في درجة 121 م بعد التعقيم، يضبط العامل الهيدروجيني بواسطة قطب زجاجي إلى $0,1 \pm 7,2$.

5. المخفف

محلول رينجر المخفف عند الربع.

يتركب محلول رينجر المركز من :

كلورور الصوديوم..... 9,00 غ

كلورور البوتاسيوم..... 0,42 غ

كلورور الكالسيوم الجاف 0,24 غ

بكربونات الصوديوم..... 0,20 غ

ماء مقطر (في جهاز زجاجي) 1000 ملل

للاستعمال، تضاف كمية من المحلول السابق إلى ثلاث كميات من الماء المقطر في جهاز زجاجي.

يعقم المحلول المخفف عن طريق التسخين لمدة 15 دقيقة في درجة 121 م.

- يمكن استعمال محلول بيببتون بنسبة 0,1% عوض من محلول رينجر المخفف عند الربع.

- يجب أن تكون جميع الكواشف من النوعية التدقيقية.

6. طريقة العمل :

1.6 تحضير التخفيفات

1.1.6 تحفظ العينة في الثلجة (3 إلى 4 م) إلى غاية التحليل البكتيريولوجي في أجل لا يتعدى 24 ساعة بعد الاقتطاع.

العدد الأكثر احتمالا (ع أ إ) لثلاث سلسلات متوازية

ع أ إ ل 10 غ	مؤشر الأنابيب الإيجابية لـ			ع أ إ ل 10 غ	مؤشر الأنابيب الإيجابية لـ		
	0,1 غ	1,0 غ	10 غ		0,1 غ	1,0 غ	10 غ
4,0	3	2	2	0	0	0	0
3,0	0	3	2	0,3	1	0	0
3,5	1	3	2	0,3	0	1	0
4,0	2	3	2	0,6	1	1	0
2,5	0	0	3	0,6	0	2	0
4,0	1	0	3	0,4	0	0	1
6,5	2	0	3	0,7	1	0	1
4,5	0	1	3	1,1	2	0	1
7,5	1	1	3	0,7	0	1	1
11,5	2	1	3	1,1	1	1	1
16,0	3	1	3	1,1	0	2	1
9,5	0	2	3	1,5	1	2	1
15,0	1	2	3	1,6	0	3	1
20,0	2	2	3	0,9	0	0	2
30,0	3	2	3	1,4	1	0	2
25,0	0	3	3	2,0	2	0	2
45,0	1	3	3	1,5	0	1	2
110,0	2	3	3	2,0	1	1	2
140,0	3	3	3	3,0	2	1	2
				2,0	0	2	2
				3,0	1	2	2
				3,5	2	2	2

8. التكرار

يجب أن لا يتعدى الفارق بين نتائج التحديد التي أجريت مرتين (النتائج المتحصل عليها أنيا أو بصفة سريعة الواحدة تلوى الأخرى من طرف نفس المحلل) أكثر من 30٪ من النتيجة الدنيا.



قرار مؤرخ في 4 ربيع الثاني عام 1425 الموافق 24 مايو سنة 2004، يجعل منهج البحث عن ستافيلوكوك ذات الكواقولاس الإيجابي في مسحوق الحليب إجباريا.

إن وزير التجارة،

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

يحدد العدد الأكثر احتمالا (ع أ إ)، عدد بكتيريات الكوليفورم الموجودة في كمية الحليب المخمر (كقاعدة عامة 1 غ، 0,1 غ أو 0,01 غ) المستعمل في زرع الأنابيب الثلاثة الأولى والتي من خلالها تم إعداد المؤشر.

يتم التعبير عن عدد بكتيريات الكوليفورم بالعدد الأكثر احتمالا (ع أ إ) لغرام من الحليب المخمر. إذا كانت جميع الأنابيب إيجابية، يجب إعادة التحليل مع استعمال تخفيفات مرتفعة على سبيل المثال (0,1 غ، 0,01 غ و 0,001 غ أو أكثر)

في حالة إيجاد رقم مؤشر غير وارد في جدول العدد الأكثر احتمالا (ع أ إ)، يمكن أن نستنتج بأن هناك خطأ في طريقة العمل.

7. التعبير عن النتائج

يعبر عن النتائج حسب العدد الأكثر احتمالا (ع أ إ)، لبكتيريات الكوليفورم لغرام من المنتج وفق التوضيحات المدرجة في الجدول.

بعد التجفيف، نعيد زرع عينات من هذه الأنابيب في وسط ETGPA - بيرد - باركر (3.3). تخضع مستعمرات ستافيلوكوك التي تنمو في وسط بيرد - باركر لاختبار الكواقولاس.

2. إعادة تركيب مسحوق الحليب وتحضير التخفيفات :

يتم إعادة تركيب مسحوق الحليب وتحضير التخفيفات وفق الشروط المناسبة.

3. تركيبة الأوساط والتوجيهات الخاصة بتحضيرها :

1.3. وسط جيوليتي وكانتوني

1.1.3 الوسط الأساسي

تريبتون	10 غ
مستخلص اللحم	5 غ
مستخلص الخميرة	5 غ
كلورور الليتيوم	5 غ
المانيتول	20 غ
كلورور الصوديوم	5 غ
الغليسين	1,2 غ
بيروفات الصوديوم	3 غ
ماء مقطر	1000 مل

تذوب هذه المواد في الماء بالتسخين والرج من أجل الحصول على ذوبان كامل.

نتركه يبرد في درجتي 50-60° م ثم يعدل العامل الهيدروجيني pH في 6,9 ± 0,1. يوزع الوسط في أنابيب 20 x 200 بمقدار 19 مل. يعقم بواسطة جهاز التعقيم في درجة 115° م لمدة 20 دقيقة. قبل الاستعمال، نخرج الهواء بواسطة التسخين في درجة 100° م لمدة 20 دقيقة، ثم نتركه يبرد.

2.1.3 محلول تلوريت البوتاسيوم

محلول تلوريت البوتاسيوم	1 غ
ماء مقطر	100 مل

يذوب تلوريت البوتاسيوم في الماء. يعقم بالترشيح.

ينبغي التأكد مسبقا عن طريق اختبارات بكتيريولوجية من أن تلوريت البوتاسيوم الذي بحوزتنا يناسب هذا الاستعمال. وينبغي إيلاء عناية كبيرة لذلك في جميع الظروف كما يجب اختيار هذه المادة بناء على مصدرها والضمانات التي يقدمها.

3.1.3 إضافة إلى ذلك، يحضر هلام بنسبة 2/ (داخل ماء مقطر) الذي يعقم في جهاز التعقيم في درجة 120° م لمدة 20 دقيقة والذي يستعمل لتكوين سدادة لاهوائية فوق الوسط السائل (أنظر 1.4).

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

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

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج البحث عن ستافيلوكوك ذات الكواقولاس الإيجابي في مسحوق الحليب إجباريا.

المادة 2 : من أجل البحث عن ستافيلوكوك ذات

الكواقولاس الإيجابي في مسحوق الحليب، فإن مخابر رقابة الجودة وقمع الغش وتلك المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال منهج التحليل الميكروبيولوجي المبين في الملحق.

كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

المادة 3 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرسمية

للجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية.

حرر بالجزائر في 4 ربيع الثاني عام 1425

الموافق 24 مايو سنة 2004.

نور الدين بوكروح

الملحق

منهج البحث عن ستافيلوكوك ذات الكواقولاس الإيجابي في مسحوق الحليب.

1. المبدأ :

ينقل الحليب المعاد تركيبه والموافق لـ 0,1 غ من المسحوق في مرق مغذي (جيوليتي، وكانتوني أو ينقل في مرق مالح يحتوي على لاكتوز وأحمر الفينول)، إذا تعلق الأمر بمسحوق مصنوع منذ أقل من 15 يوما.

4.1.3 طريقة الاستعمال

مباشرة قبل الاستعمال، تسخن أنابيب الوسط الأساسي (1.1.3) لمدة 20 دقيقة في درجة 100 م لإخراج الهواء. نتركها تبرد في درجة 45 م ويضاف 0,1 ملل من محلول تلوريت البوتاسيوم (2.1.3).

2.3 مرق مالح المحتوي على لاكتوز وأحمر**الفينول**

مستخلص لحم البقر 1,5 غ
بروتيو - بيبتون 7,5 غ
كلورور الصوديوم 75 غ
لاكتوز 7,5 غ
أحمر الفينول 0,025 غ
ماء مقطر 1000 ملل

تذوب المواد في الماء بالتسخين والرج من أجل الحصول على ذوبان كامل. نتركه يبرد في درجة حرارة معتدلة ويعدل العامل الهيدروجيني pH في $7,4 \pm 0,1$. يوزع الوسط في أنابيب 180×18 بمقدار 9 ملل. يعقم بواسطة جهاز التعقيم في درجة 120 م لمدة 20 دقيقة.

3.3 وسط E.T.G.P.A لـ بيرد باركر**1.3.3 الوسط الأساسي**

تريبتون 10 غ
مستخلص البقر 5 غ
مستخلص الخميرة 1 غ
كلورور الليتيوم 5 غ
هلام 15 إلى 20 غ
(حسب قوة تجمد الهلام المستعمل)

ماء مقطر 1000 ملل

تذوب المواد في الماء بالتسخين والرج من أجل الحصول على ذوبان كامل. يبرد في درجتى 50-60 م ويعدل العامل الهيدروجيني في $6,8 \pm 0,1$.

يوزع الوسط بمقدار 90 ملل في قارورات مغلقة بسدادات بلاستيكية غير قابلة للذوبان. تعقم بواسطة جهاز التعقيم لمدة 15 دقيقة في درجة 120 م.

2.3.3 محلول الغليسين

الغليسين 20 غ
ماء مقطر 100 ملل

بعد التذويب الكامل، يعقم بواسطة جهاز التعقيم لمدة 15 دقيقة في درجة 120 م.

3.3.3 محلول تلوريت البوتاسيوم

تلوريت البوتاسيوم 1 غ
ماء مقطر 100 ملل

بعد التذويب الكامل، نعقم بالترشيح.

ينبغي التأكد مسبقا عن طريق اختبارات بكتيريولوجية من أن تلوريت البوتاسيوم الذي بحوزتنا يناسب هذا الاستعمال. وينبغي إيلاء عناية كبيرة لذلك في جميع الظروف كما يجب اختيار هذه المادة بناء على مصدرها والضمانات التي تقدمها.

4.3.3 مستحلب صفار البيض

يغمس البيض الطازج في محلول مشبع بـ $HgCl_2$ ذي تخفيف (1000+1) لمدة دقيقة واحدة.

تكسر قشرة البيض بصفة نظيفة ويفصل الصفار عن البياض. يمزج صفار البيض في محلول فيزيولوجي مالح (7+3، ح/ح) في خلاط ذي سرعة كبيرة لمدة خمس ثوان.

5.3.3 طريقة الاستعمال

يضاف بطريقة نظيفة لـ 90 ملل من الوسط الأساسي المذوب مسبقا والمثبت في درجتى 45 ± 1 م المحاليل التالية المثبة في درجة 45 م :

(أ) 6,3 ملل من محلول تيلوريت الغليسين (2.3.3)،

(ب) 1 ملل من محلول تيلوريت البوتاسيوم (3.3.3)،

(ج) 5 ملل من محلول مستحلب صفار البيض (4.3.3).

تخلط المحاليل أ.ب.ج جيدا في الوسط المذاب ويوزع مباشرة في علب بيتري بمقدار 15 ملل لكل علبة،

يمكن حفظ العلب المحتواة على الوسط لمدة 48 ساعة في درجة +4 م. مباشرة قبل الاستعمال، يوضع على سطح العلبة 0,5 ملل من محلول بيروفات البوتاسيوم ذي نسبة 20٪ (ك/ح) والمعقم بواسطة الترشيح، تجفف العلب الموضوعة أفقيا في درجة 50 م بحيث يكون سطح الهلام موجه إلى الأعلى. تلقح العلب عندما تجف.

يحفظ محلول البيروفات في درجتى 3-5 م ويجدد كل شهر.

4 . طريقة العمل

1. 4 إذا تم صنع مسحوق الحليب في مدة تفوق 15 يوما قبل التحليل أو في تاريخ غير معروف، يضاف 1 ملل من الحليب معاد التكوين الموافق لـ 0,1 غ من مسحوق الحليب، في أنبوب يحتوي على مرق مغذي لـ جيوليتي وكانتوني (4.1.3).

يمزج الإنوكيلوم جيدا مع الوسط مع تجنب تسرب الهواء.

تسكب بعد ذلك فوق الوسط سداة من الهلام مذوبة بنسبة 2٪ (3.1.3) ثم تترك لتتجمد.

11.4 في حالة نمو مستعمرات حسب (10.4)، تخضع ثلاث مستعمرات على الأقل لاختبار الكاقلاس. لأجل هذا يؤخذ بواسطة مقبض بلاتيني، جزء من كل مستعمرة وتمزج في صفيحة محتوية على ماء أوكسجيني بنسبة 3,0٪ (10 أحجام). إذا لاحظنا تشكل فقعات غازية، تخضع المستعمرات الملائمة لاختبار الكواقولاس (حسب 12.4).

12.4 اختبار الكواقولاس

1.12.4 تُلَقَّح كل مستعمرة في أنبوب صغير يحتوي على 0,3 ملل من مرق قلب - مخ معقم. يجفف لمدة 20 إلى 24 ساعة في درجة 37 م ± 1 م.

2.12.4 يضاف في أنبوب صغير 0,1 ملل من هذا الزرع إلى 0,3 ملل من بلازما الأرنب المضاف إليها 0,1٪ من E.D.T.A.

3.12.4 تجفف في درجة 37 م ± 1 م ثم تفحص الأنابيب لملاحظة تشكل تخثر كل ساعة لمدة 4 ساعات ثم بعد 24 ساعة.

5. نستنتج وجود ستافيلوكوك ذات الكواقولاس الإيجابي في عينة من مسحوق الحليب، إذا قامت ثلاث (3) مستعمرات على الأقل متحصل عليها وفق 9.4 أو 11.4، بتخثر بلازما الأرنب.



قرار مؤرخ في 4 ربيع الثاني عام 1425 الموافق 24 مايو سنة 2004، يجعل منهج إحصاء الأحياء العضوية المجهرية المميزة بتقنية حساب المستعمرات في درجة 37 م في الياهورت، إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 16 جمادى الثانية عام 1419 الموافق 7 أكتوبر سنة 1998 والمتعلق بالخصائص التقنية لليهورت وكيفيات وضعه للاستهلاك،

2. 4 إذا تعلق الأمر بمساحيق تم صنعها في مدة تقل عن 15 يوما، يضاف 1 ملل من حليب معاد تكوينه في أنبوب يحتوي على مرق مالح يحتوي على لاكتوز وأحمر الفينول (كما يمكن استعمال وسط جيوليتي وكانتوني مثلما في 1.4).

3.4 يجفف الوسط و/أو أحد الأوساط المغذية المزروعة لمدة 24 ساعة في درجة 37 م (بمعنى 1.4 و/أو 2.4).

1.3.4 إعادة زرع حسب 6.4 و 7.4 أنابيب المرق المغذي لجيوليتي وكانتوني التي أخذت المظهر الأسود أو التي تحتوي على راسب أسود.

2.3.4 إعادة زرع حسب 7.4، أنابيب المرق المالح المحتوي على لاكتوز وأحمر الفينول التي تحول لونها إلى الأصفر.

4.4 تجفف الأنابيب الأخرى لمدة 24 ساعة إضافية ويعاد زرعها حسب 6.4 و 7.4.

5.4 طريقة إعادة زرع أنابيب المرق المغذي بعد تجفيفها مبينة في 6.4 و 7.4.

6.4 تنزع سداة الهلام في حالة الوسط جيوليتي وكانتوني حسب التقنية التالية :

تقطع سداة الهلام بواسطة ملعقة وفق قطرين عمودين متقاطعين وإذا اقتضى الأمر، تمرر بعد ذلك الملعقة حول السداة.

يوضع الأنبوب في زجاج بطريقة تسمح بسقوط قطع السداة في قعر الأنبوب وفي نفس الوقت توضع البكتيريات على شكل محلول.

7.4 تقطع حوالي 0,001 ملل من الزرع النامي في المرق المغذي بواسطة مقبض من البلاتين، ثم ينشر على سطح علبية تحتوي على وسط E.T.G.P.A بطريقة تسمح بالحصول على مستعمرات منفصلة.

8.4 نجفف العلب مقلوبة لمدة 24 ساعة في درجة 37 م ± 1 م.

9.4 إخضاع ثلاث مستعمرات على الأقل نموذجية لاختبار الكواقولاس (12.4). تكون المستعمرات النموذجية ستافيلوكوكس أوروس سوداء، لامعة، ذات أطراف بيضاء رقيقة ومحاطة بمنطقة فاتحة منتشرة في الوسط الكثيف.

10.4 إذا لم تنم المستعمرات خلال 24 ساعة أو تم ملاحظة مستعمرات غير نموذجية فقط، في هذه الحالة تجفف العلب لمدة 24 ساعة إضافية في درجة 37 م ± 1 م.

2.1 ستربتوكوكوس تارموفيلوس : عضو مجهري دقيق محب للحرارة يشكل مستعمرات عدسية يتراوح قطرها من 1 إلى 2 مم في وسط M 17.

المظهر المجهري : خلية كروية أو بيضوية (دائرية) الشكل يتراوح قطرها من 0,7 إلى 0,9 ميكرومتر، على شكل أزواج أو سلاسل ممددة، جرام إيجابي، كاتلاس- سلبي.

2. المبدأ :

1.2 زرع التخفيفات العشرية للينة في :

- وسط MRS الحمضي متبوع بتجفيف في وسط لا هوائي لمدة 72 ساعة في درجة 37° م لإحصاء لاكتوباسيلوس بلغاريكوس،

- وسط M 17 متبوع بتجفيف في وسط هوائي لمدة 48 ساعة في درجة 37° م لإحصاء ستربتوكوكوس تارموفيلوس.

2.2 حساب المستعمرات والإثبات بواسطة اختبارات مناسبة

3.2 حساب عدد الأحياء العضوية المجهرية

حساب عدد الأحياء العضوية المجهرية المميزة لغرام من العينة انطلاقا من عدد المستعمرات المتحصل عليها من علب مختارة ذات تخفيفات تسمح بإعطاء نتيجة واضحة.

3. المخففات، أوساط الزرع والكواشف :

1.3 المكونات الأساسية

من أجل تحسين مردودية النتائج، يشترط لتحضير المخفف استعمال مكونات أساسية جافة أو تحضير كامل جاف.

- يجب احترام تعليمات الصانع بدقة،

- يجب أن تكون الكواشف الكيميائية ذات نوعية تحليلية معروفة،

- يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا في إناء من الزجاج أو منزوع الشوارد خاليا من المواد التي بإمكانها التأثير على نمو الأحياء المجهرية الدقيقة في الظروف التي أجريت فيها التجربة.

- يتعين مراقبة هذا الجانب دوريا خاصة في حالة الماء المنزوع الأملاح المعدنية.

- يتعين استعمال محاليل الهيدروكسيد أو حمض الكلوريدريك (حوالي 0,1 مول/ل) من أجل تعديل العامل الهيدروجيني pH للمخففات ما لم يرد بيان مخالف.

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج إحصاء الأحياء العضوية المجهرية المميزة بتقنية حساب المستعمرات في درجة 37° م في الياهورت، إجباريا.

المادة 2 : من أجل إحصاء الأحياء العضوية المجهرية المميزة بتقنية حساب المستعمرات في درجة 37° م في الياهورت، فإن مخابر رقابة الجودة وقمع الغش وتلك المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال منهج التحليل الميكروبيولوجي المبين في الملحق.

كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر في 4 ربيع الثاني عام 1425 الموافق 24 مايو سنة 2004.

نور الدين بوكروح

الملحق

منهج إحصاء الأحياء العضوية المجهرية المميزة بتقنية حساب المستعمرات في درجة 37° م في الياهورت.

الموضوع ومجال التطبيق

يطبق هذا المنهج على الياهورت الذي يكون فيه اثنان من الأحياء العضوية المجهرية المميزة، موجودين وحيين.

1 - التعريف :

1.1 لاكتوباسيلوس بلغاريكوس : عضو مجهري دقيق محب للحرارة يشكل مستعمرات عدسية وغالبا ما يكون على شكل نجمة يتراوح قطرها من 1 إلى 3 مم في وسط MRS الحمضي (وفق دمان، روقوسا وشارب).

المظهر المجهري : عصيات قصيرة وغالبا ما تكون ممددة، غير مبوغة، جرام إيجابي، غير متحركة، كاتلاس- سلبي.

2.3.3 المخفف

التركيب

بيبتون 1 (هيدروليزا تريبتيك للكازين) .. 0,5 غ
بيبتون 2 (هيدروليزا تريبتيك للحم) 0,5 غ
ماء 1000 ملل

التحضير

تذوب البيبتونات في الماء. يوزع المحلول بالمليمتر الواحد في قارورات تبلغ سعتها 150 ملل.

تعقم في درجة 121 م لمدة 15 دقيقة.

يمكن استعمال البيبتون المتعدد (البوليبيبتون) الذي هو مزيج من بيبتون 1 وبيبتون 2.

3.3 أوساط الزرع

1.3.3 وسط MRS الحمضي

التركيب

بيبتون 1 10 غ
مستخلص اللحم 10 غ
مستخلص الخميرة المجففة 5 غ
غلوكوز ($C_6H_{12}O_6$) 20 غ
Tween 80 (Sorbitanne monoléate) 1 ملل
هيدروجينو-أرثو فوسفات ثنائي البوتاسيوم ($K_2HP_4O_4$) 2 غ
أسيتات الصوديوم ثلاثي الهيدرات ($CH_3CO_2Na_3H_2O$) 2 غ
سيترات الأمونياك $[C_6H_6O_7(NH_4)_2]$ 2 غ
سولفات المغنيزيوم هيبوتاهايدرات ($MnSO_4 \cdot 7H_2O$) 0.2 غ
سولفات المنغنيز تيترا هيدرات ($MnSO_4 \cdot H_2O$) 0.05 غ
أغار - أغار 9-18 غ
ماء 1000 ملل

التحضير

تذوب المكونات في الماء في حالة الغليان. نتركه يبرد في 5 م ثم يعدل العامل الهيدروجيني pH بواسطة حمض الأستيك (3.4.3) مع مراقبته بواسطة جهاز قياس العامل الهيدروجيني pH (8.1.4) إلى أن يصل بعد التعقيم 5.4 في 25 م.

توزيع الوسط بكميات تقدر بـ 100 ملل في قارورات تبلغ سعتها 150 ملل أو بكميات تقدر بـ 200 ملل في قارورات تبلغ سعتها 250 ملل. تعقيم في 121 م لمدة 15 دقيقة.

كما يمكن استعمال أوساط MRS جاهزة للاستعمال، وفي هذه الحالة يجب مراقبتها مع الوسط المحضر وفق هذا المنهج.

قبل الشروع في الفحص الميكروبيولوجي، تذوب الكمية اللازمة من الوسط في حمام مائي في حالة الغليان أو في حالة بخار، في وعاء مغلق جزئياً. يبرد الوسط المذوب في حمام مائي (7.1.4).

لمراقبة درجة حرارة الهلام، يشترط وضع مقياس درجة الحرارة في نفس حجم محلول الهلام لديه نفس تركيز الوسط يوجد في وعاء منفصل يشبه الوعاء المستعمل في الوسط. يخضع المحلول المستعمل في مراقبة درجة الحرارة إلى نفس شروط التسخين والتبريد الخاصة بالوسط.

2.3.3 وسط M 17

1.2.3.3 الوسط الأساسي

التركيب

بيبتون 1 (هيدروليزا تريبتيك للكازين) .. 2,50 غ
بيبتون 2 (هيدروليزا تريبتيك للحم) 2,50 غ
بيبتون 3 (هيدروليزا تريبتيك للصويا) ... 5,00 غ
مستخلص الخميرة المجففة 2,50 غ
مستخلص اللحم 5,00 غ
بيتا - غليسرو فوسفات $C_3H_7O_6PNa_2$.. 19,00 غ
سولفات المغنيزيوم هيبوتاهايدرات $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 0,25 غ
حمض الأسكوربيك $C_6H_8O_6$ 50 غ
أغار - أغار 9-18 غ
ماء 950 ملل

التحضير

تذوب المكونات في الماء في حالة الغليان. نتركه يبرد في 50 م ويعدل العامل الهيدروجيني pH بواسطة الكواشف (4.3) مع مراقبته بواسطة جهاز قياس العامل الهيدروجيني pH (8.1.4) إلى أن يصل بعد التعقيم من 7,1 إلى 7,2 في 25 م. توزيع الوسط بكميات تقدر بـ 95 ملل في قارورات تبلغ سعتها 150 ملل. تعقيم في 121 م لمدة 15 دقيقة.

كما يمكن استعمال أوساط كاملة لـ M 17 جاهزة للاستعمال التي ينبغي مراقبتها مع وسط M 17 المحضر حسب هذا المنهج.

2.2.3.3 محلول لاكتوز

التركيب

لاكتوز $C_{12}H_{22}O_{11}$ 10 غ
ماء 100 ملل

التحضير

يذوب لاکتوز في الماء ثم يعقم في 121 م لمدة 15 دقيقة.

3.2.3.3 الوسط الكامل

التركيب

الوسط الأساسي (1.2.3.3) 95 ملل
محلول لاكتوز (2.2.3.3) 5 ملل

التحضير

مباشرة قبل الاستعمال، يذوب الوسط الأساسي (1.2.3.3) في حمام مائي في حالة الغليان ثم نتركه يبرد في 48-50 م. يسخن محلول لاكتوز (2.2.3.3) في 48-50 م. يضاف محلول لاكتوز إلى الوسط الأساسي ثم يخلط بعناية عن طريق حركات دورانية. يبرد الوسط في حمام مائي (7.1.4).

4.3 الكواشف لتعديل العامل الهيدروجيني pH

1.4.3 محلول هيدروكسيد الصوديوم NaOH،

حوالي 0,1 مول/ل

2.4.3 محلول حمض الكلوريدريك HCl، حوالي

0,1 مول/ل

3.4.3 حمض الأستيك CH_3COOH ، 100٪ (ثلجي).

4. التجهيزات والأدوات الزجاجية

1. 4 عتاد المخبر الميكروبيولوجي الحالي، هو عتاد مخصص لتحضير العينات والمخففات.

1.1. 4 محضن في درجة 37 ± 1 م.

2.1. 4 محضن لاهوائي، تمكن ضبطه في درجة 37 ± 1 م أو أوعية مخصصة لتربية الكائنات اللاهوائية، يوفر جو مكون من 90٪ من الأزوت و 10٪ من ديوكسيد الكربون.

3.1. 4 خللاط من نوع لولبي، ذو أوعية بلاستيكية

معقمة، دائري الشكل، بإمكانه الدوران بسرعة 20000 دقيقة على الأقل، مع أوعية زجاجية أو حديدية ذات قدرة ملائمة.

4.1.4 رجاج أنابيب الاختبار (مثال، رجاج

فورتيكس).

5.1.4 جهاز حساب المستعمرات، يتركب من جهاز ضوئي ذي عمق أسود مجهز بعدسة ذات تكبير 1.5 مرة وعدد رقمي ميكانيكي أو إلكتروني.

6.1.4 عدسة ذات تكبير 8-10 مرة.

7.1.4 حوض مائي يمكن تعديله في درجة 45 ± 1 م.

8.1.4 جهاز قياس العامل الهيدروجيني مجهز بمعدل حراري ذي دقة $0.1 \pm$ وحدة العامل الهيدروجيني في درجة 25 م.

9.1.4 قنينات التخفيف، تبلغ سعتها من 150 إلى 250 ملل وأنابيب اختبار 18 مم x 180 مم مجهزة بنظام غلق مناسب كبسولات أو سدادات مطاطية أو مصنوعة من مادة مركبة.

10.1.4 ماصات مدرجة حتى الحد يمكن أن تستوعب 1 ملل $0.02 \pm$ ملل أو 10 ملل $0.2 \pm$ ملل أو 11 ملل $0.2 \pm$ ملل.

11.1.4 علب بيتري يبلغ قطرها الداخلي حوالي 90 سم وعمقها الداخلي 10 مم على الأقل.

يجب أن يكون قعر هذه العلب منتظما حتى لا يؤثر على عملية إحصاء المستعمرات.

12.1.4 ملاعق زجاجية أو حديدية.

5. المعايير

تتم وفق شروط مناسبة.

6. طريقة العمل

1.6 أخذ العينة وتحضيرها

قبل فتح الياهورت ومن أجل تفادي كل مصدر للتلوث، ينبغي تنظيف المساحة الخارجية للعلبة التي تقطع منها العينة بعناية. يتم التنظيف بالإيتانول بنسبة 70٪ (ح/ح) من أجل تجنب أي تلوث إضافي. تفتح العلبة بطريقة نظيفة.

خلال هذه المرحلة، لا يكفي فقط الحصول على تخفيف متجانس وإنما كذلك تجزأ سلاسل ستريبتوكوك ولاكتوباسيل على شكل خلايا معزولة أو سلاسل قصيرة، بطريقة تكون النتائج المعبر عنها بالعدد الإجمالي للأحياء العضوية المجهرية لواحد غرام من المنتج، منتجة وممثلة.

1.1.6 ياهورت بدون فواكه

يخلط بعناية محتوى علبة الياهورت بواسطة ملعقة معقمة (12.1.4). وزن 10 غ $0.1 \pm$ لعينة من الياهورت في وعاء مناسب (مثال، في أنبوب جهاز الطرد المركزي ذي سعة 200 ملل يحتوي على قعر دائري من الزجاج الصلب أو في كأس الخللاط أو في الوعاء البلاستيكي للخللاط (Peristaltique) (3.1.4).

2.1.6 ياهورت بالفواكه

يخلط المحتوى الإجمالي لعلبة ياهورت لمدة دقيقة واحدة بواسطة خلاط (3.1.4).

وزن $10 \pm 0,1$ لعينة من ياهورت، مثلما في (1.1.6).

2.6 الفحص المجهرى

إجراء فحص أولي لعدة حقول مجهرية لكمية من عينة ياهورت ملونة مسبقا بأزرق المتيلين (مثال بواسطة محلول إيتانوليك لأزرق المتيلين لـ 6 غ/ل) وهذا لتقييم كثافة نوعان من البكتيريا، بيضوية وعصوية وبالتالي اختيار مجموعة التخفيفات المناسبة لاستعمالها في إحصاء كل نوع.

3.6 تحضير التخفيف الأول

يجب إنجاز العمليات المبينة في الفقرات من 3.6 إلى 4.5.6 بعيدا عن أشعة الشمس.

إضافة المخفف (2.3) للعينة المأخوذة (1.1.6) إلى أن تبلغ كثافة العينة والمخفف 50 غ. تخلط لمدة دقيقة واحدة بواسطة خلاط (3.1.4). نكمل بنفس المخفف إلى غاية الحصول على 100 غ وبذلك نتحصل على تخفيف 10^{-1} .

4.6 تحضير التخفيفات العشرية

توزيع المخفف (2.3) بواسطة ماصة مدرجة معقمة. ينقل 1 ملل من هذا التخفيف إلى أنبوب ثان، الخ مع استعمال في كل مرة ماصة جديدة لكل تخفيف إلى غاية الحصول على سلسلة التخفيفات المطلوبة.

لا تغطس الماصة أكثر من 1 سم تحت سطح السائل. تجنب الفقاعات الهوائية عند ملء الماصة.

لا تغطس الماصة أثناء النقل في التخفيف الجديد.

5.6 الزرع والتخفيف

1.5.6 العمل على مرتين (بالنسبة للاكتوباسيلوس بلغاريكوس وستريبكتوكس تارموفيلوس)، تنقل في علب بيتري بواسطة ماصة، معقمة 1 ملل لكل تخفيف (1.1.4).

2.5.6 بالنسبة للاكتوباسيلوس بلغاريكوس، يفرغ في علب بيتري من 12 ملل إلى 15 ملل من وسط MRS الحمضي (1.3.3) مذوب ومثبت في 45 ± 1 م، في حمام مائي (7.1.4).

يجب أن لا يتجاوز الوقت بين زرع التخفيفات وملء علب بيتري بالهلام، أكثر من 15 دقيقة (2.5.6 و 3.5.6).

3.5.6 بالنسبة لستريبكتوكس تارموفيلوس، تصفى في كل علب بيتري من 12 ملل إلى 15 ملل من وسط M 17 (2.3.3) مذوب ومثبت في 45 ± 1 م (7.1.4).

4.5.6 مباشرة بعد تفريغ الإينكولوم في العلب، يخلط بعناية مع الوسط عن طريق تدوير العلب، يترك الخليط يتجمد بترك العلب على سطح بارد وأفقي.

5.5.6 تجفف علب بيتري مقلوبة.

يجب أن لا يتجاوز ترتيبها 6 علب وأن لا تلتصق العلب ببعضها البعض ولا تكون ملتصقة مع جوانب أو الجهة العليا للمخفف.

1.5.5.6 من أجل إحصاء عدد لاكتوباسيلوس بلغاريكوس تجفف العلب لمدة 72 ساعة في 37 ± 1 م في المجفف اللاهوائي أو وعاء الزرع في وسط لاهوائي (2.1.4).

2.5.5.6 من أجل إحصاء عدد الستريبكتوكس تارموفيلوس تجفف العلب لمدة 48 ساعة في 37 ± 1 م.

6.6 حساب المستعمرات

بعد مرحلة التجفيف الموضحة في (1.5.5.6) و (2.5.5.6) تحسب المستعمرات التي تبين خصائص العضوين المجهرين الاثنين (1.1 و 2.1) الموجودة في العلب المحتوية بين 10 و 300 مستعمرة.

تفحص العلب تحت ضوء خفيف، لتسهيل عملية الحساب، ينبغي استعمال عداد مناسب (5.1.4).

ينبغي عدم الخلط بين الجزيئات غير الذائبة للعينة أو المواد المترسبة، مع المستعمرات ذات حجم رأس إبرة. فحص المستعمرات المشكوك فيها بعناية بواسطة عدسة ذات تكبير مرتفع إذا اقتضى الأمر، وذلك لتمييز المستعمرات عن الجزيئات الأجنبية. القيام بتخفيفات في حالة ما إذا كان عدد المستعمرات يتجاوز 300.

7.6 التأكيد

انتقاء المستعمرات انطلاقا من العلب المستعملة لإحصاء بطريقة يكون العدد المتحصل عليه يساوي الجذر التربيعي للعدد الإجمالي للمستعمرات.

القيام بعملية التلوين "جرام" لهذه المستعمرات والتأكد بأنها على شكل عصيات غير مبوغة، جرام - إيجابي، كاتلا - سلبي وهذا في حالة الزرع في وسط MRS. في حالة الزرع في وسط M 17، تكون على شكل دوائر متسلسلة أو دوائر زوجية، جرام إيجابي، كاتلا - سلبي.

7. التعبير عن النتائج

1.7 طريقة الحساب

1.1.7 يحتفظ بالإحصاء الخاص بالعلب المحتوية على 10 إلى 300 مستعمرة المتحصل عليها في 6.6.

2.1.7 لكل عضو مجهري مميز، يساوي عدد الأعضاء المجهرية لواحد غرام من العينة.

$$\Sigma \text{ م}$$

$$\text{ت (ع} 1 + 0,1 + 2\text{ع)}$$

$\Sigma \text{ م}$: هو مجموع المستعمرات المحسوبة في العلب 1.1.7.

ع : هو عدد العلب المحسوبة ذات التخفيف الأضعف.

2ع : هو عدد العلب المحسوبة ذات التخفيف المرتفع.

ت : هو القيمة الموافقة للتخفيف الذي من خلاله حصلنا على الإحصاء الأول.

في حالة حساب أكثر من تخفيفين، يجب تغيير الصيغة لأخذ بعين الاعتبار التخفيف التالي :

بالنسبة لثلاث تخفيفات لدينا :

$$\Sigma \text{ م}$$

$$\text{ت (ع} 1 + 0,1 + 2\text{ع} + 0,01)$$

3.1.7 تقرب إلى الصفر النتائج المتحصل عليها في 2.1.7 إلى رقمين ممثليين. بالنسبة للعدد ذي ثلاثة أرقام، يقرب الرقم الثالث إلى الصفر الأقرب إليه. إذا كان الرقم الثالث هو 5، يقرب إلى الرقم الأصغر، إذا كان الرقمان الأوليان يشكلان عددا زوجيا وإلى الرقم الأكبر إذا كان الرقمان الأوليان يشكلان عددا فرديا.

على سبيل المثال : لـ 234 يقرب إلى 230

240 235

220 225

240 245

4.1.7 إذا كانت جميع الإحصاءات أقل من 10، نبين أن عدد الأعضاء المجهرية بالغرام هو أقل من 10×1 ت حيث "ت" هو القيمة الموافقة للتخفيف الأضعف.

5.1.7 إذا كانت جميع الإحصاءات أكبر من 300، يحسب العدد المعبر عنه انطلاقا من العلب التي يكون فيها عدد المستعمرات أقرب إلى 300 ويضرب عكس القيمة الموافقة للتخفيف الأكثر ارتفاعا. تعطى النتيجة على شكل "العدد المعبر عنه للأعضاء المجهرية لواحد غرام"، في حالة التخفيف الأكثر ضعفا.

6.1.7 يعبر عن النتيجة بعدد يتراوح بين 1,0 و9,9 يضرب في 10 س حيث س هو القوة الموافقة لـ 10.

7.1.7 يساوي العدد الإجمالي للأعضاء المجهرية المميزة لغرام من الياهووت.

$$\text{ع ل} + \text{ع س}$$

بمعني :

ع ل : هو عدد لاكتوباسيلوس بلغاريكوس لغرام، محسوب وفق 2.1.7.

ع س : هو عدد ستريبتوكوكس ترموفلوس لغرام، محسوب وفق 2.1.7.

2.7 مثال على كيفية الحساب

لعينة من الياهووت، فإن حساب لاكتوباسيلوس بلغاريكوس يعطي النتيجة التالية (علبتي بيتري لتخفيف واحد تم تجفيفهما) :

التخفيف : 10^{-5} : 295 و 245 مستعمرة،

10^{-6} : 33 و 40 مستعمرة،

$$\Sigma \text{ م} \quad 295 + 245 + 33 + 40 = 613$$

$$\text{ت (ع} 1 + 0,1 + 2\text{ع} + 0,01) = \frac{613}{10^{-5} \times 2,2} = \frac{613}{278,6} = 2,197$$

وفق 3.1.7، هذا يوافق لـ $10^{-5} \times 280$

- العدد المعبر عنه لـ ل. بلغاريكوس الموجود في عينة الياهووت هو إذن $10^{-5} \times 2,8$ غ/غ:

نفس الشيء بالنسبة لـ س. تارموفيلوس، العدد المعبر عنه هو $10^{-8} \times 4,9$ غ/غ من الياهووت.

هكذا، فإن العدد الإجمالي للأعضاء المجهرية المميزة لغرام من الياهووت هو :

$$(10^{-7} \times 2,80) + (10^{-8} \times 4,90) = 5,18 \times 10^{-8} \text{ الذي عندما}$$

يقرب إلى الصفر وفق 3.1.7 يعطي :

$$5,20 \times 10^{-8} \text{ غ من الياهووت.}$$

3.7 التدقيق

تبين التجربة بأن في حالة إجراء اختبارين مستقلين منجزين من نفس العينة، فإن الاختبار الذي يعطي نتائج مرتفعة يتجاوز غالبا 30٪ من ذلك الذي يعطي نتائج ضعيفة، في هذه الحالة، يجب على المحلل إعادة النظر في الظروف العملية من أجل تحديد مصدر الأخطاء.

8 . تنبيهات حول طريقة التطبيق

انتقاء أوساط الزرع

لا يعتبر الوسطان المستعملان (MRS الحمضي و M 17) كاملي الانتقاء.

لا تشكل أغلبية أنواع س. تارموفيلوس مستعمرات مرئية في وسط MRS الحمضي ذات تخفيفات والتي من المفروض استعمالها لإحصاء ل. بلغاريكوس. في حين عندما يكون عدد لاكتوباسيل في عينة الياهووت، أقل بكثير من عدد ستريبتوكوك، يجب تحضير تخفيفات ضعيفة لحساب ل. بلغاريكوس.

في هذه الحالة، يمكن لاستريبتوكوكوس تارموفيلوس أن تشكل في علب الوسط MRS الحمضي مستعمرات صغيرة أو مستعمرات ذات حجم رأس إبرة والتي من الممكن تمييزها عن مستعمرات ل. بلغاريكوس التي تكون ذات حجم أكبر.

من جهة أخرى، لا تشكل أغلبية أنواع ل. بلغاريكوس مستعمرات مرئية في الوسط M 17 ذات تخفيفات التي من المفروض استعمالها لإحصاء س. تارموفيلوس.

على العموم، يمكن لبعض أنواع ل. بلغاريكوس تشكيل في وسط M 17 مستعمرات صغيرة ذات حجم رأس إبرة وذلك في عينة من الياهووت التي يكون فيها عدد لاكتوبسلوس أكبر بكثير من عدد الستريبتوكوكوس.

عموماً، يكون مظهر هذه المستعمرات الصغيرة والخشنة صوفيا أو قطنيا ومن السهل تمييزها بالعين المجردة (من الأحسن بواسطة مكبرة) عن المستعمرات س. تارموفيلوس التي تكون كبيرة وملساء وعلى شكل حبة العدس.



قرارات، مقررات، آراء

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 26 رجب عام 1425 الموافق 11 سبتمبر سنة 2004، يجعل منهج تحضير العينات للتجربة والتخفيفات بغرض الفحص الميكروبيولوجي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 والمتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك وعرضه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل و المتمم والمذكور أعلاه ، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحضير العينات للتجربة والتخفيفات بغرض الفحص الميكروبيولوجي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحضير العينات للتجربة والتخفيفات بغرض الفحص الميكروبيولوجي ، فإن مخابر مراقبة الجودة و قمع الغش و تلك المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق .

كما 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 26 رجب عام 1425 الموافق 11 سبتمبر سنة 2004.

نور الدين بوكروح

الملحق**منهج لتحضير العينات للتجربة والتخفيفات بغرض الفحص الميكروبيولوجي**

1-التعريف : تقتضي متطلبات هذا المنهج، تطبيق التعاريف التالية .

1.1 تخفيف أولي (المحلل الأم) : محلل، محلول أو مستحلب حصل عليه بعد وزن أو كيل كمية من المنتج المراد تحليله (أو العينة المراد تجربتها والمحضرة انطلاقا من هذا المنتج) التي تم خلطها إن اقتضت الحاجة باستعمال خلاط مع مراعاة الاحتياطات الملائمة (6) تسع مرات نفس كمية المخفف (3) مع ترك الجزيئات الكبيرة تتوضع إن وجدت.

يمكن في بعض الحالات، إضافة المخفف بكثرة لاسيما بالنسبة للمنتجات التي تعطي محلل الأم 9+1 لزج أو كثيف. وفي حالات أخرى، يمكن استعمال تخفيف أولي مركز أكثر من 9+1 ذلك بالنسبة لنتائج التجربة التي لها علاقة مع بعض معايير المواصفات. يجب الأخذ بعين الاعتبار هذا العامل لمواصلة العمليات و/ أو للتعبير عن النتائج.

2.1 التخفيفات العشرية التالية : محلل،

مستحلب أو محلول متحصل عليه بخلط حجم معين للتخفيف الأولي (1.1) مع

تسع مرات نفس حجم المخفف المناسب و تكرر هذه العملية على كل تخفيف محضر إلى غاية الحصول على مجموعة من التخفيفات العشرية المناسبة لزراعة أوساط الزرع .

2-المبدأ

لتسهيل الفحص الميكروبيولوجي، نقوم بتحضير التخفيف الأولي (محلل الأم) (1.1) و إذا اقتضى الأمر التخفيفات العشرية الموالية (2.1) و هذا لتقليص عدد الأعضاء المجهرية لوحدة حجم.

3-المخففات**1.3 المكونات الأساسية**

لتحسين صحة النتائج، يشترط لتحضير المخفف، استعمال مكونات أساسية مجففة أو تحضير كامل مجفف. يجب احترام التعليمات التقنية بدقة.

يجب أن تكون المنتجات الكيميائية ذات نوعية تحليلية معترف بها.

يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا في جهاز من الزجاج أو ماء خال من الأملاح المعدنية، خال من المواد التي بإمكانها التأثير على نمو الأعضاء المجهرية في الظروف التي أجريت فيها التجربة. يتعين مراقبة هذا الجانب دوريا خاصة في حالة الماء المنزوع الأملاح المعدنية.

يتعين استعمال محاليل هيدروكسيد الصوديوم أو حمض الكلوريدريك (حوالي 0.1مول/ل) من أجل تعديل العامل الهيدروجيني pH للمخففات، ما لم يرد بيان مخالف.

2.3 المخففات للاستعمال العام**1.2.3 محلول بيتون - ملح****التركيب**

بيتون.....1,0 غ
كلورور الصوديوم NaCl.....8,5 غ
الماء.....1000 ملل

التحضير

تذويب المكونات في الماء ، بالتسخين، إذا اقتضى الأمر،
يعدل العامل الهيدروجيني pH إلى أن يبلغ بعد التعقيم $0,1 \pm 7,0$ في 25°C .

2.2.3 محلول رينجر المخفف عند الربع

التركيب

كلورور الصوديوم NaCl 2,25 غ
كلورور البوتاسيوم KCl 0,105 غ
كلورور الكالسيوم الجاف CaCl_2 0,06 غ
هيدروجينوكاربونات الصديوم NaHCO_3 0,05 غ
ماء 1000 ملل

التحضير

تذويب الأملاح في الماء.
تعديل العامل الهيدروجيني إلى أن يبلغ بعد التعقيم $0,1 \pm 6,9$ في 25°C .

3.2.3 محلول بيبتون

التركيب

بيبتون 1,0 غ
ماء 1000 ملل

التحضير

تذويب بيبتون في الماء.
تعديل العامل الهيدروجيني إلى أن يبلغ بعد التعقيم $0,1 \pm 7,0$ في 25°C .

4.2.3 محلول الفوسفات

تركيب المحلول الأصلي

ثنائي هيدروجينو فوسفات البوتاسيوم
 (KH_2PO_4) 42,5 غ
ماء 1000 ملل

التحضير

يذوب الملح في 500 ملل من الماء، يعدل العامل الهيدروجيني بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم أو حمض الكلوريدريك لـ 1 مول /ل، إلى أن يبلغ بعد التعقيم $0,1 \pm 7,2$ في 25°C .

يذوب بالماء حتى 1000 ملل. يحفظ المحلول الأصلي في الثلاجة.

قبل الاستعمال، يضاف 1 ملل من المحلول الأصلي (في 20°C) لـ 1000 ملل من الماء لاستعماله كمخفف.

3.3 المخففات للاستعمال الخاص

1.3.3 محلول سترات الصوديوم (للجبن، والجبن الطري والحليب الجاف هات ماکر Hatmaker)

التركيب

سترات ثلاثي الصوديوم المميه مرتين
 $\text{Na}_3 \text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 20,0 غ
ماء 1000 ملل

التحضير

يذوب الملح في الماء بالتسخين بين 45°C و 50°C .
يعدل العامل الهيدروجيني إلى أن يبلغ بعد التعقيم $0,1 \pm 7,5$ في 25°C .

2.3.3 محلول مونوهيدروجينو- فوسفات البوتاسيوم (للجبن، و الجبن الطري- حمض الكازيين- مسحوق الكازيين اللبني- الكازينات- مساحيق مصل الحليب الحمضي الحمضيات والقشدة الحامضة).

التركيب

مونوهيدروجينو- فوسفات البوتاسيوم
 K_2HPO_4 20,0 غ
ماء 1000 ملل

التحضير

تذويب الملح في الماء بالتسخين بين 45°C و 50°C .

يعدل العامل الهيدروجيني pH. بالنسبة للتخفيف الأولي لحمض الكازيين، الكازيين اللبني ومسحوق مصل الحليب الحمضي، يجب أن يكون العامل الهيدروجيني بعد التعقيم $0,1 \pm 8,4$ في 25°C . أما بالنسبة للكازينات، الأجبان، الأجبان الطرية والقشدة الحامضة، يكون العامل الهيدروجيني $0,1 \pm 7,5$

في حين، يجب عدم تعقيم الماصات في جهاز التعقيم، وذلك بسبب تكثف الرطوبة على الجوانب الداخلية للماصة أثناء التبريد مما يؤثر على دقة الحجم المراد أخذه.

2.4 تجهيزات المجانسة

يجب استعمال إحدى التجهيزات التالية :

أ- جهاز المجانسة الدوراني، يبلغ عدد الدورات فيه بين 8000 د-1 و 45000 د-1، يحتوي على كؤوس زجاجية أو حديدية مجهزة من الأفضل بأغطية ومقاومة للتعقيم.

ب- جهاز المجانسة من النوع الحلقي (Stomacher) يحتوي على أكياس بلاستيكية معقمة .

يجب أن تكون سعة الكؤوس و الأكياس البلاستيكية (كيس Stomacher) كافية تسمح بمزج العينة جيدا مع الكمية المناسبة للمخفف . و على العموم، يجب أن يكون حجم الوعاء يساوي مرتين حجم العينة و المخفف معا.

3.4 رجاج له القدرة على خلط 1ملل أو 2 ملل من العينة المراد تجربتها (في حالة المواد السائلة) أو خلط التخفيفات العشرية في أنبوب ذو سعة كافية، مع 9 ملل أو 18 ملل من المخفف للحصول على معلق متجانس و ذلك عن طريق حركات دورانية خارج مركز محتوى أنابيب الاختبار (مثال زجاج فورتيكس).

4.4 قنينات يمكن أن تستوعب 90 ملل من المخفف المستعمل لتحضير المحلول الأصلي أو عدة أحجام من 90 ملل، مع ترك فراغ كاف في هذه القنينات لتسهيل عملية الرج.

5.4 أنابيب اختبار يمكن أن تستوعب 10 ملل (أو عدة أحجام من 10ملل إذا اقتضى الأمر) من العينة المراد تجربتها (إذا كانت سائلا) أو التخفيف الأولي (في حالات أخرى) أو تخفيفات عشرية الموائية، مع ترك فراغ كاف في الأنابيب لتسهيل عملية الرج.

6.4 ماصات (مسدودة بواسطة قطن) ذات سعة معتبرة تقدر بـ 1ملل و فتحة سيلان تبلغ بـ 1,75مم و يبلغ قطرها 3 مم.

ينبغي عدم استعمال ماصات مشققة، و إذا استلزم الأمر يتعين أن تكون تدرجات الماصة واضحة لتمييزها عن المحتوى.

7.4 ماصات مدرجة (مسدودة بواسطة قطن) ذات سعة كبيرة نسبيا مثلا 10 ملل أو 20 ملل .

4.3 التوزيع، التعقيم وحفظ المخفف

بالنسبة للتخفيف الأولي، يوزع المخفف (3.2 أو 3.3) في القنينات (4.4)، أما بالنسبة للتخفيفات العشرية (3,2)، فتوزع في أنابيب اختبار (4.5) بكميات تسمح بعد التعقيم باحتواء كل قنينة (4.4) على 9,0 ملل (أو كميات أخرى مطلوبة) و كل أنبوب اختبار (4.5) على 9,0 ملل من المخفف أو مخفف متعدد يقدر بـ 9,0 ملل (أو كميات أخرى مطلوبة).

تسد الأنابيب و القنينات.

تعقيم بواسطة جهاز التعقيم لمدة 15 دقيقة في 121°م (يمكن أن تكون مدة التعقيم طويلة بالنسبة للأحجام الكبيرة).

في حالة عدم استعمال المخفف فوراً، يتعين حفظه بعيداً عن الضوء من 0°م إلى 5°م لمدة شهر كحد أقصى في ظروف لا يحدث فيها أي تغير في حجم المخفف أو تركيبه.

إذا أردنا إحصاء عدة مجموعات من الأعضاء المجهرية باستعمال أوساط زرع مختلفة، يمكن توزيع كل المخففات (أو البعض منها) بكميات أكبر من 9,0 ملل. يجب أن تكون أحجام أنابيب الاختبار و القنينات (4,5 و 4,4) متناسبة مع أحجام المخففات.

4- التجهيزات و الأدوات الزجاجية

تعتبر التجهيزات ذات الاستعمال الواحد مقبولة شأنها شأن الأدوات الزجاجية المعاد استعمالها، إذا كانت خصوصياتها مطابقة لخصوصيات الأدوات الزجاجية وأن تكون مقاومة للتعقيم المتكررة وأن تكون خاملة كيميائياً.

الأدوات العادية للمخبر الميكروبيولوجي

لاسيما :

1.4 أجهزة التعقيم بالحرارة الجافة (فرن) أو بالحرارة الرطبة (جهاز التعقيم) (جهاز تعقيم معزول أو مدمج داخل نظام تحضير و توزيع الأوساط) .

يجب تعقيم الأدوات الملامسة للمخفف، للعينة المراد تجربتها و التخفيفات إلا في حالة ما إذا كانت معقمة مسبقاً (التجهيزات البلاستيكية) .

أ- سواء في الفرن، بتثبيته في درجة حرارة تتراوح بين 170°م و 175°م لمدة ساعة واحدة على الأقل .

ب- سواء في جهاز التعقيم، بتثبيته في درجة حرارة تقدر بـ 121°م ±1 لمدة 20 دقيقة على الأقل.

تحضر التخفيفات الموالية حسب 2,6.

2.1.6 الحليب الجاف، مسحوق مصلى الحليب، مسحوق المخيض واللاكتوز

خلط بعناية محتوى الوعاء المغلق بتحريكه وقلبه بصفة مكررة.

إذا كانت العينة المراد تجربتها موجودة في الرزم الأصلي ومعبأة بطريقة لا تسمح بالخلط الجيد، يتعين تحويلها إلى وعاء أكبر. يخلط الوعاء ثم يفتح لاقتطاع العينة المطلوبة بواسطة ملعقة وفق الطريقة المبينة أدناه.

يغلق الوعاء مباشرة بعد ذلك.

تسخن قنينة تحتوي على 90 ملل من المخفف ملائم (2.3) في حمام مائي (11.4) أو مسحوق الحليب هات ماكر (1.3.3)، إذا اقتضى الأمر ويبلغ عامله الهيدروجيني $0,1 \pm 7,5$ في $45^\circ \text{م} \pm 1$.

وزن 10 غ من العينة المراد تجربتها في وعاء زجاجي مناسب (مثل وعاء بيشر)، يفرغ المسحوق ببطء في قنينة التخفيف المحتوية على المخفف المختار أو وزن 10 غ من العينة المراد اختبارها مباشرة في القنينة مع المخفف.

لتذويب المحتوى، تدور القنينة ببطء من أجل تمييه المسحوق ثم ترج 25 مرة لمدة 10 ثوان عن طريق حركات تبلغ حوالي 300 مم. يمكن استعمال جهاز المجانسة من النوع الحلقي (2.4ب) كوسيلة أخرى للرج.

إعادة وضع القنينة في الحمام المائي لمدة 5 دقائق مع الرج من حين لآخر.

تحضر التخفيفات الموالية وفق 2.6.

من أجل الحصول على مسحوق حليب جيد معاد تكوينه وخاصة مسحوق الحليب هات ماكر، يمكن استعمال كريات زجاجية (8.4). وفي هذه الحالة، يتعين وضعها في القنينات قبل التعقيم.

3.1.6 الجبن و الجبن الطري

يوزن 10 غ من العينة المراد تجربتها في كبسولة توضع في وعاء جهاز المجانسة الدوراني (2.4أ) أو جهاز المجانسة من النوع الحلقي (2.4ب) أو توزن 10 غ من العينة المراد اختبارها مباشرة في الوعاء.

أثناء استعمال جهاز المجانسة الدوراني أو جهاز المجانسة من النوع الحلقي، يضاف 90 ملل من المخفف (2.3)، أو (1.3.3) أو (2.3.3) ويكون العامل الهيدروجيني $0,1 \pm 7,5$ pH.

8.4 كريات زجاجية، يبلغ قطرها حوالي 6 مم.

9.4 جهاز قياس العامل الهيدروجيني pH مجهز بمعدل حراري مضبوط في 0,1 لوحدة العامل الهيدروجيني pH.

10.4 ميزان ذو حمولة كافية مضبوط في 1% للكتلة الصافية الموزونة.

11.4 حمام مائي معدل في $45^\circ \text{م} \pm 1$.

12.4 حمام مائي معدل في $37^\circ \text{م} \pm 1$.

5- المعايير

تتم المعايير وفق شروط مناسبة.

6- طريقة العمل

بالنسبة لبعض الأبحاث الخاصة (مثال السالمونيلا) يشترط تقنيات خاصة أو لزوم بعض الاحتياطات. بالنسبة لهذه الحالات، فإن التقنيات مبينة في المنهج المعني.

يجب أن لا تجري العمليات المبينة في 1.1.6 و 2.1.6 مباشرة تحت أشعة الشمس.

يتعين أخذ الاحتياطات العادية للنظافة.

1.6 تحضير العينة للتجربة و التخفيف الأولي

لتفادي إلحاق الضرر بالأعضاء المجهرية بسبب التغير المفاجئ لدرجة الحرارة، يتعين أن تكون درجة حرارة المخفف خلال العمليات المذكورة أدناه، هي نفس درجة حرارة العينة المراد تجربتها، إلا في حالة وجود مواصفات مخالفة.

1.1.6 الحليب و المنتجات الحليبية السائلة

رج العينة المراد تجربتها جيدا لضمان توزيع متماثل بقدر الإمكان للأعضاء المجهرية، بالقلب السريع للوعاء المحتوي على العينة، 25 مرة. يجب تجنب تشكل رغوة أو تركها تتبعرثر. يجب أن لا تتجاوز المدة بين الخلط واقتطاع العينة، ثلاث دقائق.

اقتطاع 1 ملل من العينة المراد تجربتها بواسطة ماصة معقمة (6.4) و تضاف إلى 9 ملل من المخفف (2.3) (أو 10 ملل من العينة المراد تجربتها لـ 90 ملل من المخفف أو 11 ملل لـ 99 ملل).

- رج هذا التخفيف الأولي (مثال 25 مرة عن طريق حركة تقدر بـ 300 مم في 7 ثوان). وبذلك نتحصل على تخفيف 10^{-1} .

- ترفع درجة الحرارة إلى $37 \pm 1^\circ \text{م}$ في حمام مائي (12.4).

- في حالة استعمال جهاز المجانسة الدوراني ، ينقل الخليط إلى قنينة أخرى تحتوى على تخفيف معقم .

- يترك في $37 \pm 1^\circ \text{م}$ لمدة 15 دقيقة .

- تترك الرغوة تتوزع ، قبل مواصلة العمل .

- تحضر التخفيفات المولية وفق 2.6.

6.1.6 الزبدة

توزن 10 غ من العينة المراد تجربتها في وعاء و توضع في الحمام المائي (11.4) في $45 \pm 1^\circ \text{م}$.

يترك الوعاء في الماء إلى غاية ذوبان العينة.

يضاف 90 ملل من المخفف (2.3) ثم يخلط .

يسهل إنجاز هذه العملية، في حالة استعمال جهاز المجانسة من النوع الحلقي (2.4ب).

كما يمكن العمل فقط على الطبقة المحتوية على الماء لتحضير التخفيف كما يلي :

تؤخذ كمية تقدر بـ 50 غ تحتوي على حوالي 8 ملل من الماء و يضاف إليها 42 ملل من المخفف (3.2.3) ثم يعاد تسخينه في 45°م .

يوضع الوعاء في الحمام المائي (11.4) في $45 \pm 1^\circ \text{م}$ إلى غاية ذوبان الزبدة. يخلط جيدا و يترك على الأكثر 15 دقيقة إلى غاية حدوث الانفصال .

لفصل الطبقات، إذا اقتضى الأمر، توضع العينة الخاصة باختبار الذوبان في أنبوب الطرد المركزي معقم (أو تذوب العينة المراد تجربتها مباشرة في أنبوب الطرد المركزي) حيث تبلغ سرعة الدوران من 1000 د-1 إلى 2000 د-1 .

تقتطع الطبقة الدسمة (العليا) بطريقة معقمة بواسطة أنبوب معقم متصل بمضخة فارغة.

تقتطع الطبقة السفلى.

تحضير التخفيفات المولية وفق 2.6.

7.1.6 المنتوجات الحليبية المجمدة (بما فيها

المثلجات الموضوعة للاستهلاك)

تطبق نفس الطريقة الخاصة بالزبدة (6.1.6) (الطريقة الأولى) ولكن باستعمال حمام مائي (12.4) في $37 \pm 1^\circ \text{م}$ على الأكثر.

تخلط المادة إلى غاية توزيعها الكامل (من دقيقة واحدة إلى 3 دقائق). في حالة استعمال جهاز المجانسة الدوراني، نعمل لمدة كافية للحصول على دوران إجمالي يبلغ من 15000 إلى 20000 دورة.

- حتى في حالة استعمال جهاز المجانسة الدوراني الأقل سرعة، ينبغي أن لا تتجاوز المدة 2,5 دقيقة. من الأفضل أن لا تتجاوز درجة حرارة التوزيع 40°م و أن لا تتعدى في أي حال 45°م . تترك الرغوة لتتوزع.

- تحضر التخفيفات المولية وفق 2.6.

4.1.6 حمض الكازيين، الكازيين اللبني، حمض

مسحوق مصال الحليب

وزن 10 غ من العينة المراد تجربتها ووضعها في كبسولة.

توضع العينة في قنينة التخفيف تحتوي على كريات زجاجية (8.4) و 90 ملل من مخفف هيدروجينو الفوسفات ثنائي البوتاسيوم (2.3.3) ويكون العامل الهيدروجيني $0,1 \pm 8,4 \text{ p H}$ وهذا يتعلق بـ حمض الكازيين و الكازيين اللبني .

تترك القنينة في درجة حرارة محيطية لمدة 15 دقيقة ثم ترفع درجة الحرارة إلى $37 \pm 1^\circ \text{م}$ في حمام مائي (12.4).

تترك القنينات في 37°م لمدة 15 دقيقة مع تحريكها بقوة من حين لآخر .

تجنب استعمال جهاز المجانسة الدوراني (2.4 أ) أو جهاز من النوع الحلقي (2.4ب) بسبب تشكل الرغوة .

- تحضير التخفيفات المولية وفق 2.6.

5.1.6 الكازينات

توزن 10 غ من العينة المراد تجربتها في كبسولة وتوضع في وعاء جهاز المجانسة الدوراني (2.4 أ) أو في جهاز المجانسة من النوع الحلقي (2.4ب) أو توزن 10 غ من العينة المراد اختبارها مباشرة في الوعاء. إضافة 90 ملل من مخفف هيدروجينو فوسفات ثنائي البوتاسيوم (2.3.3) و يكون العامل الهيدروجيني $0,1 \pm 7,5$ وفي درجة حرارة محيطية.

يخلط لحوالي دقيقتين . في حالة استعمال جهاز المجانسة الدوراني ، ينبغي العمل لمدة كافية للحصول على دوران إجمالي يبلغ من 15000 إلى 20000 دورة . حتى بالنسبة لجهاز المجانسة الدوراني الأقل سرعة يجب أن لا تتجاوز المدة 2,5 دقيقة.

المعقم (2.3) و ذلك باستعمال التخفيف 10-2 و التخفيفات الموالية من أجل الحصول على تخفيفات 10-3، 10-4 الخ، إلى غاية الحصول على العدد المناسب للأعضاء المجهرية للملييلتر الواحد (أنظر 2.6).

- في حالة اقتطاع 10 ملل بإضافة 90 ملل أو اقتطاع 11 ملل بإضافة 99 ملل، ففي هذه الحالة، يتم الخلط بطريقة يدوية كما هو مبين في 1.1.6.

3.6 مدة العمليات

يجب أن لا تتجاوز المدة بين نهاية تحضير التخفيف الأولي و خلط التخفيفات و الأوساط (المبينة وفق الطرق الخاصة) أكثر من 15 دقيقة .



قرار مؤرخ في 26 رجب عام 1425 الموافق 11 سبتمبر سنة 2004 يجعل منهج المراقبة الميكروبيولوجية للحليب المبستر إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 والمتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك وعرضه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل و المتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج للمراقبة الميكروبيولوجية للحليب المبستر إجباريا.

يجب أن لا تتجاوز درجة حرارة العينة المراد تجربتها، درجة حرارة الحمام المائي .

تحضر التخفيفات الموالية وفق 2.6.

8.1.6 الفلان، التحليات، الحليب المخمر و القشدة

توزن 10 غ من العينة المراد تجربتها في قنينة (4.4) تحتوي على كريات زجاجية (8.4) .

بالنسبة للفلان و التحليات و القشدة المرطبة، نضيف 90 ملل من المخفف (2.3) ثم يرج ليتوزع .

بالنسبة للحليب المخمر و القشدة الحامضة، يستعمل المخفف (2.3.3) ذو عامل هيدروجيني 7.5 ± 0.1 . يمكن استعمال جهاز المجانسة الدوراني من النوع الحلقي (2.4 ب) .

تحضر التخفيفات الموالية وفق 2.6.

2.6 التخفيفات العشرية التالية

- ليس من الضروري تحضير التخفيفات العشرية، في حالة البحث عن وجود أو غياب عضو مجهري في 0,1 ملل أو 0,1 غ من المنتج .

- يدخل بواسطة ماصة جديدة، 1 ملل من التخفيف الأولي (مثال، 1.1.6 أو 2.1.6) في أنبوب جديد يحتوي على 9 ملل من مخفف معقم (2.3) مع تفادي اتصال الماصة بالمخفف. تستعمل ماصة جديدة لكل تخفيف .

- في حالة استعمال أحجام كبيرة، يدخل 10 ملل من التخفيف الأولي في قنينة تحتوي على 90 ملل من مخفف معقم (2.3) أو 11 ملل من التخفيف الأولي لـ 99 ملل من مخفف معقم (2.3).

- عندما يشترط استعمال تخفيف 10-3، أثناء الممارسة العادية ففي هذه الحالة، يتعين إضافة 1 ملل من التخفيف الأولي لـ 99 ملل من مخفف معقم (2.3) .

- الخلط بعناية 10 مرات إما عن طريق الامتصاص الطردي بواسطة ماصة جديدة و إما عن طريق استعمال خلاط ميكانيكي (3.4) لمدة 5 إلى 10 ثوان للحصول على تخفيف 10-2.

- يتعين اختيار سرعة الدوران بطريقة تجعل السائل المدور يلامس حافة الوعاء بـ 2 سم إلى 3 سم .

وإذا اقتضى الأمر، إعادة هذه العمليات بالمخفف

3.2 تحضير التخفيفات العشرية

عند الاستعمال، يوزع المخفف بصفة نظيفة بمقدار 9 ملل في أنابيب معقمة لـ 20x200 مم. لتحضير التخفيفات، يستعمل المخفف ذو درجة حرارة محيطية.

يتم الحصول على التخفيف عند 1/10 ينقل بصفة نظيفة 1 ملل من الحليب إلى 9 ملل من المخفف (2.1) بواسطة ماصة معقمة تبلغ سعتها 1 ملل.

للحصول على التخفيف عند 1/100، ينقل 1 ملل من التخفيف عند 1/10 في أنبوب ثانٍ يحتوي على مخفف بواسطة ماصة جديدة معقمة تبلغ سعتها 1 ملل.

تحضر التخفيفات المولية بنفس الطريقة.

أثناء تحضير التخفيفات و قبل زرعها، تخلط بعناية لمدة 5 إلى 10 ثوان بواسطة رجاج ميكانيكي ذي حركة دورانية خارج المركز.

3 - إحصاء الأعضاء المجهرية الهوائية في 30°م الهلام للإحصاء**1.3 التركيب**

بيبتون بنكرياسي للكازيين (تريببتون)..... 5,0 غ

مستخلص الخميرة المجففة 2,5 غ

غلوكون منزوع الماء 1,0 غ

مسحوق الحليب منزوع الزبدة (خال من المواد المثبطة) 10 غ

أو حليب منزوع الزبدة (خال من المواد المثبطة)..... 10 ملل

أغار - أغار من 12 إلى 18 غ

ماء مقطر 1000 ملل

2.3 التحضير

تذوب المكونات أو الوسط الكامل الجاف في الماء حتى الغليان وإذا اقتضى الأمر، يعدل العامل الهيدروجيني حيث يكون بعد التعقيم $0,1 \pm 7$ في 25°م.

يوزع بمقدار 100 ملل في أنابيب ذات سعة مناسبة أو من 12 إلى 15 ملل في أنابيب لـ 18x180 مم أو 20x200 مم.

يعقم بواسطة جهاز التعقيم في 121°م ± 1 لمدة 20 دقيقة. يمكن حفظ الوسط ثلاثة أشهر على الأكثر في وسط مظلم في 0°م إلى 5°م.

المادة 2 : من أجل المراقبة الميكروبيولوجية للحليب المبستر، تلزم مخابر مراقبة الجودة و قمع الغش و تلك المعتمدة لهذا الغرض باستعمال المنهج المبين في الملحق.

كما 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 26 رجب عام 1425 الموافق 11 سبتمبر سنة 2004.

نور الدين بوكروح

الملحق**منهج المراقبة الميكروبيولوجية للحليب المبستر
1 - تحضير العينة للتجربة**

من الضروري جعل العينة متجانسة قبل كل تحليل، على سبيل المثال رج الرزم بعناية و بسرعة، 25 مرة أو تطبق التقنيات المناسبة التي تعطي نتائج مطابقة.

فتح الرزم بصفة نظيفة، بعد تنظيف الفتحة بالإيتانول.

إجراء التحليل البكتيريولوجي في مدة لا تتعدى ثلاث دقائق.

تحفظ العينة في 6°م إلى حين إجراء التحليل.

2 - التخفيفات العشرية

تحضر التخفيفات العشرية بالمخفف التالي.

1.2 التركيب

بيبتون البنكرياسي للكازيين (تريببتون)..... 1 غ

كلورور الصوديوم 8,5 غ

ماء مقطر 1000 ملل

2.2 التحضير

تذوب المكونات في الماء بالتسخين الخفيف، وإذا اقتضى الأمر يعدل العامل الهيدروجيني pH، بحيث يكون بعد التعقيم $0,1 \pm 7$ في 25°م.

مثال على ذلك، يوزع بمقدار 100 ملل في قارورات ذات سعة مناسبة.

تعقم بواسطة جهاز التعقيم في 121°م ± 1 لمدة 20 دقيقة.

3.3 طريقة العمل

ينقل مرتين 1 ملل من التخفيفات المتحصل عليها (3.2) في علب بيتري معقمة يبلغ قطرها 90 أو 100 مم. يصب من 12 إلى 15 ملل من الوسط مذوب مسبقا ومبرد في حمام مائي في $45 \pm 0,5^\circ \text{C}$ (يجب أن لا يتجاوز الحفظ في الحمام المائي 3 ساعات). يخلط الإينوكولوم في المركز بعناية.

يترك ليتجمد مع وضع العلب على سطح بارد وأفقي.

توضع علب بيتري مقلوبة في المجفف في $30 \pm 1^\circ \text{C}$ لمدة 72 ± 2 ساعة.

يجب أن لا تتجاوز المدة بين تحضير التخفيفات و إدخال الهلام في العلب 15 دقيقة.

4.3 التعبير عن النتائج

يحتفظ بعلب بيتري المحتوية على عدد المستعمرات التي تتراوح بين 10 و 300 و ذلك من أجل إحصائها. تستعمل، إذا اقتضى الأمر، عدسة ذات تكبير 1,5 على الأكثر.

5.3 طريقة الحساب

يحسب عدد الأعضاء المجهرية لملييلتر واحد من الحليب عن طريق الصيغة التالية :

$$\frac{\text{العدد الإجمالي للمستعمرات المحسوبة}}{\text{الحجم المزروع للعينة}} = \text{العدد / ملل} : \quad \text{أو} \quad \frac{\sum M}{(1 \text{ ع} + 0,1 \text{ ع} 2) \text{ ت}}$$

بمعنى :

م : العدد الإجمالي للمستعمرات المحسوبة .

1ع : عدد العلب المحسوبة في التخفيف الأول .

2ع : عدد العلب المحسوبة في التخفيف الثاني.

ت : عامل التخفيف الذي انطلقا منه تم الحصول على الحسابات الأولى.

مثال : التخفيف 2-10 و 278 و 290 مستعمرة

التخفيف 3-10 و 33 و 28 مستعمرة

العدد/ ملل :

$$28590 = \frac{629}{0,022} = \frac{28+33+290+278}{2^{-10} (2 \times 0,1 + 2)}$$

للتعبير عن عدد الأعضاء المجهرية، نكمل عدد صحيح إلى رقمين رمزيين.

إذا كان العدد المراد تكملته إلى عدد صحيح هو 5، يكتمل إلى عدد صحيح بطريقة تكون القيمة الموجودة في الجهة اليسرى زوجية.

في المثال المذكور، أعلاه، تقرب النتيجة إلى 29000 أو $2,9 \times 10^4$ إذا كانت العلب تحتوي على أقل من 10 مستعمرات، يعطى عدد الأعضاء المجهرية للملييلتر الواحد على شكل أقل من 10 ت حيث "ت" هو عكس عامل التخفيف الأكثر ضعفا.

إذا كانت العلب تحتوي على أكثر من 300 مستعمرة، نقوم بالتقدير انطلاقا من العلب التي تحتوي على عدد المستعمرات القريب من 300 مستعمرة. تعطى النتيجة بذكر (العدد المقدر للأعضاء المجهرية للملييلتر الواحد).

يمكن التعبير عن النتيجة بعدد يتراوح بين 1 و 9,9 مضروب في 10 س حيث "س" هو القوة المناسبة لـ 10.

إذا أظهرت التجربة، بأن النتيجة المرتفعة لاختبارين مستقلين أجريا على نفس العينة، تتجاوز في أغلب الأحيان النتيجة الأدنى بنسبة 30%، فإنه يتعين على المحلل توضيح طريقة عمله لتحديد مصدر الأخطاء.

4 - إحصاء الكوليفورم في 30°C والكوليفورم البرازي

استعمال الهلام الذي يحتوي على لاكتوز وديزوكسيكولات الصوديوم بنسبة 0,5%.

1.4 التركيب

بيبتون.....10 غ
لاكتوز.....10 غ
ديزوكسيكولات الصوديوم.....0,5 غ
كلورور الصوديوم.....5 غ
سترات الصوديوم.....2 غ
أغار - أغار من 12 إلى 15 غ
أحمر عادي.....0,03 غ
ماء مقطر.....1000 ملل

2.4 التحضير

يتم التحضير فوراً. تحضر الكمية المناسبة مع عدم تعقيم في جهاز التعقيم.

تذوب المكونات أو الوسط الكامل الجاف في الماء و يترك يغلي.

يبرد الوسط بإبقائه في حمام مائي في $45 \pm 0,5^\circ\text{C}$.

اجتناب الإفراط في تسخين الوسط : إن التسخين المطول أو المكرر، يقلل من إنتقائيته ويضر بخاصية الاختبار.

3.4 طريقة العمل

ينقل على مرتين 1 ملل من الحليب و 1 ملل من التخفيف عند $1/10$ (3.2) في علب بيتري معقمة يتراوح قطرها بين 90 أو 100 مم.

يصب 12 ملل من الهلام يحتوي على ديزو كسيكولات ثم يخلط الإينوكولوم مع الوسط . يترك ليتجمد بوضع العلب فوق سطح بارد وأفقي. عندما يتجمد الوسط، يصب حوالي 4 ملل من الوسط غير المزروع. يترك ليتجمد من جديد.

1.3.4 الكوليفورم في 30°C

توضع علب بيتري مقلوبة في مجفف في $30^\circ\text{C} \pm 1$ لمدة 24 ± 2 ساعة.

2.3.4 الكوليفورم البرازي

توضع علب بيتري مقلوبة في مجفف في $44^\circ\text{C} \pm 1$ لمدة 24 ± 2 ساعة.

4.4 التعبير عن النتائج**1.4.4 انتقاء العلب**

من أجل الحساب، يحتفظ بعلب بيتري التي تحتوي على أقل من 150 مستعمرة مميزة حمراء، داكنة يبلغ قطرها أقل من 0,5 مم.

2.4.4 طريقة الحساب

تعطى نتيجة الكوليفورم للمليتر الواحد من الحليب، بعد إجراء المعدل الجبري للمستعمرات المحسوبة على علب مزروعة لنفس حجم العينة.

كما يمكن الحصول على النتيجة انطلاقاً من المعدل الجبري بين القيم المتحصل عليها عن طريق اختبار 1 ملل من الحليب و التخفيف العشري إلا في حالة ما إذا كانت نسبة القيمة الضعيفة أكبر من 2، فهنا، تؤخذ كنتيجة القيمة الأكثر ضعفاً.

إذا كانت القيم متحصلاً عليها انطلاقاً من التخفيف العشري تضرب في عكس عامل التخفيف. يمكن التعبير عن النتيجة بعدد يتراوح بين 1 و 9,9 مضروب في 10^5 حيث "س" هي القوة المناسبة لـ 10^5 .

5 - إحصاء ستافيلوكوكس

استعمال هلام بيرد باركر.

1.5 التركيب

بيبتون البنكرياسي للكازين (تربتوتون).....10 غ
مستخلص الخميرة.....1 غ
مستخلص اللحم.....5 غ
الغليسين.....12 غ
كلورور الليتيوم.....5 غ
أغار-أغار.....من 12 إلى 20 غ
ماء.....1000 ملل

تذوب المكونات في الماء ثم تسخن حتى الغليان، و إذا اقتضى الأمر، يعدل العامل الهيدروجيني pH حيث يكون بعد التعقيم $7,2 \pm 0,1$ في 25°C .

يوزع الوسط بمقدار 90 ملل في قارورات ذات سعة مناسبة.

يعقم بواسطة جهاز التعقيم في $121^\circ\text{C} \pm 1$ لمدة 15 دقيقة. يمكن حفظ الوسط لمدة شهر بين $0^\circ\text{C} + 5^\circ\text{C}$.

2.5 الوسط الكامل و تحضير العلب

عند الاستعمال و بعد ذوبان الوسط الأساسي (1,5)، يبرد الوسط في حمام مائي في 50°C مع إضافة لـ 90 ملل :

- محلول مائي لتلوريت البوتاسيوم بنسبة 1 % : 1 ملل .

- محلول مائي لبيروفات الصوديوم بنسبة 20 % : 5 ملل.

- مستحلب صفار البيض، ذو تركيز يقدر بحوالي 20 % : 5 ملل.

الخلط بعناية عند كل إضافة ثم يصب الوسط بمقدار 28 ± 1 ملل في علب بيتري يبلغ قطرها 140 مم أو يصب 15 ملل أو 20 ملل في علب يبلغ قطرها 90 مم أو 100 مم على التوالي.

يترك ليتجمد، ثم تجفف (incuber) العلب مقلوبة وبغطاء مفتوح في المجفف من 45°C و 53°C لمدة 30 دقيقة .

و يحتفظ من أجل الحساب، بالعلب المحتوية على أقل من 250 مستعمرة مميزة أو غير المميزة لكل علبة 140 مم وبالعلب المحتوية على 150 مستعمرة مميزة و/ أو غير مميزة لكل علبة 90 مم أو 100 مم .

من أجل اختبار الكواقولاس، تقتطع خمس مستعمرات مميزة و/ أو غير مميزة كحد أقصى، يؤخذ بعين الاعتبار العدد الخاص لكل منها.

بنفس الطريقة، تقتطع عشر مستعمرات كحد أقصى بالنسبة لحجم موزع على ثلاث أقسام أو مضاعف العدد .

3.3.5 اختبار الكواقولاس

تزرع المستعمرة في مرق القلب و تجفف في المجفف في 37°م لمدة 20 إلى 24 ساعة .

من أجل اختبار الكواقولاس، يستعمل بلازما الأرنب المحتوية على EDTA (حمض الأتيلين ثنائي أمين تيترا أستيك) في حالة عدم وجود هذه الأخيرة، يضاف محلول EDTA بشكل تكون نسبة التركيز النهائي في بلازما أعيد تمييها 0,1 %.

يعتبر الاختبار إيجابيا، عندما يغطي الكواقولوم أكثر من ثلاث أرباع الحجم الأولي .

4.5 التعبير عن النتائج

إذا كانت على الأقل 80 % من المستعمرات المختبرة ذات كواقولاس إيجابي، فتعتبر كل المستعمرات المحسوبة موافقة لاستافيلوكوكوس اوريوس أو يعبر عن النتيجة الإجمالية بأخذ بعين الاعتبار النسب (مستعمرات مميزة و مستعمرات غير المميزة). يمكن التعبير عن النتيجة بعدد يتراوح بين 9,9 مضروب في 10 س حيث "س" هو القوة المناسبة لـ 10.

6 - البحث عن السالمونيلا

1.6 استعمال الأوساط الكاملة المنزوع منها الماء و الموافقة للبيانات المذكورة أدناه.

2.6 طريقة العمل

1.2.6 الاغتناء الأولي

لتسهيل طريقة العمل، تقتطع بصفة نظيفة 250 ملل من الحليب لكل وحدة من الوحدات الخمس وتجمع في وعاء معقم تقدر سعته من 5,1 إلى 2 لتر .

يترك في درجة حرارة محيطية لمدة ساعة واحدة، يعدل العامل الهيدروجيني إذا اقتضى الأمر، إلى حوالي 6,8. ندخل بصفة نظيفة 2,25 ملل من محلول مائي إلى 1% من الأخضر اللامع. يخلط بعناية.

إجراء الزرع خلال 30 دقيقة الموالية لنهاية التجفيف (incubation)

يمكن استعمال العلب المحتوية على هلام بيرد باركر غير الجاف خلال 24 ساعة في 0°م و + 5°م .

في حالة الشك عن وجود البروتوس، ننصح بإضافة محلول سولفاميزاتين.

سولفاميزاتين.....0,2 غ

محلول هيدروكسيد الصوديوم 0,1 مول/ل

.....10 ملل

ماء (الكمية الكافية لـ).....100 ملل

يذوب سولفاميزاتين في محلول هيدروكسيد الصوديوم، يكمل إلى 100 ملل بإضافة الماء .

يعقم المحلول عن طريق الترشيح على غشاء .

عند الاستعمال، وبعد ذوبان الهلام، يضاف 27,5 ملل من هذا المحلول إلى 100 ملل من الوسط الأساسي.

3.5 طريقة العمل

1.3.5 الزرع

يتم زرع 1 ملل من الحليب حسب شكل علب بيتري بالطريقة التالية :

علب ذات 140 مم : ينشر على سطح الوسط الحجم الإجمالي بواسطة ناشر زجاجي معقم.

علب ذات 90 مم أو 100 مم : توزيع 1 ملل على سطح الوسط لثلاث علب بيتري على شكل ثلاثة أقسام متساوية تقريبا ثم تنشر بواسطة نفس الناشر للعلب الثلاثة.

بعد 15 دقيقة، توضع علب بيتري مقلوبة في المجفف في 37 ± 1°م لمدة 24 إلى 48 ساعة.

2.3.5 انتقاء العلب و اختيار المستعمرات

بعد التجفيف (incubation) لمدة 24 و 48 ساعة، نوشر في قعر العلب على المستعمرات المميزة و/أو غير المميزة.

المستعمرات المميزة: مستعمرات سوداء، لامعة، محدبة محاطة بمنطقة شبه شفافة. يمكن أن يظهر في هذه المنطقة الشفافة بعد 24 ساعة، حلقة متألئة متصلة مباشرة مع المستعمرات.

المستعمرات غير المميزة: مستعمرات سوداء لامعة، محدبة أو رمادية سوداء لديها في بعض الأحيان مظهر جامد و نسيجها جاف لا تحتوي على منطقة شفافة (ماعدا بعض المستعمرات الرمادية السوداء).

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالموصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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 ، المعدل و المتمم والمذكور أعلاه ، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج لإحصاء الكوليفورم في القشدة المثجلة و المثلجات بالحليب إجباريا .

المادة 2 : من أجل إحصاء الكوليفورم في القشدة المثجلة و المثلجات بالحليب ، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش وتلك المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق.

كما 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 26 رجب عام 1425 الموافق 11 سبتمبر سنة 2004.

نور الدين بوكروح

الملحق

منهج لإحصاء الكوليفورم في القشدة المثجلة والمثلجات بالحليب.

1 - التعريف

تطلق تسمية "الكوليفورم" على البكتيريات ذات الشكل العصوي وغرام سلبي وهوائية ولا هوائية اختياريا، غير مبوغة والتي تخمر اللاكتوز مع تشكل الغاز و الحمض.

2 - مبدأ الطريقة

2..1- الطريقة المرجعية

تستعمل ثلاث سلاسل من التخفيفات الموازية المتحصل عليها انطلاقا من عينة من المنتج، في زرع الوسط السائل المختار " الأخضر اللامع، اللاكتوز و الحويصل الصفراوي للبقرة" داخل أنابيب اختبار محتوية على أنبوبات دورهام Durham. تجفف الأنابيب لمدة 2 ± 48 ساعة في $30 \pm 1^\circ \text{C}$.

تخضع الأنابيب الإيجابية (تشكل الغاز في أنابيب دورهام) لاختبار الإثبات و ذلك بإعادة زرع

يجفف بالمجفف في 37°C لمدة 20 ± 2 ساعة.

2.2.6 الاغتناء النهائي

إدخال 10 ملل من الحليب المغذي مسبقا في 100 ملل من مرق مولير- كوفمان يحتوي على تيترايونات والأخضر اللامع، يجفف في حمام مائي في $43^\circ \text{C} \pm 1$ لمدة 48 ساعة و في 100 ملل من مرق سيلينات - سيستين، يجفف في المجفف في $37^\circ \text{C} \pm 1$ لمدة 48 ساعة.

3.2.6 العزل

بعد التجفيف (incubation)، يجرى العزل انطلاقا من كل مرق. إجراء العزل على سطح وسطين مختارين صلبين يصبان من الأفضل في علب بيتري ذات 140مم. استعمال الهلام المحتوي على الأخضر اللامع وأحمر الفينول والهلام المحتوي على سولفات بيسميث .

بسبب احتمال وجود سالمونيلا غير النموذجي ولاكتوز الموجب، نستطيع استبدال الهلام المحتوي على الأخضر اللامع وأحمر الفينول بوسط آخر مختار مثال على ذلك، هلام XLD، هلام هيكتوان.

إعادة العلب إلى المجفف في 37°C لمدة 18 إلى 20 ساعة . إذا كانت مدة التجفيف غير كافية لنمو المستعمرات، نواصل التجفيف (incubation).

إخضاع عدد كاف من المستعمرات المميزة أو المشكوك فيها لاختبارات بيوكيميائية الكلاسيكية.



قرار مؤرخ في 26 رجب عام 1425 الموافق 11 سبتمبر سنة 2004، يجعل منهج إحصاء الكوليفورم في القشدة المثجلة و المثلجات بالحليب إجباريا.

إن وزير التجارة ،

- بمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 والمتعلق بـموصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك وعرضه،

2.3 - تحضير العينات

1.2.3 - قبل زرع الوسط، تسيل العينات بالطريقة الآتية :

- بالنسبة للعينات المقتطعة وفق : 1.1.3 ينزع الرزم و توضع العينات في وعاء زجاجي معقم و مغلق.

- بالنسبة للعينات المقتطعة وفق 2.1.3، تترك في القارورات.

تسيل هاتان العينتان في أوعية أو قارورات بوضعها في حمام مائي أو مجفف في $45^{\circ}\text{C} \pm 1$ المدة الكافية لذوبانها.

2.2.3 تخلط العينات المسيلة بعناية ثم تقتطع بصفة نظيفة 10 غ (أو الوزن الأقرب بدقة) في قارورات أسطوانية و مخروطية الشكل محتوية على كريات زجاجية. يمكن استعمال ملعقة أو ماصة و هذا حسب صلابة المنتج.

3.2.3 يضاف لـ 10 غ (أو الوزن الأقرب إلى 10 غ) الموجود في القارورة المحتوية على الكريات الزجاجية، 90 ملل (أو 9 مرات الوزن الأقرب بدقة إلى 10 غ) من محلول رينجر المخفف عند الربع و المسخن مسبقا في 45°C . بعد سد القارورة، ترج 20 مرة عن طريق حركات اهتزازية تقدر بحوالي 30 سم.

4 - التجهيزات و الأدوات الزجاجية

التجهيزات العادية للمخبر.

5 - وسط الزرع

1.5 يتركب وسط الأخضر اللامع، اللاكتوز بالحويصل الصفراوي للبقرة من مائتي:

بيبتون.....10 غ

لاكتوز.....10 غ

الحويصل الصفراوي للبقرة منزوع الماء20 غ

الأخضر اللامع.....0,0133 غ

ماء مقطر (في جهاز زجاجي)1000 ملل

2.5 لتحضير 1000 ملل من الوسط، يذوب بيبتون و اللاكتوز في حوالي 500 ملل من الماء المقطر.

يذوب 20 غ من الحويصل الصفراوي للبقرة المنزوع الماء في 200 ملل من الماء المقطر. يجب أن يتراوح العامل الهيدروجيني لهذا المحلول بين 7,0 و 7,5. يخلط المحلولان، يعدل العامل الهيدروجيني

أوز (ose) في أنبوب جديد لنفس الوسط. انطلاقا من الأنابيب التي أعطت نتيجة إيجابية بعد اختبار الإثبات، يتم تحديد العدد الأكثر احتمالا لبكتيريات الكوليفورم لغرام من المنتج وذلك بالاستناد على جدول العدد الأكثر احتمالا (ع أ إ) لثلاث سلاسل موازية.

2..2 الطريقة الروتينية

يزرع الوسط الصلب "الأحمر البنفسجي- الحويصل الصفراوي - أغار " المصب في علب بيتري مع سلسلة من التخفيفات من عينة من المنتج.

بعد تجفيف (incubation) العلب لمدة 22 ± 2 ساعة في $30^{\circ}\text{C} \pm 1$ ، تحسب عدد المستعمرات الحمراء المميزة.

يعبر هذا العدد عن عدد بكتيريات الكوليفورم لغرام من المنتج وذلك بعد ضربه في عامل التخفيف.

(يمكن استعمال طريقة الأخضر اللامع المبين في الفقرة 1.2، كطريقة روتينية، و ذلك بعد تغييرها، و في هذه الحالة، نهمل زرع السلاسل الموازية اللازمة لاستعمال جدول ع أ إ و كذا اختبار الإثبات للأنابيب الإيجابية).

3- المعايير

1.3- معايرة المخبر

1.1.3 بالنسبة للقشدة المثلجة و المثلجات بالحليب الموجودة في رزم صغيرة، تقتطع وحدات كاملة مشحونة في رزمها الأصلية.

2.1.3 بالنسبة للقشدة المثلجة و المثلجات بالحليب غير المعبأة (الموجهة للبيع في قاعات الشاي و المطاعم، أو من طرف الموزعات الآلية للخدمة الذاتية... الخ)، تقتطع بصفة نظيفة من 30 إلى 50 غ من المنتج الإجمالي في أماكن مختلفة بقدر الإمكان. تحفظ هذه العينات في 5°C في قارورات ذات عنق عريض مجهزة بأغطية لولبية.

3.1.3 يجب أن تحفظ العينات (1.1.3 و 2.1.3) مجمدة قبل التحليل. و يتم نقل العينات إلى المخبر لغرض التحليل في أوعية مبردة. من الأفضل إجراء التحليل فوراً، في حالة العكس، تحفظ العينات في مكان مبرد في -15°C كحد أقصى.

6 - المخفف

محلول رينجر المخفف عند الربع . يتركب المحلول المركز مما يأتي :

كلورور الصوديوم (NaCl) 9,00 غ

كلورور البوتاسيوم (KCl) 0,42 غ

كلورور الكالسيوم المجفف (CaCl₂) 0,24 غ

بكربونات الصوديوم (NaHCO₃) 0,20 غ

ماء مقطر (في جهاز زجاجي) 1000 ملل

للاستعمال، تضاف كمية من المحلول السابق إلى ثلاث كميات من الماء المقطر. يعقم المحلول المخفف عن طريق التسخين في 120°م لمدة 15 دقيقة.

يمكن أيضا استعمال محلول بيتون عند 0,1% عوض من محلول رينجر المخفف عند الربع.

كما نستطيع استعمال أقراص جاهزة للاستعمال تمثل جرعة محضرة.

يجب أن تكون الكواشف من النوعية التحليلية.

7 - طريقة العمل**1.7 تحضير التخفيفات****1.1.7 للزرع المباشر للوسط المغذي**

- بالنسبة للطريقة المنهجية (1.2)، ندخل 1 ملل من العينة في ثلاث أنابيب تحتوي على 10 ملل من الأخضر اللامع - اللاكتوز و الحويصل الصفراوي للبقرة منزوع الماء و أنبوب دورهام ثم تخلط العينة بعناية مع الوسط المغذي مع تجنب تشكل فقاعات هوائية في أنابيب دورهام.

- بالنسبة للطريقة الروتينية: (2.2) نعمل بنفس الطريقة المذكورة أعلاه ولكن بإضافة 1 ملل من العينة في أنبوب واحد (عوض ثلاث أنابيب). في حالة استعمال وسط "الأحمر البنفسجي - الحويصل الصفراوي - أغار"، ندخل مباشرة 1 ملل من العينة في علبه بيتري.

2.1.7 بالنسبة للتخفيفات الأخرى، نعمل كما يأتي:

- يلقيح 1 ملل من الخليط (3.2.3) مباشرة في الوسط المغذي أو في علب بيتري. وبذلك نتحصل على تخفيف 10⁻¹.

المقاس بواسطة قطب زجاجي إلى 7,4، يضاف 13,3 ملل من محلول مائي إلى 0,1% من الأخضر اللامع. يكمل الحجم إلى 1000 ملل بإضافة ماء مقطر.

3.5 يفرغ 10 ملل من الوسط (2.5) في أنابيب اختبار تكون مجهزة بأنابيب دورهام . بعد الملاء، تعقم الأنابيب في جهاز التعقيم المعدل في 121°م لمدة 15 دقيقة . يجب أن يكون العامل الهيدروجيني بعد التعقيم 7,2 ± 0,1.

لزرع 10 غ ، يتعين رفع مركبات الوسط بنسبة 100% وأن تستوعب أنابيب الاختبار المجهزة بأنابيب دورهام 10 ملل من الوسط.

4.5 يتركب الوسط الأحمر البنفسجي - الحويصل الصفراوي - « أغار » من ما يأتي:

مستخلص الخميرة 3 غ

بيتون 7 غ

أملاح الحويصل الصفراوي 1,5 غ

لاكتوز 10 غ

كلورور الصوديوم 5 غ

حمر عادي (neutre) 0,03 غ

البلور البنفسجي 0,002 غ

الهلام من 10 إلى 15 غ

(حسب خصائص التجميد للهلام المستعمل)

5.5 تذوب المكونات في الماء المقطر، تترك لترتاح لبضع دقائق ثم تخلط جيدا و يعدل العامل الهيدروجيني إلى 7,4 بقياسه بواسطة قطب زجاجي. تسخن حتى الغليان مع الرج من حين لآخر، ثم نتركه يغلي لمدة دقيقتين. يبرد الوسط في 45°م و يصب في 10 ملل في كل علبه بيتري.

6.5 يجب تحضير الوسط قبل الاستعمال بقليل وأن لا يعقم في جهاز التعقيم مما قد يؤدي إلى التقليل من انتقائيته. يجب استعمال الوسط إذا أمكن الأمر، خلال الثلاث ساعات الموالية للتحضير.

7.5 يجب استعمال لهذه الأوساط (1.5 و 4.5) تحضيراً عديم الماء جاهز للاستعمال ، في هذه الحالات، يجب إتباع المواصفات التقنية بدقة كما ينبغي دائما تحضير شاهد.

2.3.7 تجفف علب بيتري المحضرة كما هو مبين في الفقرة 2.2.7 أعلاه، لمدة 22 ± 2 ساعة في $30^\circ \text{م} \pm 1$.

يجب احترام مدة التجفيف بدقة.

4.7 إحصاء بكتيريات الكوليفورم

1.4.7 بالنسبة للطريقة المرجعية (1.2)

يعتبر الاختبار إيجابيا، عندما يكون هناك تشكّل واضح للغاز في أنابيب دورهام. يعتبر عدد الأنابيب الإيجابية التي استجابت لاختبار الإثبات (1.2) مهما لقراءة العدد الأكثر احتمالا (ع أ إ) لبكتيريات الكوليفورم وفق الجدول المبين أدناه، في نهاية المنهج، لثلاث سلاسل موازية.

يحدد العدد الأكثر احتمالا، عدد بكتيريات الكوليفورم في حجم القشدة المثجلة أو المثجلات بالحليب، كقاعدة عامة، يتم إعداد المؤشر انطلاقا من 1 غ، أو 0,1 غ أو 0,01 غ و التي تم معها زرع بالموازاة الأنابيب الثلاث الأولى.

يعبر عن عدد بكتيريات الكوليفورم بعدد الأكثر احتمالا (ع أ إ) لغرام من القشدة المثجلة و المثجلات بالحليب.

إذا كانت جميع الأنابيب إيجابية، ينبغي إعادة التحليل باستعمال تخفيفات أكثر ارتفاعا (مثال 0,1 غ، أو 0,01 غ أو 0,001 غ أو أكثر). في حالة إيجاد عدد مؤشر غير وارد في الجدول، يمكن استنتاج بأن خطأ تم ارتكابه أثناء التحليل.

2.4.7 بالنسبة للطريقة الروتينية (2.2)

1.2.4.7 بعد مدة التجفيف المحددة أعلاه، يتم حساب المستعمرات الحمراء المميزة لبكتيريات الكوليفورم بالعين المجردة.

2.2.4.7 في حالة استعمال الطريقة المبسطة (الفقرة 2.2) التي تستدعي استعمال الأخضر اللامع-اللاكتوز و الحويصل الصفراوي للبقرة، فهنا ينبغي تحديد إلى أي تخفيف نستطيع اكتشاف تشكّل للغاز في أنابيب دورهام. إن التشكّل الإيجابي للغاز، يبين في أي كمية من العينة توجد بكتيريات الكوليفورم. إذن، تسمح النتائج باكتشاف بكتيريات الكوليفورم في 1 غ، أو 0,1 غ، أو 0,01 غ... إلخ.

- يضاف 10 ملل من الخليط (3.2.3) إلى 90 ملل من محلول رينجر المخفف عند الربع ثم يلقح 1 ملل من هذا الخليط في الأوساط المغذية أو علب بيتري. وبذلك نتحصل على تخفيف 10^{-3} بالنسبة للتخفيفات الأخرى، تتبع نفس الطريقة.

2.7 زرع الوسط

1.2.7 زرع الأنابيب بـ "الأخضر اللامع اللاكتوز والحويصل الصفراوي للبقرة":

- تزرع الأنابيب بالكمية المطلوبة للعينة والتخفيفات المناسبة بواسطة ماصة معقمة. تخلط بعناية مع تجنب تسرب الفقاعات الهوائية في أنابيب دور هام.

- زرع بالموازاة في ثلاثة أنابيب كمية من كل عينة وكمية من كل تخفيف و نعمل على ثلاث تخفيفات على الأقل، مثال 1 غ، 0,1 غ و 0,01 غ.

و على العموم، ينبغي تحضير عدد كاف من التخفيفات، حتى تبقى الأنابيب الثلاث الموازية للتخفيف الأكثر ارتفاعا، سلبية.

لا تكون النتائج المتحصل عليها صحيحة، إلا باستعمال هذه الطريقة.

2.2.7 زرع علب بيتري

- يدخل في العلب 1 ملل من العينة و 1 ملل من التخفيفات المطلوبة.

- تفرغ في كل 10 ملل من الوسط "الأحمر البنفسجي - الحويصل الصفراوي- أغار" المذوب، الموجه إلى درجة حرارة 45°م .

- مباشرة بعد تفريغ الوسط، يخلط مع الملقح عن طريق خمس حركات ذهابا وإيابا متبوعة بخمس حركات دائرية في اتجاه عقارب الساعة ثم بخمس حركات ذهابا وإيابا تكون عمودية في المرحلة الأولى و في الأخير خمس حركات دائرية في الاتجاه المعاكس لعقارب الساعة. بعد التجمد، يغطى سطح العلبة بـ 4 ملل من الوسط السائل و يترك يتجمد.

3.7 تجفيف الأنابيب و علب بيتري

1.3.7 تجفف الأنابيب (الفقرة 2.7) لمدة 48 ساعة $30^\circ \text{م} \pm 1$.

9 - التكرار

1.9 الطريقة المرجعية (1.2)

ينبغي أن لا يتعدى الفرق بين نتائج التحديد المنجزة مرتين (نتائج المتحصل عليها في وقت واحد أو بصفة سريعة، الواحدة تلوى الأخرى من طرف نفس المحلل)، 30 % من النتيجة الصغرى.

2.9 الطريقة الروتينية (2.3)

يكفي تحديد واحد فقط.

8 - التعبير عن النتائج

1.8 الطريقة المرجعية (1.2)

العدد الأكثر احتمالا لواحد غرام وفق الجدول المبين أدناه .

2.8 الطريقة الروتينية (2.2).

1.2.8 عدد المستعمرات لغرام واحد = عدد المستعمرات المبينة في (1.2.4.7) يضرب في عكس التخفيف.

2.2.8 في حالة استعمال الطريقة المبسطة (2.2)، ينبغي تحديد عدد الكوليفورم الإيجابية في 1 غ، و 0,1 غ و 0,01 غ... الخ.

الجدول : العدد الأكثر احتمالا (ع أ) لثلاث سلاسل موازية

ع أ ! (ل 1 غ)	المؤشر الأنابيب الإيجابية لـ			ع أ ! (ل 1 غ)	المؤشر الأنابيب الإيجابية لـ		
	0,01 غ	0,1 غ	1 غ		0,01 غ	0,1 غ	1 غ
4,0	3	2	2	0	0	0	0
3,0	0	3	2	0,3	1	0	0
3,5	1	3	2	0,3	0	1	0
4,0	2	3	2	0,6	1	1	0
2,5	0	0	3	0,6	0	2	0
4,0	1	0	3	0,4	0	0	1
6,5	2	0	3	0,7	1	0	1
4,5	0	1	3	1,1	3	0	1
7,5	1	1	3	0,7	0	1	1
11,5	2	1	3	1,1	1	1	1
16,0	3	1	3	1,1	0	2	1
9,5	0	2	3	1,5	1	2	1
15,0	1	2	3	1,6	0	3	1
20,0	2	2	3	0,9	0	0	2
30,0	3	2	3	1,4	1	0	2
25,0	0	3	3	2,0	2	0	2
45,0	1	3	3	1,5	0	1	2
110,0	2	3	3	2,0	1	1	2
				3,0	2	1	2
				2,0	0	2	2
				3,0	1	2	2
				3,5	2	2	2

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 13 ذي الحجة عام 1425 الموافق 23 يناير سنة 2005، يجعل منهج البحث عن السالمونيلا في الحليب ومنتجات الحليب إجباريا.

إن وزير التجارة ،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 138-04 المؤرخ في 6 ربيع الأول عام 1425 الموافق 26 أبريل سنة 2004 و المتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 و المتعلق بمراقبة الجودة و قمع الغش، المعدل و المتمم،

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

- و بمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 و المتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك و عرضه،

- و بمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 و المتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل و المتمم،

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، المعدل و المتمم و المذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج البحث عن السالمونيلا في الحليب ومنتجات الحليب إجباريا.

المادة 2 : من أجل البحث عن السالمونيلا في الحليب ومنتجات الحليب، فإن مخابر مراقبة الجودة و قمع الغش و المخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال منهج التحليل الميكروبيولوجي المبين في الملحق. كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر، في 13 ذي الحجة عام 1425 الموافق 23 يناير سنة 2005.

نور الدين بوكروح

الملحق

منهج البحث عن السالمونيلا في الحليب و منتجات الحليب

1- تعاريف

ضمن إطار هذه الطريقة تطبق التعاريف التالية:

1.1 السالمونيلا :

عضو مجهري دقيق، يشكل مستعمرات نموذجية فوق أوساط انتقائية، صلبة لها مميزات بيوكيميائية و مصلية مبينة عند إجراء التجارب وفق هذه الطريقة.

2.1 البحث عن السالمونيلا :

يتم الكشف عن وجود أو غياب هذه الأعضاء المجهرية الدقيقة في كتلة أو حجم محدد في المنتج، عند إجراء التجربة وفق هذه الطريقة.

2 - المبدأ :

على العموم ، البحث عن السالمونيلا يتطلب أربعة مراحل متتالية كما هو مبين في 1.2 إلى 4.2 (لاحظ كذلك كيفية العمل المبينة في الملحق)

1.2 الاغتناء المسبق في وسط سائل :

تزرع العينة المأخوذة للتجربة داخل الوسط، ثم تحضن في 37°م لمدة 16 إلى 20 ساعة.

2.2 الاغتناء في أوساط سائلة انتقائية :

- يزرع وسط لرباعي التيونات و وسط سيلينيت السيستين مع الزرع المتحصل عليه في (1.2).

- يحضن الوسط لرباعي التيونات في 43°م و يحضن وسط السيلينيت السيستين في 37°م على مرحلتين من 18 إلى 24 ساعة.

3.2 العزل والتعريف :

انطلاقا من الزرع المتحصل عليه (2.2)، يزرع الوسطين الانتقائيين الصلبين من هلام الأحمر الفينول و الأخضر اللامع و هلام السلفيت البسميث.

يحضنان في 37°م ثم يختبران بعد 20 إلى 24 ساعة وإن اقتضى الأمر، يختبران بعد 40 إلى 48 ساعة، من أجل مراقبة وجود مستعمرات، المفترض أنها السالمونيلا بسبب خصائصها.

4.2 الإثبات :

يعاد زرع المستعمرات ، المفترض أنها السالمونيلا (3.2) و التأكد بواسطة اختبارات بيوكيميائية و مصلية مناسبة.

3- أوساط الزرع، الكواشف و الأمصال :

1.3 المكونات الأساسية :

لتحسين نسخ النتائج، ينصح باستعمال، من أجل تحضير أوساط الزرع، مكونات منزوعة الماء في الأصل أو أوساط كاملة منزوعة الماء.

المواد الكيميائية المستعملة لتحضير أوساط الزرع و الكواشف يجب أن تكون ذات نوعية تحليلية معترف بها.

الماء المستعمل يجب أن يكون ماء مقطرا أو خال من الأملاح المعدنية، و خال من المواد التي بإمكانها أن تعيق نمو الأعضاء المجهرية الدقيقة في الظروف التجريبية.

عندما يحدد الهلام، المقدار المستعمل يجب أن يتغير وفق المعلومات المذكورة لإعطاء أوساط ذات ثبات مناسب.

يجب أن تجرى قياسات العامل الهيدروجيني بواسطة جهاز خاص به يدعى جهاز العامل الهيدروجيني (pH متر). هذه القياسات ترجع إلى درجة 25°م. التعديلات الملائمة تنجز بإضافة، إما محلول حامض الكلور يدريك لـ 1مول /لتر، و إما محلول هيدروكسيد الصوديوم لـ 1مول / لتر.

لا تستعمل أوساط الزرع و الكواشف فورا بل يجب أن تحفظ في الظلام، في درجة حرارة 4 ± 1°م لمدة شهر على الأكثر، في ظروف تمنع كل تغيير في تركيبها إلا في حالة وجود تعليمات مخالفة.

2.3 أوساط الزرع

1.2.3 وسط ذو اغتناء مسبق

ماء بيبنتوني مثبت .

التركيب:

بيبنتون 10,0 غ
كلورور الصوديوم 5,0 غ
هيدروجينو- أورتو- فوسفات، ثنائي الصوديوم
ثنائي عشاري ممي (Na₂HPO₄, 12H₂O) 9,0 غ
ثنائي هيدروجينو- أورتو- فوسفات
البوتاسيوم (KH₂PO₄) 1,5 غ
الماء 1000 ملل

التحضير:

- تذوب المكونات في الماء حتى الغليان.

- يعدل العامل الهيدروجيني (PH) بحيث بعد التعقيم يكون 0,1 ± 7,0.

- يوزع الوسط بمقادير 225 ملل، داخل قارورات سعتها 500 ملل (أو مضاعفات 225 ملل داخل قارورات سعتها مناسبة).

- يعقم الوسط لمدة 15 دقيقة في 121 ± 1°م

2.2.3 وسط للاغتناء انتقائي: مرق لرباعي التيونات (مولير- كوفمان)

الأخضر اللامع 0,5 غ
الماء 100 ملل

1.2.2.3 الوسط الأساسي

التركيب :

مستخلص اللحم 5,0 غ
بيبنتون 10,0 غ
كلورور الصوديوم 3,0 غ
كربونات الكالسيوم 45,0 غ
الماء 1000 ملل

التحضير:

- تضاف المكونات الأساسية منزوعة الماء أو الوسط الأساسي الكامل و المنزوع الماء إلى الماء، ليصل إلى الغليان حتى الذوبان الكامل للمكونات المنحلة.

- يعدل العامل الهيدروجيني (PH) بحيث بعد التعقيم يكون 0,1 ± 7,0.

- يعقم الوسط الأساسي لمدة 15 دقيقة في 121 ± 1°م

2.2.2.3 محلول تيوستات الصوديوم

التركيب :

تيوستات الصوديوم خماسي الإماهة
(Na₂S₂O₃ 5H₂O) 50,0 غ
الماء كمية كافية لـ 100 ملل

التحضير:

- يذوب تيوستات الصوديوم داخل جزء من الماء.

- يكمل إلى الحجم النهائي.

- يعقم المحلول لمدة 15 دقيقة في 121 ± 1°م

3.2.2.3 محلول اليود

التركيب :

اليود 20,0 غ
إيودور البوتاسيوم 25,0 غ
الماء ، كمية كافية لـ 100 ملل

التحضير :

- يذوب إيودور البوتاسيوم داخل حجم قليل من الماء ، ثم يضاف اليود .
- نرج إلى غاية الذوبان الكامل .
- يكمل إلى الحجم النهائي .
- يحفظ المحلول داخل إناء داكن مغلق بصفة كاملة .

4.2.2.3 محلول الأخضر اللامع

التركيب :

الأخضر اللامع 0,5 غ
الماء 100 ملل

التحضير :

- يضاف الأخضر اللامع إلى الماء .
- يحفظ المحلول على الأقل يوم واحد في الظلام للحصول على التعقيم الذاتي .

5.2.2.3 محلول مرارة البقرة

التركيب :

مرارة البقرة المجففة 10,0 غ
الماء 100 ملل

التحضير :

- تذوب مرارة البقرة المجففة داخل الماء حتى الغليان .
- يعقم المحلول لمدة 15 دقيقة في $121 \pm 1^\circ \text{C}$

6.2.2.3 الوسط الكامل

التركيب :

الوسط الأساسي (1.2.2.3) 900 ملل
محلول تيروسلفات الصوديوم (2.2.2.3) 100 ملل
محلول اليود (3.2.2.3) 20 ملل
محلول الأخضر اللامع (4.2.2.3) 2 ملل
محلول مرارة البقرة (5.2.2.3) 50 ملل

التحضير :

- يضاف بطهارة إلى الوسط الأساسي المكونات الأخرى بالترتيب المعطى أعلاه . نخلط بعناية المحاليل بعد كل إضافة .
- يوزع بطهارة الوسط الكامل بمقادير 100 ملل ، داخل قارورات معقمة سعتها 500 ملل .

- يحفظ في $0,5^\circ \text{C}$ في الظلام مع استعماله في الأسبوع الموالي للتحضير .

3.2.3 أول وسط للتعريف :

هلام بالأحمر الفينول و الأخضر اللامع (إدال وكامبلماشر)

1.3.2.3 الوسط الأساسي

التركيب :

مستخلص مسحوق اللحم 5,0 غ
بيبتون 10,0 غ
مستخلص مسحوق الخميرة 3,0 غ
هيدروجينو- اورتو- فوسفات ثنائي الصوديوم $(\text{Na}_2\text{HPO}_4)$ 1,0 غ
ثنائي هيدروجينو- اورتو- فوسفات الصوديوم $(\text{NaH}_2\text{PO}_4)$ 0,6 غ
أغار- أغار 12,0 إلى 18,0 غ
الماء 900 ملل

التحضير :

- تذوب المكونات الأساسية منزوعة الماء أو الوسط الأساسي الكامل المنزوع الماء داخل الماء حتى الغليان .

- يعدل العامل الهيدر وجيني بحيث بعد التعقيم يكون $0,1 \pm 7,0$.

- يوزع الوسط الأساسي داخل أنابيب أو في قارورات معقمة سعتها القصوى 500 ملل .

2.3.2.3 محلول السكر بأحمر الفينول

التركيب :

لاكتوز 10,0 غ
سكاروز 10,0 غ
أحمر الفينول 0,09 غ
الماء ، كمية كافية لـ 100 ملل

التحضير:

- تذوب المكونات في الماء.
- تسخن داخل الحمام المائي لمدة 20 دقيقة في 70°م.
- تبرد في 55°م مع استعمالها مباشرة .

3.3.2.3 الوسط الكامل**التركيب :**

- الوسط الأساسي (1.3.2.3)..... 900 ملل
- محلول سكر الأحمر الفينول (2.3.2.3)..... 100 ملل
- محلول الأخضر اللامع (4.2.2.3)..... 1 ملل

التحضير:

- يضاف بطهارة محلول الأخضر اللامع إلى محلول سكر الأحمر الفينول المبرد في 55°م.
- يضاف إلى الوسط الأساسي المذوب و المثبت في 50°م إلى 55°م ويخلط.

4.3.2.3 تحضير العلب :

- يوزع الوسط الكامل المبرد في 45°م، بكميات حوالي 15 ملل داخل علب بيتري المعقمة قطرها 90 مم ويترك ليتجمد.
- قبل الاستعمال، تجفف و بعناية علب الوسط الهلامي من الأفضل بعد سحب الأغلفة و تقليب العلب داخل محضن أو مجفف معدل في 50 ± 5°م لمدة 30 دقيقة.
- يجب عدم الاحتفاظ بعلب الوسط الهلامي غير الجافة، أكثر من 4 ساعات في درجة حرارة المخبر أو أكثر من 24 ساعة في 0°م إلى 5°م.

4.2.3 ثاني وسط للتعريف : هلام لسلفيت**البسميث****التركيب :**

- بيبتون 10,0 غ
- مستخلص البقرة 5,0 غ
- غلوكوز 5,0 غ
- هيدروجينو- اورتو- فوسفات ثنائي الصوديوم 4,0 غ
- سulfates الحديد (II)..... 0,3 غ
- سيترات البسميث أمونياكال 1,85 غ
- سلفيت الصوديوم 6,15 غ
- أغار- أغار 20,0 غ
- الأخضر اللامع 0,025 غ
- الماء 1000 ملل

التحضير :

- تذوب المكونات في الماء حتى الغليان لمدة حوالي دقيقة واحدة.
- يعدل العامل الهيدروجيني (PH) إلى 7,7 ± 0,1.
- يبرد بين 45°م و 50°م مع الخلط ببطء الراسب المعلق.

لا يعقم الوسط.

- يوزع الوسط، بكميات 20 ملل داخل علب بيتري معقمة قطرها (90 مم) و يترك ليتجمد.
- مباشرة قبل الاستعمال، تجفف و بعناية علب الوسط الهلامي و من الأفضل بعد أن تسحب الأغلفة وتقلب العلب، داخل محضن أو مجفف معدل في 50 ± 5°م. لمدة 30 دقيقة.
- تستعمل العلب الجافة بين 24 و 48 ساعة بعد تحضيرها. تحفظ في الظلام.

5.2.3 الهلام المغذي**التركيب :**

- مستخلص اللحم 3,0 غ
- بيبتون 5,0 غ
- أغار-أغار 12,0 غ
- الماء 1000 ملل

التحضير:

- تذوب المكونات منزوعة الماء للوسط أو الوسط الكامل المنزوع الماء داخل الماء، حتى الغليان.
- يعدل العامل الهيدروجيني (PH) بحيث بعد التعقيم يكون 7,0 ± 0,1.
- يوزع وسط الزرع داخل أنابيب أو قارورات معقمة سعتها القصوى 500 ملل.
- يعقم الوسط لمدة 20 دقيقة في 121 ± 1°م

تحضير علب الهلام المغذي

- تسكب حوالي 15 ملل من الوسط الذائب داخل علب بيتري المعقمة (قطرها 90 مم) و تنجز مثل ما هو مذكور في (4.3.2.3).

6.2.3 الهلام بسترات الحديد و بثلاثة أنواع من السكر (هلام TSI)**التركيب:**

- مستخلص اللحم 3,0 غ
- مستخلص الخميرة 3,0 غ

2.7.2.3 محلول اليوريا :**التركيب :**

اليوريا..... 400 غ
الماء، كمية كافية لـ 1000 ملل

التحضير:

- تذوب اليوريا في الماء.
- يعقم بالترشيح و يراقب التعقيم. (حسب تقنية التعقيم بالترشيح).

3.7.2.3 الوسط الكامل :**التركيب :**

الوسط الأساسي (1.7.2.3) 950 ملل
محلول اليوريا (2.7.2.3) 50 ملل

التحضير:

- يضاف بطفارة محلول اليوريا إلى الوسط الأساسي المذوب مسبقا، ثم يبرد في 45°م.
- يوزع الوسط الكامل بمقادير 10 ملل داخل أنابيب معقمة .
- يترك للراحة في وضعية مائلة.

3.2.8 وسط لاختزال الكربون لليزين**التركيب :**

أحادي هيدروكلورور - ل - لين 5,0 غ
مستخلص الخميرة 3,0 غ
غلوكوز 1,0 غ
أرجواني بروموكريزول 0,015 غ
الماء 1000 ملل

التحضير:

- تذوب المكونات في الماء حتى الغليان.
- يعدل العامل الهيدروجيني (PH) بحيث بعد التعقيم يكون $0,1 \pm 7,0$.
- يوزع الوسط بكميات 5 ملل داخل أنابيب الزرع قطرهما حوالي 8 مم و طولها حوالي 160 مم
- يعقم الوسط لمدة 10 دقائق في $121 \pm 1^\circ\text{م}$.

3.3 الكواشف :**1.3.3 محلول مالح :****التركيب :**

كلورور الصوديوم 8,5 غ
الماء 1000 ملل

بيبتون 20,0 غ
كلورور الصوديوم 5,0 غ
لاكتوز 10,0 غ
سكاروز 10,0 غ
غلوكوز 1,0 غ
سيترات الحديد (III) 0,3 غ
تيوسلفات الصوديوم 0,3 غ
أحمر الفينول 0,024 غ
أغار - أغار 12,0 غ
الماء 1000 ملل

التحضير:

- تذوب مكونات الوسط منزوعة الماء أو الوسط الكامل المنزوع الماء داخل الماء حتى الغليان.
- يعدل العامل الهيدروجيني (PH) بحيث يكون بعد التعقيم $0,1 \pm 7,4$.
- يوزع الوسط بمقادير 10 ملل داخل أنابيب قطرهما بين 17 و 18 مم.
- يعقم الوسط لمدة 10 دقائق في $121 \pm 1^\circ\text{م}$
- يترك للراحة في وضعية مائلة من خلالها نتحصل على راسب عمقه 2,5 سم و بميل مقدر بين 4 و 5 سم.

7.2.3 هلام من أجل البحث على إنزيم اليورياز**(كليريستينسان).****1.7.2.3 الوسط الأساسي****التركيب :**

بيبتون 1,0 غ
غلوكوز 1,0 غ
كلورور الصوديوم 5,0 غ
ثنائي هيدروجينو - اورتو - فوسفات البوتاسيوم (KH_2PO_4) 2,0 غ
أحمر الفينول 0,012 غ
أغار - أغار 15,0 غ
ماء 1000 ملل

التحضير:

- تذوب المكونات الأساسية منزوعة الماء أو الوسط الكامل المنزوع الماء في الماء حتى الغليان .
- يعدل العامل الهيدروجيني PH إذا اقتضى الأمر بحيث بعد التعقيم يكون $0,1 \pm 6,8$.
- يعقم الوسط الأساسي لمدة 15 دقيقة في $121 \pm 1^\circ\text{م}$

التحضير :

- يذوب كلورور الصوديوم داخل الماء حتى الغليان.
- يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث يكون بعد التعقيم $0,1 \pm 7,0$.
- يوزع المحلول داخل قارورات أو أنابيب، بحيث بعد التعقيم، تكون تحتوي على 90 إلى 100 ملل من المحلول.
- يعقم المحلول لمدة 15 دقيقة في $121 \pm 1^\circ \text{C}$.

2.3.3 كواشف للبحث على B - غلاكتوزيداز :

1.2.3.3 التوليان :

2.2.3.3 محلول مثبت :

التركيب :

- ثنائي هيدرو- اورتو- فوسفات الصوديوم $(\text{NaH}_2\text{PO}_4)$ 6,9 غ
- هيدروكسيد الصوديوم، محلول لحوالي 0,1 مول/لتر 3 ملل
- الماء، كمية كافية لـ 50 ملل

التحضير :

- يذوب ثنائي هيدروجينو - اورتو- فوسفات الصوديوم داخل حوالي 45 ملل من الماء.
- يعدل العامل الهيدروجيني (pH) في $0,1 \pm 7,0$ بواسطة حوالي 3 ملل من محلول هيدروكسيد الصوديوم.
- يكمل إلى 50 ملل بالماء .

3.2.3.3 محلول اورتو نيتروفينول-D-B-

غلكتوبير انوزيد (ONPG)

التركيب :

- (ONPG) 0,08 غ
- الماء 15 ملل

التحضير :

- تذوب (ONPG) داخل الماء في 50°C
- يبرد المحلول.

4.2.3.3 الكاشف الكامل :

التركيب :

- محلول مثبت (2.2.3.3) 5 ملل
- محلول (ONPG) (3.2.3.3) 15 ملل

التحضير :

يضاف محلول مثبت إلى محلول (ONPG)

3.3.3 كواشف من أجل تفاعل فوجس -

بروسكاور (V.P)

(طريقة سريعة لباري و فني)

1.3.3.3 وسط V.P :

التركيب :

- بيبتون 7,0 غ
- غلوكوز 5,0 غ
- هيدروجينو- اورتو- فوسفات ثنائي البوتاسيوم K_2HPO_4 5,0 غ
- الماء 1000 ملل

التحضير :

- تذوب المكونات داخل الماء.
- يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث بعد التعقيم يكون $0,1 \pm 7,0$.
- توزع 3 ملل من الوسط داخل كل أنبوب.
- يعقم الوسط لمدة 15 دقيقة على الأكثر في $121 \pm 1^\circ \text{C}$

2.3.3.3 محلول الكرياتين :

التركيب :

- كرياتين أحادي الإمهاة (ن-اميدينو ساركوزين) 0,5 غ
- الماء 100 ملل

التحضير :

يذوب الكرياتين أحادي الإمهاة داخل الماء.

3.3.3.3 محلول إيتانوليك نافتول-1

التركيب :

- نافتول 1- 6 غ
- إيتانول (96% ح/ح) 100 ملل

التحضير :

يذوب النافتول 1- داخل الإيتانول.

4.3.3.3 محلول هيدروكسيد البوتاسيوم :

التركيب :

- هيدروكسيد البوتاسيوم 40 غ
- الماء 100 ملل

التحضير :

يذوب هيدروكسيد البوتاسيوم داخل الماء .

4.3.3 كواشف من أجل تفاعل الإندول :**1.4.3.3 وسط تريبتون- تريبتوفان****(ل- جيتوف) :****التركيب :**

تريبتون 10 غ
كلورور الصوديوم 5 غ
د- ل تريبتوفان 1 غ
الماء 1000 ملل

التحضير :

- تذوب المكونات داخل الماء حتى الغليان،
يرشح.

- يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث بعد
التعقيم يكون $0,1 \pm 7,5$.

- توزع 5 ملل من الوسط في كل أنبوب .

- يعقم الوسط لمدة 15 دقيقة في $121 \pm 1^\circ\text{C}$

2.4.3.3 كاشف الكوفاكس :**التركيب :**

ثنائي ميتيل لارنيو 4- بنزا الدهيد 5 غ
حمض كلوريدريك، 1,18 إلى 1,19 غ/ملل 25 ملل
مثيل - 2 بوتانول - 2 75 ملل

التحضير :

تخلط المكونات.

5.3.3 الهلام المغذي النصف صلب :**التركيب :**

مستخلص اللحم 3,0 غ
بيبتون 5,0 غ
أغار - أغار 4 إلى 9 غ
الماء 1000 ملل

التحضير :

- تذوب المكونات الأساسية منزوعة الماء داخل
الماء حتى الغليان .

- يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث بعد
التعقيم يكون $0,1 \pm 7,0$.

- يوزع الوسط داخل قارورات سعتها القصوى
500 ملل.

- يعقم الوسط لمدة 15 دقيقة في $121 \pm 1^\circ\text{C}$.

تحضير علب الهلام :

- يوزع الوسط الكامل ، حديث التحضير ، داخل
علب بيتري بكميات 15 ملل، يجب أن لا تجفف العلب.

4.3 أمصال :

يمكن أن توجد عدة أمصال ضد السالمونيلا
تحتوي على واحد أو عدة مجموعات صنف "0" (تسمى
مضادات المصل "0" أحادي الاختصاص أو متعدد
الاختصاص) . مضادات المصل VI ومضادات المصل
المحتواة على مضادات حيوية لواحد أو عدة عوامل "H"
(تسمى مضادات المصل "H" أحادي الاختصاص) تتبع
إرشادات الاستعمال لكل مصل.

4- الأجهزة والأواني :

التجهيزات العادية للمختبر الميكروبيولوجي،
لا سيما :

1.4 الأجهزة :**1.1.4 أجهزة التعقيم بالحرارة الجافة (مثل الفرن
أو بواسطة الحرارة الرطبة (جهاز التعقيم) :**

يجب أن تكون الأجهزة الملامسة لأوساط الزرع ،
المخفف و العينة، معقمة ما عدا المعقمة مسبقا
خاصة التي تكون من البلاستيك :

- سواء بالفرن المثبت في درجة حرارة تتراوح
بين 170°C و 175°C لمدة ساعة على الأقل.

- أو بواسطة جهاز التعقيم المثبت في $121 \pm 1^\circ\text{C}$
لمدة 20 دقيقة على الأقل .

جهاز التعقيم ضروري أيضا لتعقيم أوساط الزرع
و كذلك الكواشف. يجب أن يكون معدل في $121 \pm 1^\circ\text{C}$

2.1.4 جهاز للتجفيف: محضن أو مجفف ، مهوي

(يسمح بتجفيف سطح الأوساط الهلامية
المسكوبة داخل العلب) ، معدلة في $50 \pm 5^\circ\text{C}$.

3.1.4 محضن معدل في $37 \pm 1^\circ\text{C}$.**4.1.4 حضن معدل في $43 \pm 0,5^\circ\text{C}$.****5.1.4 حمام مائي معدل في $45 \pm 1^\circ\text{C}$ وفي $37 \pm 1^\circ\text{C}$** **6.1.4 أجهزة المجانسة :**

يجب استعمال إحدى التجهيزات التالية :

(أ) جهاز تجانس دوراني ، يعمل بتواتر دوراني
يقدر ما بين 8000 و 45000 دورة/ دقيقة بواسطة إناء
زجاجي أو معدني، مزود من الأحسن بأغلفة مقاومة
لظروف التعقيم.

(ب) جهاز تجانس من نوع البيرستالتيكي
(péristaltique) مع أكياس بلاستيكية معقمة .

2.6 الحليب الجاف، مسحوق مصلى الحليب أو مسحوق مخاض الزبدة ، لاكتوز ، كازيين :

- يخلط بعناية محتوى الوعاء المغلق بالرج اليدوي مع التقليب بطريقة متكررة ، إذا كان الوعاء جد مملوء ، وللوصول إلى رج مقبول، يؤخذ وعاء أكبر منه يسمح بالخلط.

3.6 الزبدة :

- تذوّب العينة داخل إناء معقم داخل حمام مائي مثبت في $45 \pm 1^\circ \text{C}$ (5.1.4).
- يرج عند التذويب ثم يسحب الإناء مباشرة من الحمام المائي عندما تكون العينة كاملة الذوبان

4.6 الجبن :

عادة ما تمثل عينة واحدة (1) للمخبر ، العينة المأخوذة للتجربة مكونة لعينة التجربة.نجري التجربة مثل ما هو مبين في (5.1.7)

5.6 مثلجات للاستهلاك :

نعمل بنفس الإجراءات المعمول بها في حالة الزبدة (3.6) لكن مع استعمال حمام مائي مثبت في 37°C (5.1.4) بحيث أن العينة لا تتجاوز درجة الحرارة هذه .

6.6 الحليب المخمر ، الياهورت ، القشدة المحلية :

يخلط محتوى الوعاء المغلق ، مع التحريك باليد و قلب الوعاء بطريقة متكررة ، ثم يفتح الوعاء و يخلط المحتوى بطهارة بواسطة ملعقة معقمة.

7 - طريقة العمل :

1.7 العينة المأخوذة للتجربة والاعتناء المسبق :

- ندخل العينة المأخوذة للتجربة داخل الوسط المغتني مسبقا وننجز العملية مثل ما هو مبين في (1.1.7) إلى (7.1.7).

- من أجل اختصار طرق العمل للاغتناء و الاغتناء المسبق، يرجع إلى الجدول 1.

1.1.7 الحليب :

الاغتناء المسبق غير ضروري، يرجع إلى (2.7) باستعمال على التوالي 25 ملل من العينة المأخوذة للتجربة و 225 ملل من الوسط المغذي.

2.1.7 الحليب الجاف :

تحضر قارورة مسدودة محتواة على 225 ملل من الماء المقطر معقم و 1 ملل من محلول الأخضر اللامع (4.2.2.3) توزن بطهارة 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة و تسكب على سطح السائل الموجود داخل القارورة.

يجب أن تكون سعة الأواني أو الأكياس البلاستيكية، كافية لإجراء الخلط الصحيح للعينة المأخوذة للتجربة مع المخفف. على العموم ، حجم الإناء يجب أن يعادل مرتين حجم العينة و كذا المخفف.

7.1.4 أسلاك الزرع الحلقية : من البلاتين غير

مجعدة أو من النيكل-كروم قطرها حوالي 3 مم .

8.1.4 جهاز لقياس العامل الهيدروجيني: (يسمح

بقياس العامل الهيدروجيني (PH) للأوساط والكواشف المحضرة) بتدقيق مثبت لـ $0.1 \pm$ وحدة (PH) في 25°C .

9.1.4 ثلاجة : تستعمل لحفظ الأوساط والكواشف

المحضرة معدلة بين 0°C - 5°C .

2.4 الأواني الزجاجية :

يجب أن تكون الأواني الزجاجية لها قابلية المقاومة ضد التعقيم المتكرر .

1.2.4 قارورات الزرع : من أجل التعقيم و حفظ

أوساط الزرع وكذا تحضين الأوساط السائلة .

2.2.4 أنابيب الزرع : قطرها 8 مم و طولها 160 مم،

من أجل وسط منزوع الكربون لليزين.

3.2.4 قنينة مدرجة : من أجل تحضير الأوساط

الكاملة

4.2.4 ماصات مدرجة : سعتها 10,25 و 1 ملل،

مدرجة بالتسلسل 0,5 و 0,1 ملل .

5.2.4 علب بيتري.

5 - المعايير :

تتم المعايير وفق شروط مناسبة.

6 - تحضير العينات للتجربة :

1.6 الحليب :

- رج بقوة العينة المأخوذة للتجربة لتحقيق توزيع عادل للأعضاء المجهرية ، بحيث تقلب و بسرعة 25 مرة الإناء و بداخله العينة، يجب تجنب تشكل الرغوة أو تترك لتتخلل.

- يجب أن لا تتعدى المدة بين الخلط و اقتطاع العينة المأخوذة للتجربة 3 دقائق.

8.1.7 الحليب المخمر، ياهورت، قشدة محلية :

- توزن بطهارة 25 غرام من العينة للتجربة داخل قارورة مسدودة محتواة على كريات زجاجية و على 225 ملل من الوسط المغذي مسبقا (1.2.3) مع الرج من أجل الانحلال.

- يراقب العامل الهيدروجيني (PH) ويعدل إذا اقتضى الأمر إلى 7.0 ما لم توجد تعليمات مخالفة لذلك

9.1.7 التحضين :

تحضن القارورات المحضرة وفق (2.1.7) إلى (8.1.7) في 37°م لمدة 16-20 ساعة.

2.7 الاغتناء :

1.2.7 : ننقل بواسطة ماصة 10 ملل من الوسط المغذي مسبقا المحضن (1.7) في قارورة محتواة على 100 ملل من الوسط المغذي الانتقائي برباعي التيونات (2.2.3).

في حالة الحليب، ننقل وبطهارة 25 ملل من العينة المأخوذة للتجربة في 225 ملل من الوسط برباعي تيونات (2.2.3)

2.2.7 : يحضن الوسط بالرباعي التيونات المزروع لمدة 18 إلى 24 ساعة في 43 ± 0.5°م.

3.7 الزرع و التعريف :

1.3.7 : انطلاقا من الزرع للوسط المغذي، يزرع بواسطة سلك الزرع سطح العلبة المعبأة بالهلام المكون من الأخضر اللامع و الأحمر الفينول (3.2.3) وعلبة أخرى معبأة بهلام سلفيت البيسميث (4.2.3) بطريقة تسمح بنمو مستعمرات جد منفصلة.

يعاد وضع وسط الاغتناء للتحضين (لاحظ 3.3.7)

2.3.7 : تحضن العلب (مقلوبة) في 37 ± 1°م. لمدة 24-20 ساعة.

3.3.7 : بعد تحضين القارورات لمدة 18-24 ساعة تعاد عمليات الزرع و كذلك التحضين المذكورة في (1.3.7 و 2.3.7)

4.3.7 : بعد التحضين تختبر العلب (2.3.7 و 3.3.7) للبحث على وجود مستعمرات مطابقة للسالمونيلا. إذا كان النمو ضعيفا ولا توجد مستعمرات مطابقة للسالمونيلا، تحضن من جديد العلب في 37 ± 1°م. لمدة 18-24 ساعة ويعاد اختبار العلب من أجل البحث عن المستعمرات المطابقة للسالمونيلا.

تسد القارورة ، مع عدم الخلط ، يترك للراحة في درجة حرارية عادية لمدة 60 ± 10 دقيقة ، هذا قبل التحضين. تعديل العامل الهيدروجيني (PH) غير ضروري .

إذا كان الحليب الجاف لم ينحل بعد 3 ساعات من التحضين ، يخلط محتوى القارورة بالرج .

3.1.7 الحليب الجاف، مخاض زبدة الحليب**الجاف:**

- يوزن بطهارة، 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة داخل قارورة مسدودة محتواة على 225 ملل من الماء المقطر المعقم.

- يرج إلى غاية الانحلال و يضاف 1 ملل من الأخضر اللامع (4.2.3)

4.1.7 لاكتوز :

يوزن بطهارة 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة داخل قارورة مسدودة محتواة على 225 ملل من الوسط المغتني مسبقا (1.2.3) مع الرج إلى غاية الانحلال.

5.1.7 كازيين الجبن :

- توزن وبصفة نظيفة 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة داخل وعاء معقم مرفق بجهاز المجانسة ذو سرعة كبيرة أو من النوع بيريسالتيك (Péristaltique).

(6.1.4) مع إضافة 225 ملل من الوسط المغتني مسبقا (1.2.3) في 45°م.

- تخلط إلى غاية أن تكون العينة كاملة التوزيع (من 1 إلى 3 دقائق)

- التأكد من أن درجة حرارة التوزيع لا تتعدى 45°م.

6.1.7 الزبدة :

ترج العينة المأخوذة للتجربة المذوبة وبواسطة ماصة مع إيصالها إلى درجة حرارية قدرها 45°م، مع إدخال 25 ملل داخل قارورة محتواة على 225 ملل من الوسط المغذي مسبقا (1.2.3) مع الخلط.

7.1.7 منتجات الحليب المجمدة**(بما في ذلك مثلجات الاستهلاك):**

تدخل بواسطة ماصة 25 ملل من العينة للتجربة و المذوبة داخل قارورة محتواة على 225 ملل من الوسط المغذي مسبقا (1.2.3) مع الخلط.

5.3.7 : المستعمرات المطابقة للسالمونيلا يمكن أن تتميز على النحو الآتي :

- تكون المستعمرات المطابقة للسالمونيلا على الهلام بالأخضر اللامع /أحمر الفينول (3.2.3) وردية محاطة بالأحمر .

- تكون المستعمرات المطابقة للسالمونيلا على الهلام بالسلفيت البسيمايث (4.2.3) بنية أو سوداء مع بريق معدني، بعض السلالات تعطي مستعمرات خضراء .

جدول 1- الموجز لطرق العمل

للاغتناء المسبق والاغتناء

المادة	كمية العينة	الوسط المغذي مسبقا *	طريقة التحضير	الوسط المغذي
الحليب	50 ملل 2 x 25 ملل	لا يوجد	تخلط	225 ملل من رباعي التيونات
حليب جاف	25 غ	ماء مقطر + محلول الأخضر اللامع	يبلل لمدة 10 ± 60 دقائق لا يخلط**	100 ملل من رباعي التيونات
مصل الحليب الجاف مخاض زبدة جافة	25 غ	ماء مقطر + محلول الأخضر اللامع	تخلط	100 ملل من رباعي التيونات
لاكتوز	25 غ	225 ملل ماء بيتوني مثبت	يخلط	100 ملل من رباعي التيونات
كازيين، الجبن	25 غ	225 ملل ماء بيتوني مثبت	يخلط في 45°م على الأكثر	100 ملل من رباعي التيونات
الزبدة	25 غ	225 ملل ماء بيتوني مثبت	يخلط	100 ملل من رباعي التيونات
منتجات حليبية مجمدة	25 ملل	225 ملل ماء بيتوني مثبت	يخلط	100 ملل من رباعي التيونات
حليب مخمر ياهورت قشدة محلية	25 غ	225 ملل ماء بيتوني مثبت	يخلط	100 ملل من رباعي التيونات

* إذا كان الوسط المغذي مسبقا قد أستعمل بعد التحضين لمدة 20 ساعة في 37°م، نعيد زرع 10 ملل من العينة المحضنة و تخلط مع الوسط المغذي مسبقا داخل الوسط المغذي .

** إذا لم يذوب الحليب الجاف بعد 3 ساعات من التحضين، يخلط محتوى القارورات عن طريق الرج .

4.7 الإثبات :

1.4.7 اختيار المستعمرات من أجل الإثبات :

انطلاقاً من كل علبة لكل الأوساط الاختيارية (5.3.7)، تقتطع 5 مستعمرات نموذجية أو مشبوهة أو لو وجدت أقل من 5 مستعمرات نموذجية أو مشبوهة. تقتطع كلها للإثبات.

2.4.7 التحضين :

تزرع المستعمرات المختارة على سطح علب الهلام المغذي (5.2.3) بطريقة تسمح بنمو المستعمرات جد منفصلة و تحضن العلب في $37 \pm 1^\circ\text{C}$ لمدة 18-24 ساعة.

بعد التحضين، يحتفظ بالمستعمرات النقية الجد منفصلة من أجل الإثبات البيوكيميائي والمصلي.

3.4.7 الإثبات البيوكيميائي :

بواسطة خيط للزرع، تزرع الأوساط الآتية بواسطة المستعمرات الخالصة.

1.3.4.7 هلام بستر الحديد و بثلاث أنواع من السكر (TSI) (6.2.3) :

يزرع ميل الهلام بطريقة الخطوط ويزرع في القعر بالوخز.

يحضن لمدة 24 ساعة في $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

تفسر تغييرات الوسط بالطريقة الآتية :

القعر :

لون أصفر.....غلوكون إيجابي(تخمر الغلوكون)
لون أحمر أو عدم تبدله.....غلوكون سلبي(عدم تخمر الغلوكون)

اللون الأسود.....تشكيل كبريت الهيدروجين.

فقااعات أو تشققات..... تكوين غازات انطلاقاً من الغلوكون

الميل :

لون أصفر.....لاكتوز و/أو سكاروز موجب (تخمر اللاكتوز و/أو السكاروز).

لون أحمر أو عدم تبدله.....لاكتوز و/أو سكاروز سالب (عدم تخمر اللاكتوز ولا السكاروز).

2.3.4.7 هلام للبحث عن إنزيم اليوريا (7.2.3) :

يزرع بطريقة الخطوط ميل الهلام. يحضن لمدة 24 ساعة في $37 \pm 1^\circ\text{C}$. عندما يكون التفاعل موجباً، ينتج إنزيم اليوريا تسرب الأمونياك و يعمل على تحويل الأحمر الفينول إلى اللون الوردي ثم إلى اللون الأحمر العاتم.

3.3.4.7 وسط اختزال كربون الليزين (8.2.3) :

- يزرع الوسط مباشرة تحت سطح السائل.

- يحضن لمدة 24 ساعة في $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

لون بنفسجي بعد التحضين يدل على تفاعل موجب.

لون أصفر يدل على تفاعل سلبي.

4.3.4.7 كاشف للبحث على B - غلاكتوزيداز

(2.3.3) :

- يوضع على شكل معلق قبضة من المستعمرة المشبوهة داخل أنبوب يحتوي على 0.25 ملل من المحلول الملحي (1.3.3).

- ثم تضاف قطرة من التوليان، ثم يرج الأنبوب.

- يوضع الأنبوب داخل حمام مائي في $37 \pm 1^\circ\text{C}$.
لعدة دقائق.

- يضاف 0.25 ملل من الكاشف للبحث عن

B - غلاكتوزيداز ، ثم يخلط.

- يعاد وضع الأنبوب داخل الحمام المائي في $37 \pm 1^\circ\text{C}$ لمدة 24 ساعة .

- لون أصفر يدل على تفاعل موجب.

- التفاعل عادة مرئي في حدود 20 دقيقة.

5.3.4.7 وسط لتفاعل فوكس بروسكاور (V.P)

(3.3.3) :

- يزرع أنبوبان بواسطة معلق لقبضة من المستعمرة المشبوهة داخل 0.2 ملل من وسط (V.P) (1.3.3.3) داخل كل أنبوب.

- يحضن أنبوب في درجة حرارة عادية والآخر في $37 \pm 1^\circ\text{C}$ لمدة 24 ساعة.

- بعد التحضين يضاف إلى كل أنبوب قطرتين من محلول الكرياتين (2.3.3.3)، 3 قطرات من محلول إيتانوليك النافثول-1 (3.3.3.3) ، ثم قطرتان من محلول هيدروكسيد البوتاسيوم (4.3.3.3)، يخلط الأنبوبان بعد إضافة كل كاشف .

تغير اللون الوردي إلى اللون الأحمر الفاتح خلال 15 دقائق يدل على تفاعل موجب.

تفسير التجارب البيوكيميائية :

تفسير النتائج وفق الجدول 2 :

الجدول 2 تفسير النتائج (أنظر جدول 2)

(1) السالمونيلا متفرعة من النوع الثالث (أريزونا) تعطي تفاعل موجب أو سالب باللاكتوز ولكن دائما تفاعل موجب لـ B - غلاكتوزيداز .

(2) لسالمونيلا من النوع الثاني ، تعطي تفاعل سلبي لللاكتوز ، و لكنها يمكن أن تعطي تفاعل موجب لـ B - غلاكتوزيداز .

4.4.7 منهج التشخيص السريع :

إن مناهج التشخيص السريع أنظر إلى التنبيه في (1.3) يمكن أن تستعمل في مكان العمليات المبينة في (3.4.7) من أجل الإثبات البيوكيميائي للمستعمرات النموذجية أو المشكوك فيها .

في هذه الحالة، فإن تعليمات الاستعمال يجب أن تتبع بدقة .

5.4.7 الإثبات المصلي :

يجرى الكشف عن وجود مولدات الضد H₂Vi₂O للسالمونيلا بواسطة تخثر على سطح صفيحة بواسطة أمصال مناسبة ، فوق مستعمرات نقية (1.4.7) بعد التخلص من السلالات ذات التخثر الذاتي.

1.5.4.7 التخلص من السلالات ذات التخثر**الذاتي:**

- توضع على سطح صفيحة جد نظيفة قطرة من محلول مالح (1.3.3).

- يوزع داخل هذه القطرة جزء من المستعمرة (2.4.7) لمحاولة الحصول على معلق متجانس ومعكر .

- تخضع الصفيحة إلى تذبذب لمدة 30 إلى 60 ثانية.

- ملاحظة النتائج على قعر أسود و من المستحسن بواسطة عدسة مكبرة .

6.3.4.7 وسط من أجل تفاعل الأندول (4.3.3) :

- يزرع بواسطة جزء من المستعمرة أنبوب يحتوي على 5 ملل من وسط تريبتون- تريبتوفان (1.4.3.3)

- يحضن لمدة 24 ساعة في 37 ± 1°م.

- بعد التحضين ، تضاف قطرتين أو ثلاث قطرات من كاشف الكوفاكس (2.4.3.3).

و تشكل حلقة حمراء تدل على تفاعل موجب.

وتشكل حلقة صفراء بنية تدل على تفاعل سالب.

الجدول 2 تفسير النتائج

النسبة المئوية لسلالة السالمونيلا الممثلة للتفاعل	تفاعل موجب أو سالب	تجارب الإثبات
100	+	غلوكون TSI (تكوين حمض) (1.3.4.7)
91,9	+	غلوكون TSI (تشكل غاز) (1.3.4.7)
		لاكتوز TSI (1.3.4.7)
99,2	(1)-	سكاروز TSI (1.3.4.7)
99,5	-	كبريتات الهيدروجين TSI (2.3.4.7)
91,6	+	تفكيك اليوريا (2.3.4.7)
100	-	اختزال كربون الليزين (3.3.4.7)
94,6	+	تفاعل B - غلاكتوزيداز (4.3.4.7)
98,5	(2)-	تفاعل فوكس بروسكاور (5.3.4.7) (VP)
100	-	تفاعل الأندول (6.3.4.7)
98,9	-	

- تعتبر السلالات ذاتية التخصثر إذا تجلطت الجراثيم إلى أكداس على الأقل متشابهة. يعتبر الإثبات المصلي لهذه السلالات ذاتية التخصثر مستحيل من خلال طريقة العمل المبينة في (2.5.4.7)، (3.5.4.7) و (4.5.4.7).

2.5.4.7 إظهار لمولد الضد O :

- تستعمل سلالات خالصة (2.4.7) غير ذاتية التخصثر (1.5.4.7).

- تجرى العملية كما هو مبين في (1.5.4.7) لكن باستعمال قطرة من المضاد المصلي O. (4.3) عوض المحلول المملح .

- تستعمل الأمصال أحادية أو متعددة الخدمات الواحدة تلوى الأخرى .

3.5.4.7 إظهار لمولد الضد Vi :

تنجز العملية كما هو مذكور في (2.5.4.7) لكن باستعمال قطرة من المضاد المصلي Vi (4.3) عوض المحلول المملح .

4.5.4.7 إظهار لمولد الضد H :

- يزرع الهلام المغذي النصف صلب (5.3.3) بواسطة سلالة خالصة غير ذاتية التخصثر (1.5.4.7)

- يحضن الوسط لمدة 18 إلى 24 ساعة في $37 \pm 1^\circ \text{C}$

يُستعمل هذا الزرع لاختبار مولد الضد H كما هو مذكور في (2.5.4.7)، باستعمال قطرة من المضاد المصلي H (4.3) عوض المحلول المملح .

5.5.4.7 تفسير التفاعلات المصلية :

إذا وجد تخصثر ، اعتبرت التفاعلات إيجابية .

6.4.7 تفسير التفاعلات البيوكيميائية والمصلية

1.6.4.7 تعتبر السلالات سالمونيل إذا قدمت تفاعلات بيوكيميائية نموذجية (3.4.7) وتعطي تفاعلات مصلية موجبة كما هو مبين في (5.4.7).

2.6.4.7 السلالات التي تظهر تفاعلات بيوكيميائية نموذجية (3.4.7) ولكن لا تعطي تفاعلات مصلية موجبة وفق (5.4.7)، السلالات التي لا تقدم تفاعلات بيوكيميائية نموذجية (3.4.7) ولكن تعطي تفاعلات مصلية موجبة وفق (5.4.7). و السلالات ذاتية التخصثر و التي تظهر تفاعلات بيوكيميائية نموذجية (3.4.7) يمكن أن تكون سالمونيل .

3.6.4.7 إذا لم تظهر السلالات تفاعلات بيوكيميائية نموذجية (3.4.7) ولا تعطي تفاعلات مصلية موجبة وفق (5.4.7) لا تعتبر سالمونيل .

7.4.7 الإثبات النهائي

بالنسبة للسلالات التي تعتبر سالمونيل (1.6.4.7) أو التي يمكن اعتبارها كذلك (2.6.4.7) يجب إجراء تعريف للسالمونيل من أجل إثبات التبيان النهائي من التفاعل المصلي .

8 - زرع المراقبة

من أجل التحقق من قدرة الأوساط الاغتناء والتأكد من تحمل نمو السالمونيل، يجب استعمال سلالة مرجعية لسالمونيل حديثة العزل من أجل مراقبة أوساط الاغتناء (لاحظ 2.7)

يجب أن تتبع عمليات المراقبة، تلك الخاصة بالزرع و أجهزة التجريب، ليظهر لنا زرع المراقبة إيجابي.

9. تفسير النتائج

وفق نتائج التفسير، يصرح بوجود أو غياب السالمونيل في العينة المأخوذة للتجربة، مع تحديد الكتلة بالغرام أو الحجم بالميليلتر، من المنتج المجرب.

قرار مؤرخ في 13 ذي الحجة عام 1425 الموافق 23 يناير سنة 2005، يجعل منهج التحليل الميكروبيولوجي للزبدة إجباريا.

إن وزير التجارة ،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 04-138 المؤرخ في 6 ربيع الأول عام 1425 الموافق 26 أبريل سنة 2004 و المتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 و المتعلق بمراقبة الجودة و قمع الغش، المعدل و المتمم،

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

- و بمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 و المتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك و عرضه،

- و بمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 و المتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل و المتمم،

- و بمقتضى القرار المؤرخ في 21 شعبان 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 و المتعلق بالمواصفات التقنية للزبدة و كفاءات وضعها للاستهلاك،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير 1990، المعدل و المتمم و المذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج التحليل الميكروبيولوجي للزبدة إجباريا.

المادة 2 : من أجل التحليل الميكروبيولوجي للزبدة، فإن مخابر رقابة الجودة و قمع الغش و تلك المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال منهج التحليل الميكروبيولوجي المبين في الملحق.

كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر، في 13 ذي الحجة عام 1425 الموافق 23 يناير سنة 2005

نور الدين بوكروح

مخطط لطريقة العمل

العينة المأخوذة للتجربة 25 غ أو ملل

وسط مغذي مسبقا : ماء ببتوني مثبت أو ماء مقطر + محلول الأخضر اللامع 225 ملل

التحضين في 37°م لمدة 16-18 ساعة

الاغتناء في وسط
سائل اختياري

10 ملل من الزرع
أو 25 ملل من عينة التجريب
في حالة الحليب

وسط بربراعي التيونات
على مرحلتين من 18 إلى 24 ساعة
من التحضين في 37°م

العزل على أوساط انتقائية
داخل علب بيتري

أول وسط (هلام بالأحمر
الفينول والأخضر اللامع)
ثاني وسط
(هلام بسلفيت البسيمث)

التحضين في 37°م لمدة 20 - 24 ساعة
(40 - 48 ساعة إذا اقتضى الأمر)

5 مستعمرات مميزة (لكل علبة)

تزرع فوق هلام مغذي
التحضين في 37°م لمدة 18 - 24 ساعة

الإثبات البيوكيميائي

الإثبات المصلي

تفسير النتائج

الملحق

منهج للتحليل الميكروبيولوجي للزبدة

1- المعايير :

يجب أن تتم الرقابة على خمسة وحدات جاهزة التعبئة تنتمي لحصة من نفس الإنتاج .

يتكون الاقتطاع حسب الكتلة الموضبة داخل التغليف، مما يأتي :

- وزن الوحدة أقل من 1 كلغ : 5 وحدات جاهزة التعبئة سليمة يبلغ وزنها من 125 غ إلى 250 غ.

- وزن الوحدة أكبر من 1 كلغ : انطلاقا من 5 وحدات جاهزة التعبئة، تقتطع 5 قطع، وزن القطعة الواحدة يبلغ حوالي 200 غ. يتم الاقتطاع بواسطة أخذة الزبدة (sonde à beurre) أو الاقتطاع من الوحدات الجاهزة التعبئة بطهارة، قطعة من المنتج هرمية الشكل يبلغ وزنها من 300 غ إلى 400 غ .

يخص هذا العدد من الوحدات جاهزة التعبئة المراد فحصها الزبدة و الأجسام الدسمة ذات قاعدة مكونة من مادة دسمة من الزبدة .

بالنسبة للزبدة المركزة، تتم الرقابة على عينة تمثل الوحدة المصنعة ، ينجز الاقتطاع حسب الطرق المبينة .

تنقل الاقتطاعات و تحفظ إلى حين إجراء التحليل في درجة حرارة موجبة لا تتعدى +6°م.

2 - تحضير العينة للتجربة

1.2 - وحدة جاهزة التعبئة :

نزع ورق التغليف بعناية دون نزع الطبقة السطحية، تنقل 50 غ من المنتج في أنبوب الطرد المركزي معقم ومجهز بسداة لولبية .

2.2 الاقتطاع المنجز بواسطة أخذة الزبدة

ينقل بطهارة 50 غ من المنتج إلى أنبوب الطرد المركزي .

3.2 الاقتطاع على شكل كتلة هرمية

بواسطة سكين منظف بالكحول و ممر على اللهب، يتم نزع الطبقة السطحية على عمق 1 سم تقريبا و يدخل 50 غ من المنتج بطهارة، داخل أنبوب الطرد المركزي.

يحفظ داخل الثلاجة بين 0°م و +5°م إلى حين تحضير المرحلة السائلة .

3 - تحضير المرحلة السائلة، التخفيف الأولي

1.3 - الزبدة الطازجة و الزبدة المبسترة :

داخل أنبوب الطرد المركزي المحتوي على 50 غ من الزبدة، نضيف 42 ملل من محلول ذو تركيز 2% من فوسفات ثنائي البوتاسيوم، العامل الهيدروجيني (pH) $0,1 \pm 7,5$ معقم (4).

إجراء عملية الذوبان داخل حمام مائي لا يتعدى 45°م.

عند ذوبان الزبدة، إنجاز عملية الطرد المركزي بسرعة دورانية تبلغ 1000 - 2000 دورة/د لمدة دقيقة أو دقيقتين . نضع أنبوب الطرد المركزي على حامل .

تنزع المادة الدسمة عن طريق الامتصاص بواسطة ماصة قصيرة أو قمع من مادة اصطناعية معقم مثبت على حافة أنبوب مطاطي متصل بكرة ذات أنبوبين متصلين بقنينة فارغة (فخ) وهي بدورها متصلة بمضخة مائية .

تغير الماصة أو القمع بعد كل عينة . يجرى التحليل البكتيريولوجي في الحين .

2.3 جسم دسم ذو قاعدة من مادة دسمة مصنوعة من الزبدة :

طريقة تحضير التخفيف الأولي مماثلة لما جاء في (1.3) إلا أنه يتم حساب كمية المحلول ذي تركيز 2% من فوسفات ثنائي البوتاسيوم و العامل الهيدروجيني $0,1 \pm 7,5$ (pH) حسب كمية الدهون التي يحويها المنتج و على سبيل المثال:

- منتج يحتوي على كمية دهون تتراوح بين 38 غ % و 41 غ % ، استعمال 20 ملل من المخفف .

- منتج يحتوي على كمية من الدهون أكبر أو أقل من 38 غ % و 41 غ % . لكمية من المنتج تقدر بـ 50 غ ، استعمال حجم من المخفف يساوي نصف كمية الدهون الموجودة في 100 غ من المنتج .

3.3 الزبدة المركزة :

طريقة تحضير التخفيف الأولي مماثلة لتلك المبينة في (1.3) وإنما يستعمل كمخفف محلول تريبتون- ملح (الرجوع إلى 4) بمقدار 50 ملل .

بالاستناد إلى التركيبة النموذجية لكل منتج ، يقبل بصفة متفق عليها بأن 1 ملل من المرحلة السائلة، تخفيف أولي، يمثل 1 غ من المنتج .

1.5 - الأعضاء المجهرية الدقيقة الهوائية في**30م المسماة الملوثة :**

يطبق هذا الإحصاء على الزبدة المبسترة و يتعلق بالأعضاء المجهرية الدقيقة الناجمة من مختلف التلوثات التي يمكن أن تحدث خلال صنع الزبدة. يجب استبعاد جراثيم اللبن (الحليب) التي تم زرعها داخل القشدة وفق التكنولوجيا المستعملة من هذا الإحصاء .

1.1.5 - الوسط المستعمل :**التركيب :**

جليزات 7,5 غ
تريبتيكاز أو تريبتون 7,5 غ
كلورور الصوديوم 5 غ
هلام (خالية من هيدرات الكربون) 4 غ
ماء مقطر 1000 ملل.
يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث يكون بعد التعقيم يساوي $0,1 \pm 7,6$ في 25م.
يعقم في جهاز التعقيم في 121م لمدة 15 دقيقة .
يحفظ في الثلاجة لمدة شهر على الأكثر .

2.1.5 الزرع :

وضع بشكل مضاعف في علب بيتري 1ملل من التخفيف 10⁻¹، 1ملل من التخفيف 10⁻² مع احتمال إضافة 1ملل من التخفيف 10⁻³ صب من 12 إلى 15ملل من الوسط ثم يخلط الإينوكولوم جيدا مع الوسط .

يترك ليبرد و بعد التصلب يوضع للتحضين في 30م لمدة 48 ساعة ثم في 1 ± 20 م لمدة 48 ساعة.

3.1.5 قراءة العلب :

يحتفظ من أجل العد بالعلب التي تحتوي ما بين 10 و 300 مستعمرة . إحصاء كل المستعمرات مع تفادي حساب المستعمرات على شكل « قمة إبرة » و التي تمثل مستعمرة لبنية (حليب) .

إلا أنه، يمكن لبعض السلالات لأنواع اللبن (الحليب) أن تنمو بصفة منسجمة، لذلك يجب الانتباه إلى المظهر المرفولوجي المنتظم، مستعمرات عدسية أو دائرية وعليه فإنه ينصح بإجراء اختبار الكاPLAN الذي يجب أن يكون سلبيا بالنسبة لأنواع الحليب .

4.1.5 التعبير عن النتائج :

حساب عدد الأعضاء المجهرية الدقيقة الملوثة في ميليلتر من التخفيف الأولي، أي في غرام من الزبدة وفق طريقة الحساب الآتية :

4 -المخففات و تحضير التخفيفات العشرية**1.4 المخففات :**

يستعمل مخففان، ولأسباب عملية، يوزع محلول بتركيز 2% من فوسفات ثنائي البوتاسيوم والعامل الهيدروجيني (pH) $0,1 \pm 7,5$ ومحلول تربتون - ملح (أو محلول رينجر) بحيث يكون الحجم بعد التعقيم يساوي 50 ملل .

2.4 التخفيفات العشرية :

عند الاستعمال، يوزع محلول تريبتون - ملح (أو محلول رينجر) بمقدار 9 ملل في أنابيب معقمة ذات أبعاد 20 مم 200x مم.

يمزج التخفيف الأولي كما يجب عن طريق الامتصاص و الدفع 10مرات بواسطة ماصة معقمة تبلغ سعتها 1 ملل ثم يدخل 1ملل في أنبوب يحتوي على 9 ملل من محلول معقم من تريبتون ملح و ذلك من أجل الحصول على تخفيف 1/10.

يمزج جيدا لمدة 5 إلى 10 ثوان بواسطة جهاز الرج الدوراني خارج دائرة المركز.

و بنفس الطريقة يتم تحضير التخفيف إلى 1/100 والتخفيف إلى 1/1000.

5 - التعبير عن النتائج:

لكي تسمح التحاليل البكتيريولوجية بتقييم أمثل لنوعية النظافة في صناعة الزبدة النيئة، والزبدة المبسترة، والأجسام الدسمة ذات قاعدة من مادة دسمة مصنوعة من الزبدة و الزبدة المركزة ، يستوجب الامتثال إلى طريقة العمل هذه و ذلك لتفادي حدوث فروقات ذات طابع تقني .

- مدة الفحص البكتيريولوجي: يجب أن لا تتعدى الفترة الزمنية الفاصلة بين نهاية تحضير التخفيف الأولي ومزج التخفيفات مع وسط الزرع، مدة 15 دقيقة.

- درجة حرارة التحضين و تبريد الأوساط : يجب مراقبة كل الأجهزة المستعملة، المجفف والحمام المائي، بصفة دورية (مرتين في الشهر على الأقل)

- قراءة النتائج : حسب البيانات الواردة . إلا أنه عندما لا يمكن التعبير عن النتائج بشكل صحيح، يتعين إعادة التحليل بفحص مجموعة أوسع من التخفيفات . إذا وقع الفحص ما بعد أجال الاستهلاك (تاريخ نهاية أو الأمثل للاستهلاك)، ينبغي تدوين ذلك على كشف التحليل .

- نوعية أوساط الزرع : بصفة عامة ، يوصى باستعمال أوساط كاملة منزوعة الماء .

– الحالة التي لا يؤخذ فيها سوى بتعداد تخفيف واحد :

إجراء حساب المعدل الجبري .

– الحالة التي لا يؤخذ فيها سوى بتعداد تخفيفين متتاليين :

نطبق القاعدة الآتية :

Σ م

$(1ع + 0,1ع 2) ت$

حيث : Σ م : هو المجموع الكلي للمستعمرات المحسوبة .

ع : 1 عدد العلب المحسوبة في التخفيف الأول .

ع : 2 عدد العلب المحسوبة في التخفيف الثاني .

ت : عامل التخفيف الذي تم من خلاله الحصول على تعداد أولى .

الحد التحليلي المسموح به : 3 م أي 3×10^{-3} .

2.5 الأعضاء المجهرية الدقيقة الهوائية في 30°م:

يطبق هذا الإحصاء على الزبدة المركزة .

1.2.5 الوسط : استعمال الوسط المسمى بـ (بلات

كونت أغار) المضاف إليه الحليب .

2.2.5 الزرع : يوضع بشكل مضاعف في علب

بيتري 1 ملل من المرحلة السائلة التخفيف الأولى ومع احتمال إضافة 1 ملل من التخفيف 10⁻¹. يصب من 12 إلى 15 ملل من الوسط ثم يمزج الإينوكولوم جيدا مع الوسط. يترك ليبرد و بعد التصلب، يوضع للتحضين في 30°م لمدة 72 ساعة .

3.2.5 قراءة العلب :

يحتفظ من أجل العد بالعلب التي تحتوي على 10 إلى 300 مستعمرة. يتم إحصاء كل المستعمرات، باستعمال عدسة مكبرة 1,5 على الأكثر إذا اقتضى الأمر .

4.2.5 التعبير عن النتائج :

يحسب عدد الأعضاء المجهرية الدقيقة الهوائية لملييلتر واحد من التخفيف الأولى، أي في غرام من الزبدة المركزة حسب ما جاء في (4.1.5)

الحد التحليلي المسموح به : 3 م أي $1,5 \times 10^{-3}$.

3.5 بكتيريا الكوليفورم في 30°م:

1.3.5 الوسط :

وسط هلام بدي أوكسي كولات :

التركيب :

بروتيوز بيبتون 10 غ

لاكتوز 10 غ

دي أوكسي كولات الصوديوم 0,5 غ

كلورور الصوديوم 5 غ

سيترات الصوديوم 2 غ

أغار 15 غ

أحمر معتدل 0,03 غ

ماء مقطر 1000 ملل

يحضر الوسط مباشرة قبل الاستعمال ولا يعقم .

2.3.5 الزرع :

وضع بشكل مضاعف في علب بيتري 1 ملل من المرحلة السائلة التخفيف الأولى و مع احتمال إضافة 1 ملل من التخفيف 10⁻¹ . يصب الوسط بمقدار 15 ملل تقريبا يمزج الإينوكولوم جيدا مع الوسط. يترك ليبرد ثم تصب طبقة ثانية حجمها 4 إلى 5 ملل من الوسط غير المزروع . بعد التصلب ، توضع العلب للتحضين في 30°م لمدة 22 إلى 24 ساعة .

3.3.5 قراءة العلب :

يحتفظ من أجل العد بالعلب التي تحتوي على 150 مستعمرة على الأكثر و حساب المستعمرات الحمراء المميزة النموذجية التي يبلغ قطرها 0,5 مم على الأقل، عندما يكون القطر صعب التقدير، يعاد زرع المستعمرة داخل أنبوب به مرق لأكثوزي و به حمض الصفراء و الأخضر اللامع و يوضع في المجفف في 30°م لمدة 24 إلى 48 ساعة لملاحظة تخمر اللاكتوز .

4.3.5 قراءة النتائج :

يحسب عدد بكتيريا الكوليفورم في 1 ملل من التخفيف الأولى ، أي في غرام من المنتج وفق طريقة الحساب المبينة في (4.1.5) .

الحد التحليلي المسموح به : 3 م بالنسبة للزبدة المبسترة و الأجسام الدسمة ذات قاعدة من مادة دسمة مصنوعة من الزبدة أي 30 : غياب السماح بالنسبة للزبدة المركزة، مخطط ذو رتبتين .

4.5 ستافيلوكوكوس أوريوس :**1.4.5 الوسط :** هلام بيرد باركر، (E.T.G.P.A)

يصب الوسط الكامل بمقدار 15 إلى 20 ملل في علب بيتري قطرها 90 أو 100 مم على التوالي.

بعد التصليب، تجفف العلب مقلوبة، بأغطية مفتوحة قليلا في جهاز التجفيف مضبوط في 45°م و 55°م لمدة 30 دقيقة (أو في درجة محيطية لمدة ساعتين (2)).

بالنسبة لعلب بيتري قطرها 140 مم يصب 28 ملل من هلام بيرد باركر .

في حالة الشك في وجود بكتيريا بروتايوس، ينصح بإضافة محلول السالفاميزاتين .

سالفاميزاتين.....0,2 غ
محلول هيدروكسيد الصوديوم (0,1 مول). 10 ملل
ماء (كمية كافية لـ) 100 ملل
قبل توزيع و تعقيم هلام بيرد باركر، يضاف لكل لتر من الوسط 27,5 ملل من محلول سالفاميزاتين.

2.4.5 الزرع :

يوزع 1 ملل من المرحلة السائلة على سطح هلام بيرد باركر في علب بيتري قطرها 140 مم، أو ثلاثة علب بيتري قطرها 90 إلى 100 مم على شكل ثلاثة تجزئات متساوية إلى أقصى حد، ثم توزع على السطح بواسطة ناشر زجاجي معقم . يترك الوسط يتبلل لمدة 15 دقيقة في درجة حرارة محيطية. يحضن في 37°م لمدة 24 إلى 48 ساعة.

3.4.5 قراءة العلب و اختيار المستعمرات :

بعد 24 و 48 ساعة من التحضين، يؤشر عمق العلب، على المستعمرات المميزة و/ أو غير المميزة .

المستعمرات المميزة : مستعمرات سوداء، لماعة ومحدبة، محاطة بمنطقة شفافة يمكن أن تكون شبه شفافة . بعد 24 ساعة، يمكن أن يظهر في هذه المنطقة الشفافة حلقة عاتمة ملامسة مباشرة للمستعمرات .

المستعمرات غير المميزة : مستعمرات سوداء ولماعة محدبة، أو رمادية مسودة، تتصف أحيانا بمظهر شاحب ونسيج جاف، لا تحيط بها منطقة شفافة (ما عدا بعض المستعمرات الرمادية المسودة).

يحتفظ من أجل العد، بالعلب التي تحتوي على 150 مستعمرة على الأكثر، المميزة و/ أو غير المميزة .

يتم إحصاء المستعمرات بحسب مظهرها .

من أجل إجراء اختبار الكواقل (مع احتمال إجراء اختبار الترمونكلواز) يقطع عدد من المستعمرات المميزة و/ أو غير المميزة يساوي الجذر التربيعي للعدد الإجمالي للمستعمرات الموجودة في علب أو ثلاث علب بيتري و يؤخذ بعين الاعتبار عددها على التوالي .

عندما يتم توزيع الحجم في علب بيتري قطرها 140 مم، يجب فحص 5 مستعمرات على الأقل و إذا كان العدد أقل من خمسة فإنه يتم اقتطاعها كلها، في حالة توزيع الحجم على ثلاثة تجزئات، 10 مستعمرات على الأقل يتم فحصها، وعندما يكون العدد أقل، تقطع كل المستعمرات .

4.4.5 التعبير عن النتائج :

يتم حساب عدد ستافيلوكوكوس أوريوس في مليلتر من التخفيف الأولي، أي في غرام من المنتج مع ترجمة النتائج المتحصل عليها كما يأتي:

تعتبر النتائج المشكوك فيها بالنسبة لاختبار الكوقولاس موجبة، إذا كان اختبار الترمونكلوايز موجب.

إذا كان 80% على الأقل من المستعمرات المفحوصة ذات كواقل إيجابي، يعتبر العدد المفترض الحصول عليه من خلال العد، ممثلا لعدد ستافيلوكوكوس أوريوس.

و إلا يعبر عن النتيجة الإجمالية بأخذ بعين الاعتبار نسب المستعمرات المميزة و غير المميزة، التي هي كواقل أو الترمونكلوايز موجب .

إذا تم فحص عدة تخفيفات، تطبق طريقة الحساب الموضحة في (4.1.5.)

الحد التحليلي المسموح به :

– 3 م بالنسبة للزبدة النيئة، الزبدة المبسترة والأجسام الدسمة ذات قاعدة من مادة دسمة مصنوعة من الزبدة .

– لا يوجد الحد المسموح به بالنسبة للزبدة المركزة، مخطط ذو رتبتين .

5.5 البحث عن السالمونيلا :**1.5.5 الاغتناء الأولي :**

مرق لاكتوزي بالأرجوان بروموكريزول :

يوزع المرق بمقدار 1125 ملل في أوعية سعتها 2 لتر وفتحة واسعة .

يعقم في جهاز التعقيم في 121°م لمدة 15 دقيقة .

- الاغتناء :

يستعمل وسط يوزع بمقدار 100 ملل في أوعية ذات سعة مناسبة، يتم تحضيره مباشرة قبل الاستعمال.

- مرق بالرباعي ثيونات الصوديوم (مولي وكوفمان) و مزود إذا اقتضى الأمر، بالنفوبوسين ذات تركيز نهائي 40 ميكروغرام / ملل من الوسط. لا يعقم الوسط.

- العزل :

يوصى باستعمال الهلامات الانتقائية الآتية :

- هلام بالأخضر اللامع و أحمر الفينول (إيدال وكومبل ماکر) .

- هلام بسلفيت البيسميت (ويلسن بلار) .

- هلام (كزيلوليزين دي كربوكسيلاز) (XLD) تستعمل الأوساط التي يسمح بغليانها.

- هلام هيكتوان .

لتفادي حدوث تفاعلات غير ملائمة لنمو السالمونيلا من طرف بعض الهلامات الانتقائية، يوصى بمايتي:

يجب استعمال الهلامات الانتقائية بعد 24 ساعة أو في اليوم الذي يلي تحضيرها على الأكثر.

- يجب تفادي تعقيم الأوساط.

- يجب تجفيف العلب المحضرة من الأفضل في درجة حرارة محيطية، مثلا، حوالي ساعتين (2) في 25°م يحتفظ بالأوساط في الظلام في نفس درجة الحرارة أو داخل ثلاجة .

2.5.5 الاغتناء الأولي (اليوم أ) :

للتخفيف من حجم العمل، يقتطع من كل أنبوب من الأنابيب الخمس لجهاز الطرد المركزي المحتوية على المرحلة السائلة، 25 ملل منها و تجمع داخل وعاء تبلغ سعته 2 لتر يحتوي على 1125 ملل من مرق لاكتوز بالأرجواني بروموكريزول .

- يمزج جيدا ، يترك ساعة واحدة في درجة حرارة محيطية.

- يحضن في 37°م لمدة 22 ± 2 ساعة .

تتم القراءة بعد مرور 18 إلى 20 ساعة، إذا كان النمو غير كاف، يعاد تحضينه من جديد لمدة 20 إلى 24 ساعة.

3.5.5 تقنيات الاغتناء و العزل :

العمل وفق المخطط الآتي:

اليوم أ + 24 ساعة

الاغتناء

بزرع 10 ملل من المزرعة المغتنية أوليا

في

100 ملل من الوسط رباعي

تيترا ثيونات الصوديوم

المحضن في حمام مائي

في 43°م لمدة 24 و 48 ساعة

اليوم أ + 48 ساعة العزل

بواسطة سلك حلقي على هلامين منتقيين :

1 - هلام بالأخضر اللامع و أحمر الفينول أو هلام بسلفيت البيسميت.

2 - هلام (XLD) (كزيلوليزين دي كربوكسيلاز) أو هلام هيكتوان .

اليوم أ + 72 ساعة

إعادة عمليات العزل كما هو موضح في اليوم أ + 48 ساعة .

تحضن الهلامات الانتقائية في 37°م.

إجراء قراءة أولية بعد 18 إلى 20 ساعة، إذا كان النمو غير كاف، يعاد التحضين من جديد لمدة 20 إلى 24 ساعة .

4.5.5 اختيار المستعمرات و التأكيد :

الاستناد على البيانات المبينة في الطريقة المتعلقة بالبحث عن السالمونيلا .

5.5.5 البحث المصلي :

يتم إخضاع السلالات التي تستجيب إلى الخصائص البيوكيميائية للسالمونيلا، أو مشكوك كونها السالمونيلا، إلى التحقق عن طريق الاختبارات المصلية .

6.5.5 التعبير عن النتائج :

عندما تكون العينة المركبة عديمة السالمونيلا، فإن المنتج مطابق للمواصفات المطلوبة.

إذا كانت العينة المركبة تحتوي على السالمونيلا، فإنه ينصح بإعادة فحص الخمس وحدات كل واحدة على حدى.

بالنسبة للسالمونيلا، يطبق مخطط ذو رتبتين دون وجود الحد المسموح به في التحليل.

الملحق**منهج اقتطاع العينات و التحليل البكتيريولوجي
للمثلجات والقشدة المثلجة****1 - اقتطاع المثلجات والقشدة المثلجة****أ - الأدوات المستعملة**

1 - قارورات زجاجية سعتها 350 ملل، عريضة الفتحة محاطة بالسلكات من نوع (بيراكس) مسدودة بواسطة غطاء معدني ملولب، يحتوي على غطاء وسطي الذي يتم استبداله بعد كل تعقيم. تحتوي هذه القارورات على كريات زجاجية من نوع بيراكس. تحضر و تعقم بالمخبر.

2 - خزانة الجليد**3 - أدوات الاقتطاع**

ملاعق معدنية معقمة ذات قبضة طويلة، أنابيب معدنية معقمة من نوع مسبار خاصة بالجبن المثقوب يشكل مكبس يتوغل داخل الأنبوب .

4 - مصباح من البوتان (من نوع مصباح التلحيم)

5 - ثلج كربوني أو خليط من الجليد مكس والملح

هذا الخليط من الجليد المكس والملح يعبأ في أكياس بلاستيكية مغلقة بإحكام .

ب . تقنيات الاقتطاع

1 - كمية المنتج المراد اقتطاعها : حوالي 100 غرام .

2 - تقنيات الاقتطاع

يجب أن تنجز عملية اقتطاع المثلجات و القشدة المثلجة بأخذ كل احتياطات النظافة اللازمة خاصة فيما يتعلق بفتح و غلق القارورات .

أ) المثلجات والقشدة المثلجة الموضبة**- الموجودة داخل رزم من الورق**

يمدد الورق و تسرب المثلجات داخل القارورة دون اللمس باليد. إذا تعلق الأمر بمثلجات من نوع مصاصة، تقطع العصية بصفة نظيفة إلى حافة المثلجات .

قرار مؤرخ في 13 ذي الحجة عام 1425 الموافق 23 يناير سنة 2005، يجعل منهج اقتطاع العينات والتحليل البكتيريولوجي للمثلجات و القشدة المثلجة إجباريا.

إن وزير التجارة ،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 04-138 المؤرخ في 6 ربيع الأول عام 1425 الموافق 26 أبريل سنة 2004 و المتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 و المتعلق بمراقبة الجودة و قمع الغش، المعدل و المتمم،

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

- و بمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 و المتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك و عرضه،

- و بمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 و المتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل و المتمم،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل و المتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج اقتطاع العينات و التحليل البكتيريولوجي للمثلجات و القشدة المثلجة إجباريا.

المادة 2 : من أجل اقتطاع العينات و التحليل البكتيريولوجي للمثلجات و القشدة المثلجة ، فإن مخابر مراقبة الجودة و قمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال منهج التحليل الميكروبيولوجي المبين في الملحق.

كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر، في 13 ذي الحجة عام 1425 الموافق 23 يناير سنة 2005.

نور الدين بوكروح

- الموجودة داخل رزم من الورق المقوى (الكارطون)

توضع في المساء، قارورات الاقترطاع داخل خزانة الجليد مع أكياس محتواة على جليد للتبريد . عند الاقترطاع ، يتم إخراج القشدة المثلجة بصفة نظيفة من رزم ورق المقوى ووضعها مباشرة داخل قارورات . تعوض الأكياس بالجليد الكربوني أو بأكياس أخرى محتواة على خليط جليد+ ملح.

ب) المثلجات والقشدة المثلجة المقدمة من طرف البائع بالملقعة

- تستعمل أجهزة البائع دون تمريرها على اللهب.
ج) المثلجات و القشدة المثلجة المباعة بنصف لتر أو لتر واحد.

نستعمل ملقعة حديدية مشتعلة.

د) المثلجات و القشدة المثلجة المباعة عن طريق جهاز التوزيع.

- تؤخذ العينة مباشرة من فوهة الجهاز .

و) المثلجات والقشدة المثلجة المجمدة

- يستعمل أنبوب معدني مكونا مجرافا والذي يتم إخضاعه إلى إلهاب جد خفيف أثناء الاقترطاع (لا يتعدى 50°م). بواسطة مصبار مكونا لمكبس يدفع بالمثلجات لوضعها داخل القارورة.

- تؤخذ جميع احتياطات العمل في المجال البكتيريولوجي بالنسبة لفتح و غلق قارورات الاقترطاع خاصة في فتح القارورة في آخر المطاف.

تمرير اللهب على ثقب القارورة و الجهة السفلى من الغطاء قبل إدخال المقطع بقليل و كذلك عند غلق القارورة .

II - التحليل البكتيريولوجي للمثلجات والقشدة المثلجة

1 - تحضير العينات

أ) الإجراء الأول

توضع القارورات المستخرجة من الجليد الكربوني أو من الثلج داخل المجفف أوفي الحمام المائي في 37°م لمدة ساعة واحدة على الأكثر. يتعين عدم تجاوز هذه المدة و إلا وصلنا إلى بداية مرحلة اللوغاريتمية للنمو . في المجال العملي يتم مراقبة هذا التسخين في 37°م و إيقافه في أقرب أجال ممكنة .

إذا تم تحضير المثلجات في الجليد الكربوني، يتعين على أعوان المخبر أن يتخلصوا من هذا الجليد الكربوني مباشرة خارج المخبر .

تجرى التخفيفات عند 1/100.000 بواسطة محلول تريبتون- الملح.

و لكن انطلاقا من التخفيف 1/100، ننجز تخفيفا عند 1/ 200 و كذلك تخفيف عند 1/1000.

ب) الإجراء الثاني

توضع المثلجات داخل الثلجة في 4°م / 6°م إلى غاية مرحلة الذوبان.

تعتبر هذه الطريقة أفضل من الإنجاز الأول بالنسبة للعينات الصغرى (100 إلى 200 غ) ، لأن الذوبان سريع و لا يلائم تضاعف البكتيريا التي تعيش في الأوساط الباردة (بسيكروتروف).

- بعد ذوبانها، تتجانس المثلجات بواسطة رج حراري داخل قارورة الاقترطاع لمدة دقيقتين إلى 3 دقائق حتى و لو تعلق الأمر بمثلجات بالفواكه واللوز.

- بالنسبة للمثلجات و القشدة المثلجة المغلفة بالشكولاتة، تنزع الشكولاتة بالملقاط أو بسكينة معقمة و لا نختبر إلا الثلج.

- بالنسبة للمثلجات والقشدة المثلجة الفائضة، تخرب الرغوة منزوعة الهواء وفق التقنية المذكورة أدناه :

وصف الجهاز : قارورة بها سداد مخرق بثقبين وإحدى الثقبين مجهز بماصة باستور .الثقب الخارجي للماصة مسدود بمثبت من القطن .و بالثقب الآخر، أنبوب من الزجاج ثقبه الخارجي مقفل بمثبت من القطن و ملحق بالفراغ .

يستعمل الأنبوب أين يتم وضع الإصبع، لتخفيض أو رفع الفراغ (الهواء) لمنع تسرب القشدة المثلجة داخل الأنبوب الموصل بأنبوب خرطومي أو بمضخة الفراغ .

- طريقة الاستعمال : تسد ماصة باستور بالإصبع. إنجاز الفراغ . و من حين لآخر، يترك الهواء يمر . ترج القارورة في آن واحد. لا يتم نزع كل الرغوة و إنما يتم إنقاصها .

2 - تقنية الفحص البكتيريولوجي

أ) تحضير التخفيفات

القيام بتخفيفات إلى غاية 1/100.000 بمحلول تريبتون- ملح .

يسكب الوسط المذوب مبدئيا و المرجع إلى 45°م 50°م داخل علب بيتري . لا يمكن الانتظار أكثر من 5 دقائق لزرع الوسط . يخلط ثم يترك ليتصلب على سطح بارد و أفقي تام .

عندما يصبح التحضير صلبا، تسكب على سطحه طبقة رقيقة من الهلام الأبيض (سمكه 2 مم تقريبا) المذوب مبدئيا و المرجع إلى 45°م . يترك ليتجمد قبل وضعه داخل المجفف .

صيغة الهلام الأبيض

الهلام 20 غ

ماء مقطر 1000 ملل

العامل الهيدروجيني (pH) : 7.

يوزع الوسط داخل أنابيب و يعقم في جهاز التعقيم في 120°م لمدة 20 دقيقة .

3 - إحصاء بكتيريات الكوليفورم والتعرف على إيشريشيا كولي

مرق اللاكتوز - الصفراء و الأخضر اللامع

صيغة الوسط

باكتو بيببتون 10 غ

لاكتوز 10 غ

ماء مقطر 786 ملل

صفراء البقرة طازجة أو محلول به 10% من

الصفراء منزوعة الماء 200 ملل

العامل الهيدروجيني (pH) : 7, 2.

يضاف عندئذ، 13,3 ملل من محلول مائي عند 1/ 1000 من الأخضر اللامع . يوزع في أنابيب مجهزة بأجراس (10 ملل لكل أنبوب لـ 160 x 16 مم). يعقم في 120°م لمدة 20 دقيقة.

يزرع على مرتين

1 ملل من التخفيف عند 1/10

1 ملل من التخفيف عند 1/100

1 ملل من التخفيف عند 1/200

1 ملل من التخفيف عند 1/1000

توضع الأوساط المزروعة داخل جهاز التجفيف في 30°م لمدة 48 ساعة . تعتبر الأنابيب التي تحتوي أوساطها على غازات، محتوية على بكتيريا الكوليفورم . يتم التعرف على إيشريشيا كولي بإجراء اختبار ماك كنزي .

لكن انطلاقا من التخفيف 1/ 100 ، نجري التخفيف 1 / 200 و كذا تخفيف 1/1000.

يستعمل التخفيف 1/ 200 لإحصاء 200 بكتيريا الكوليفورم في 1 ملل .

الصفة

تريببتون 1 غ

كلورور الصوديوم 8 غ

ماء مقطر 1000 ملل

العامل الهيدروجيني (pH) : 7, 2 - 7.

يوزع الوسط في أنابيب أو قارورات . و يعقم في 120°م لمدة 20 دقيقة. التحقق من تعقم الوسط قبل استعماله.

يرج كل تخفيف إما يدويا 30 مرة على الأقل، أو من الأفضل بواسطة رجاج ميكانيكي لمدة دقيقتين على الأقل و ذلك قبل المرور إلى التخفيف الموالي. ينجز كل تخفيف بواسطة ماصة مدرجة معقمة .

ب) الأبحاث التي ستنجز

في وسط صلب من تريببتون ، مستخلص الخميرة و أغار لمدة 72 ± 2 ساعة.

صيغة تريببتون، مستخلص الخميرة و أغار

تريببتون 6 غ

مستخلص خميرة 3 غ

مسحوق أغار 15 غ

ماء مقطر 1000 ملل

العامل الهيدروجيني (pH) : 7

يوزع الوسط في أنابيب قدرها 20 x 200 مم بمقدار 20 ملل في كل أنبوب . يعقم في جهاز التعقيم في 115°م لمدة 20 دقيقة .

يزرع

1 ملل من التخفيف عند 1/1000

1 ملل من التخفيف عند 1/10.000

1 ملل من التخفيف عند 1/100.000

0,1 ملل من التخفيف عند 1/100.000.

من أجل تسهيل الإحصاء و تفادي نمو بعض المستعمرات المحتلة في الوسط، تستعمل التقنية المعروفة بـ (تقنية مضاعفة الطبقة) : تزرع 1 ملل من المادة أو من مختلف التخفيفات في علب بيتري .

اختبار ماك كنزي

لكل أنبوب لمرق اللاكتوز- الصفراء و الأخضر
اللامع يحتوي على الغاز في 30°م، نستعمل :

- أنبوب مرق اللاكتوز- الصفراء و الأخضر
اللامع (نفس الصيغة المذكورة أعلاه).

- أنبوب به ماء ببتوني بسيط و الطريقة تكون
كما يلي :

ببتون..... 10 غ

كلورور الصوديوم..... 5 غ

ماء مقطر..... 1000 ملل

(pH) : 2, 7.

- يعقم في جهاز التعقيم في 121م لمدة 20
دقيقة.

- بواسطة سلك الزرع تؤخذ قطرة من كل أنبوب
به مرق اللاكتوز- الصفراء و الأخضر اللامع و الغاز
وتزرع في أنبوب به مرق اللاكتوز- الصفراء
والأخضر اللامع وهذا بعد الخلط بعناية .

بواسطة سلك الزرع، تؤخذ قطرة أخرى من نفس
الأنبوب المحتوي على مرق اللاكتوز- الصفراء
والأخضر اللامع و الغاز و تزرع في أنبوب به ماء
بيبتوني بسيط، بعد الخلط بعناية.

يوضع الأنبوبان داخل حمام مائي في 44±0,5 م
لمدة 48 ساعة . للتأكد من وجود إيشيريشيا كولي،
يجب أن يكون أنبوب المرق اللاكتوز- الصفراء
والأخضر اللامع الموضوع في الحمام المائي في 44°م
يحتوي على الغاز و أن البحث عن الأندول يكون موجب
في أنبوب الماء البيبتوني البسيط في 44°م. يتم
البحث عن الأندول بواسطة حمض النتريك النيتري
بوجود كحول الأميلي . يكشف عن الأندول بعد 24 ساعة
و 48 ساعة .

4 - البحث وإحصاء الستافيلوكوك الممرضة

التقنية الأولى : على وسط شابمان مانيتي

صيغة الوسط

باكتو بيبتون..... 2 غ

مستخلص اللحم..... 1 غ

بروتيوز بيبتون..... 9 غ

كلورور الصوديوم..... 75 غ

مانيتول..... 10 غ

باكتو أغار..... 15 غ

أحمر الفينول..... 0,025 غ

ماء مقطر..... 1000 ملل

العامل الهيدروجيني (pH) النهائي : 7,4-7,5

يوزع الوسط داخل أنابيب ذات أبعاد 22 x 200 مم
بمقدار 25 ملل لكل أنبوب. يعقم في جهاز التعقيم
في 120°م لمدة 20 دقيقة . يسكب الوسط داخل علب
بيتري عند الاستعمال. يترك ليتجمد .
يجفف داخل المجفف في 37°م.

يزرع فوق علبتين مختلفتين :

0,1 ملل من منتج غير مخفف .

0,1 ملل من التخفيف عند 1/10

يوزع على سطح الوسط بشكل منتظم، يجفف
في جهاز التجفيف في 37°م. تفحص العلب بعد 24
و 48 ساعة.

نحتفظ بالمستعمرات البيضاء أو الصفراء
المحاطة بحلقة صفراء (مانيتول +).

يتم التعرف على مستعمرات ستافيلوكوك
الممرضة بواسطة اختبار الكواقولاس الحر و كذا
اختبار الفوسفاتاز مكمل بالبحث عن الهواء اللاهواء.
فعلا، يمكن أن نتحصل على :

كواقولاس + ستافيلوكوك ممرض

فوسفاتاز +

كواقولاس + ستافيلوكوك ممرض (6% من
الحالات)

فوسفاتاز -

كواقولاس - ستافيلوكوك ممرض (4% من
الحالات)

فوسفاتاز + أو ميكروكوكيس.

في هذه الحالة الأخيرة، يجب إكمال البحث
بالتعرف عن هوائية لا هوائية، لأن بعض
الميكروكوكيس تحتوي على الفوسفاتاز إلا أنها هوائية
إجبارية بينما الستافيلوكوك هي هوائية لاهوائية.

(أ) إظهار الكواقولاس الحر

تؤخذ بعض المستعمرات المشتبه فيها و تزرع
كل واحدة منها داخل أنبوب مرق مخالف ثم يجفف في
جهاز التجفيف في 37°م. لمدة 24 ساعة .

انطلاقا من هذا الزرع من المرق :

يتم البحث عن الكواقولاس مع ترك أنبوب
كشاهد .

تجرى المراقبة كل ساعة. في حالة عدم إيجابية
الكواقولاس بعد 24 ساعة ، يجري فحص من جديد على
مستعمرات أخرى.

إذا كان الكواقولاس سالبا : يجري البحث عن
الهوائية و اللاهوائية.

البحث عن الفوسفاتاز**البحث عن الهوائية و اللا هوائية :**

يقتطع من الزرع المرقى عينة عالقة بواسطة ماصة باستور مغلقة و يزرع على مرتفع أنبوب به وسط من لحم - خميرة المذوب مبدئيا و المنعش والمرجع إلى 48°م - 50°م.

يوضع في جهاز التجفيف في 37°م لمدة 24 ساعة وذلك بعد التبريد .

صيغة الوسط لحم - خميرة : وسط لمستخلص اللحم والخميرة

بيبتون تربسيك..... 10 غ

كلورور الصوديوم..... 5 غ

مستخلص اللحم..... 4 غ

مستخلص الخميرة..... 5 غ

كلوريدات السيستين..... 0,30 غ

غلوكون..... 2 غ

مسحوق أغار..... 6 غ

ماء مقطر 1000 ملل

يغلى الوسط إلى غاية الذوبان .

يعد العامل الهيدروجيني (pH) إلى 7,2- 7,4 بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم عند 1/10 . يغلى الوسط.

يرشح و يوزع داخل أنابيب أبعادها 8 أو 180 x 9 مم، على ارتفاع 8 سم . تعقيم في 115°م. على الأكثر لمدة 30 دقيقة .

(ب) إظهار الفوسفاتاز

ينجز زرع على هلام مائل انطلاقا من زرع من مرق و تنشر على سطح الهلام. توضع في جهاز التجفيف في 37°م. لمدة 24 ساعة.

(1) بواسطة الزرع المتحصل عليه.

ننجز مستحضر جرثومي و ذلك بإضافة 20 قطرة من ماء مملح داخل أنبوب خاص بالانحلال . تنقل المستعمرات المتحصل عليها من الهلام إلى الماء الفيزيولوجي إلى غاية الحصول على مستحلب كثيف.

في أنبوب آخر انحلاي يحتوي على 0,25 ملل من محلول برانيتروفينيل فوسفات ثنائي الصوديوم، يضاف 0,25 ملل من محلول أسيتات الصوديوم . يخلط محتوى الأنبوبان و يحضنان في 37°م لمدة 20 دقيقة. إذا تحصلنا على لون اصفر واضح : وجود الفوسفاتاز

ينجز بالموازاة شاهد لا يحتوي على محلول من ستافيلوكوك .

(محلول بارانتروفينيل فوسفات ثنائي الصوديوم تركيز 4 % في الماء المقطر).

(محلول أسيتات الصوديوم بتركيز 2,025 غ في 250 ملل من الماء المقطر).

يمكن لبعض الستافيلوكوك الممرضة أن تفقد الكواقولاس، لكن إذا كان بحوزتنا فوسفاتاز + وبكتيريا هوائية لا هوائية نستنتج أنها ستافلوكوك ممرضة.

(2) تقنية أخرى لإظهار الفوسفاتاز.

التقنية الأولى : يوضع 0,50 ملل من ماء مقطر في أنبوب إنحلاي، يرش بواسطة رجاج من الزجاج قرص من ركيزة OC - نافيتيل فوسفات حمض الصوديوم .

ينجز في هذا المحلول، معلق من خلال الزرع المتحصل عليه فوق الهلام .

يحضن في 37°م لمدة 30 دقيقة.

إدخال في الأنبوب قرص من أورثو ديامين بيس أزوتي المرش مسبقا.

بوجود الفوسفاتاز، نتحصل على تلوين أحمر عاتم منتج من طرف OC - نافيتول المحررة.

في حالة التفاعل السلبي، يبقى اللون الأصفر الأولي سائدا.

للتعرف على الخاصية الممرضة، يجب أن تتم على عدد كاف من المستعمرات : 5 مستعمرات و أكثر، إذا كان هناك 50 مستعمرة مشتبه فيها على العلبة، 10 مستعمرات و أكثر إذا كان هناك أكثر من 50 مستعمرة مشتبه فيها على العلبة.

التقنية الثانية : للبحث عن بكتيريا الستافيلوكوك الممرضة وإحصاءها.

استعمال وسط بيرد باركر به السلفاميزاتين.

صيغة الوسط**(أ) الوسط الأساسي**

تريبتون..... 10 غ

مستخلص لحم البقرة..... 5 غ

مستخلص الخميرة..... 1 غ

كلورور الليثيوم..... 5 غ

أغار..... 20 غ

محلول السلفاميزاتين 0,2 %..... 25 ملل

ماء مقطر 1000 ملل

تحضير محلول السلفاميزاتين

يذوب 0,5 غ من السلفاميزاتين في 25 ملل من هيدروكسيد الصوديوم ن/10 و يكمل إلى 250 ملل بالماء المقطر.

يمكن إضافة هذا المحلول إلى الوسط قبل أو بعد التعقيم.

يعقم الوسط الأساسي لمدة 20 دقيقة في 120°م .

يعدل العامل الهيدروجيني pH النهائي إلى 7,2.

يوزع الوسط داخل أنابيب 20 x 200 مم بمقدار 20 ملل.

عند الاستعمال، يذوب الوسط الأساسي في حمام مائي يغلي ثم يبرد إلى 45°م - 48°م.

تضاف بعدها المحاليل التالية مرشحة و ساخنة في 20 ملل من الوسط الأساسي.

(ب) غليسين بتركيز 20% 1,2 ملل

(ج) ثلوريت البوتاسيوم بتركيز 1% 0,2 ملل

(د) بيروفات الصوديوم بتركيز 20% 1 ملل

(و) مستحلب أصفر البيض 1 ملل

تحضر المحاليل ب و ج و د في ماء مقطر ثم تعقم بتمريرها على راشح ساتز Seitz أو بواسطة شمعة شامبرلاند ل3 .

- مستحلب لصفار البيض .

- يذوب 5 ملل من صفار البيض معقم و مقتطع بصفة نظيفة في 95 ملل من ماء مالح معقم .

- التحقق من تعقم الوسط بواسطة مرق غذائي عادي ومحضن في 30°م لمدة ثلاثة أيام على الأقل .

يسكب الوسط الكامل المتحصل عليه في علب بيتري .

عندما يبرد الوسط و يجفف يزرع مع :

0,1 ملل من المنتج غير المخفف .

0,1 ملل من التخفيف عند 1/10 .

تحضن العلب المزروعة في 37°م و تفحص بعد 24 و 48 ساعة .

تكون مستعمرات الستافيلوكوك الممرضة سوداء ومحاطة بمنطقة فاتحة لصفار البيض.

يعتبر هذا المظهر خاص و مميز .

يعطى البرتيوس هوساري مستعمرات مماثلة ولكن السلفاميزاتين تعيق نموها .

يحتفظ بالوسط الكامل لمدة 24 ساعة فقط.

التحقق من الخاصية الممرضة للستافيلوكوك
بالبحث عن الفوسفاتان

يستعمل الكاشف نيتروفيينيل فوسفات ثنائي الصوديوم بمعدل 20 غ/ملل في محلول مثبت pH تريس 8 :

المحلول المثبت تريس : ثلاثي فوسفات الصوديوم نقي : 121 غ/ل.

يسكب الكاشف على سطح وسط بيرد باركر الذي نمت عليه المستعمرات المميزة.

يحضن لمدة 30 دقيقة في 30°م

تعطي الستافيلوكوك الممرضة ، فوسفاتان+، اللون الأصفر الموجود داخل المنطقة الفاتحة حول المستعمرة.

نتفادى بالتالي البحث عن الكواقولات.

5 . البحث عن السالمونيلا

يجرى البحث على 25 ملل من المنتج .

(أ) الاغتناء المسبق للوسط

تضاف 25 ملل من المنتج في 75 ملل من مرق عادي (مضاعف التركيز) .

صيغة المرق العادي (مضاعف التركيز)

مستخلص لحم البقرة 2 غ

بروتيوز بيتون 20 غ

كلورور الصوديوم 10 غ

ماء مقطر 1000 ملل

يوزع الوسط المضاعف التركيز في قارورات سعتها 150 ملل بمقدار 75 ملل .

يعقم في 120°م لمدة 20 دقيقة. العامل الهيدروجيني pH 7,2.

يوضع 25 ملل من المثلجات أو القشدة المثلجة، في قارورة تحتوي على 75 ملل من المرق العادي . يحضن في 37°م لمدة 18 إلى 24 ساعة.

يجب أن يستعمل الاغتناء المسبق للوسط في المرق العادي لكل المنتججات الخاضعة للتجمد المعقم .

(ب) إغتناء الوسط

يلقح 1ملل من محتوى هذه القارورة في أنبوب به وسط سيلينيت زائد سيستين .
يحضن في 37°م أو من الأحسن في 40°م لمدة 24 ساعة.

صيغة وسط السيلينيت زائد السيستين

تريبتون..... 5 غ
لاكتوز..... 4 غ
فوسفات ثنائي الصوديوم 10 غ
سيلينيت حمض الصوديوم..... 4 غ
سيستين..... 0,01 غ
ماء مقطر..... 1000 ملل
العامل الهيدروجيني (pH) النهائي 7.
لا يعقم . يوزع في أنابيب 20 X 200 مم بمقدار 20 ملل لكل أنبوب.
يسخن في بخار متدفق لمدة 30 دقيقة ، يحفظ في الثلاجة.

(ج) العزل

يتم العزل على هلام من ديزوكسيكولات السترات، لاکتوز، تركيبة ليفسون، معدلة من طرف هينس.
- يحضن في المجفف في 37°م لمدة 24 إلى 48 ساعة.
بعد أن يتم عزل المستعمرات المشتبه فيها بصفة تامة ، تزرع في وسط كليقلر.
- يتم بعدها التعرف على وجود السالمونيلا.

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 صفر عام 1414 الموافق 18 غشت سنة 1993 والمتعلق بمواصفات بعض أنواع الحليب المعد للاستهلاك وعرضه،
- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل و المتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج البحث عن ليستيريا مونوسيتوجيناس في الحليب و منتجات الحليب إجباريا.

المادة 2 : من أجل البحث عن ليستيريا مونوسيتوجيناس في الحليب و منتجات الحليب، فإن مخابر رقابة الجودة و قمع الغش وتلك المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال منهج التحليل الميكروبيولوجي المبين في الملحق.

كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر في 21 شعبان عام 1426 الموافق 25 سبتمبر سنة 2005.

الهاشمي جعوب

الملحق

منهج البحث عن ليستيريا مونوسيتوجيناس في الحليب و منتجات الحليب

1. التعاريف :

تطبق التعاريف التالية، لمقتضيات هذه الطريقة.

1.1 ليستيريا : (spp) :

هي أعضاء مجهرية دقيقة تشكل مستعمرات نموذجية فوق وسط انتقائي صلب ولها خواص مرفولوجية، فيزيولوجية و بيوكيميائية مبينة عند إجراء التجارب وفق هذا المنهج.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 21 شعبان عام 1426 الموافق 25 سبتمبر سنة 2005، يجعل منهج البحث عن ليستيريا مونوسيتوجيناس في الحليب ومنتجات الحليب إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 05-161 المؤرخ في 22 ربيع الأول عام 1426 الموافق أول مايو سنة 2005 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة الجودة و قمع 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،

2.1 ليستيريا مونوسيتوجيناس :

هي نوع من ليستيريا الممرضة التي يمكن تمييزها عن الأنواع الأخرى كونها تتميز بخصائص بيوكيميائية خاصة..

3.1 البحث عن ليستيريا مونوسيتوجيناس :

يتم تحديد وجود أو غياب هذه الأعضاء الجهرية الدقيقة في كتلة أو حجم معين، عند إجراء التجارب وفقا لهذا المنهج.

2. المبدأ :

على العموم، يتطلب البحث عن ليستيريا مونوسيتوجيناس، أربع مراحل متتالية على الأقل مثلما هو مبين في (1.2) إلى (4.2) و كما هو موضح أيضا في مخطط طريقة العمل التالي:

شكل 1 : مخطط ممثل لطريقة العمل

الاغتناء الأولي (25 غ أو 25 ملل في 225 ملل من وسط فرازر عند النصف) التحضين في 30°م لمدة 18 إلى 24 ساعة

زرع ثانوي ، 0,1 ملل من وسط فرازر في أنبوب سعته 10 ملل والعزل عن طريق الخطوط في هلام أكسفورد أو بالكام.

التحضين في 37°م لمدة 24 ساعة إلى 48 ساعة

انتقاء من 3 إلى 5 مستعمرات مميزة والعزل عن طريق الخطوط في صفيحة أخرى تحتوي على هلام أكسفورد أو بالكام.

التحضين في 37°م لمدة 24 ساعة إلى 48 ساعة

التنقية في هلام (TSYEA)

التحضين في 37°م لمدة 24 ساعة (أو أكثر، إذا اقتضى الأمر)

فحوصات تكميلية

1.2 الاغتناء الأولي في وسط انتقائي سائل :

زرع 25 غ أو 25 ملل من العينة في الوسط الانتقائي فرازر عند النصف و تحضن في 30°م لمدة 18 إلى 24 ساعة.

2.2 الاغتناء الثانوي والعزل الأولي :

بعد فترة تحضين لوسط (1.2)، نجري :

* من جهة، اغتناء ثانوي في أنابيب تحتوي على مرق فرازر بمقدار 0,1 ملل من المحلول المتحصل عليه في (1.2) و يحضن في 37°م لمدة 24 ساعة .

* و من جهة أخرى، يجري العزل الأولي عن طريق الخطوط على صفيحة تحتوي على هلام أكسفورد أو بالكام . يحضن في 37°م لمدة 24 إلى 48 ساعة .

3.2 الإثبات :

بعد فترة تحضين الأوساط (2.2)، نجري :

* من جهة، اغتناء ثانوي عن طريق الخطوط على صفيحة تحتوي على هلام أكسفورد أو بالكام، انطلاقا من مرق الاغتناء الثانوي. يجري التحضين لمدة 24 إلى 48 ساعة في 37°م.

* و من جهة أخرى، بعد قراءة الصفائح التي تحتوي على هلام أكسفورد أو بالكام نقوم بملاحظة المستعمرات المميزة وإعادة زرع ثلاث أو خمس منها في وسط (TSYEA) بغرض التنقية. يجري تحضين الصفائح المحتوية على هلام (TSYEA) في 37°م لمدة 24 إلى 48 ساعة.

4.2 التعريف البيوكيميائي :

بعد فترة التحضين ، نجري أولا :

* التعريف بنوع ليستيريا على أساس المظهر المرفولوجي للمستعمرات ، تلوين غرام و على تفاعل الكاتلاز،

* ثم التعريف بجنس ليستيريا مونوسيتوجيناس ، القوائم أساسا على هيدروليز الإسكولين ، الحركية في 22-25°م ، تفاعلات Vauges (Prauskaewer) و أحمر الميتيل، تحليل الدم أو اختبار كامب (Camp) تخمر الغلوكوز بدون غاز ، طريقة التنفس...

3. أوساط الزرع والكواشف

1.3 أوساط الزرع

1.1.3 مرق الاغتناء الأولي : الوسط الأساسي

التركيب :

بيبتون البروتياز 5,0 غ
تريببتون 5,0 غ
مستخلص لحم البقر 5,0 غ

3.1.3 وسط العزل (هلام أكسفورد) وسط أساسي:**التركيب :**

هلام كولومبيا 39 غ
إسكولين 1 غ
سيترات الحديد (3+) الأمونيومي 0,5 غ
كلورور الليثيوم 15 غ
ماء 1000 ملل

التحضير:

تذوب المكونات في الماء ثم تسخن بلطف حتى الذوبان الكامل. ويعدل العامل الهيدروجيني (pH) إلى 7,2 في 25°م. ويوزع الوسط بعد ذلك بمقدار 225 ملل لكل قارورة ثم يعقم في 121°م لمدة 15 دقيقة.

4.1.3 المضاف الانتقائي لهلام أكسفورد :**التركيب :**

سيكلوهيكسيميد 200 مغ
سلفات الكولستين 10 مغ
أكريفلافين 2,5 مغ
سيفوتيتان 1 مغ
فوسفوميسين 5 مغ
الإيثانول 2,5 ملل
ماء 2,5 ملل

التحضير:

تذوب المكونات الصلبة في خليط الإيثانول / ماء . يعقم عن طريق الترشيح.

أثناء الاستعمال، يذوب الوسط ثم يبرد تحت درجة حرارة 48°م ويضاف بعد ذلك 2,25 ملل من المضاف الانتقائي أكسفورد المعاد تشكيله.

نقوم بعملية الجانسة و يصب في علب بيتري معقمة .

يترك ليتجمد فوق البلاط ثم يجفف في جهاز التجفيف.

كما يمكن حفظ العلب المحضرة في 4°م لمدة 4 إلى 5 أيام.

مستخلص الخميرة 5,0 غ

كلورور الصوديوم 20,0 غ

Na₂HPO₄2H₂O 12,0 غ

ثنائي-هيدروجينو-أورتو-فوسفات البوتاسيوم 1,35 غ

إسكولين 1,0 غ

كلورور الليثيوم 3,0 غ

ماء 1000 ملل

التحضير:

تذوب المكونات في الماء ثم تسخن بلطف حتى الذوبان الكامل.

يعدل العامل الهيدروجيني (pH) إلى 7,2.

يوزع الوسط بعد ذلك بكميات تقدر بـ :

– 225 ملل في كل قارورة تستعمل في الاغتناءات الأولية.

– 10 ملل لكل أنبوب يستعمل في الاغتناءات الثانوية .

– يعقم بعد ذلك الوسط في 121°م لمدة 15 دقيقة.

2.1.3 المضاف الانتقائي لمرق فرازر :

أثناء استعمال مرق فرازر عند النصف ونفس الشيء بالنسبة لمرق فرازر، يتعين إضافة لكل منهما مضاف صيغته كما يلي :

حمض ناليدكسيك 22,5 ملغ

أكريفلافين 28,125 ملغ

سيترات الحديد (III) الأمونيومي 1,125 ملغ

إعادة تشكيل بصفة معقمة قارورة المضاف بـ 22,5 ملل من الخليط 1/1 ماء / إيثانول معقم (أي 11,25 ملل من ماء مقطر و معقم و 11,25 ملل من الإيثانول) يخلط بلطف للتحلل.

إضافة، بطهارة بعد ذلك :

– 2,25 ملل من المحلول المحضر إلى 225 ملل من مرق فرازر عند النصف.

– 0,10 ملل من المحلول المحضر ، إلى 10 ملل من مرق فرازر .

يخلط جيدا قبل إدخال الإينوكلوم.

يجب أن يثبت المضاف بعد إعادة تشكيله، في 4°م بعيدا عن الضوء و أن لا تتعدى المدة 8 أيام.

5.1.3 وسط العزل (هلام بالكامل) وسط أساسي :

التركيب :

بيبتون 23,0 غ
النشاء 1,0 غ
أغار -أغار 20,0 غ
كلورور الصوديوم 5,0 غ
D (-) مانيتول 10,0 غ
أمونيوم الحديد (سيترات) 0,5 غ
إسكولين 0,8 غ
غلوكوز 0,5 غ
كلورور اليثيوم 15,0 غ
أحمر الفينول 0,08 غ
ماء 1000 ملل
تذوب المكونات في الماء ثم تسخن بلطف إلى غاية
الذوبان الكلي .

يعدل العامل الهيدروجيني (pH) إلى 7,2 في 25°م .

يوزع الوسط بمقدار 225 ملل في كل قارورة ثم
يعقم في 121°م لمدة 15 دقيقة.

التحضير:

عند الاستعمال، يذوب الوسط ثم يبرد تحت درجة
حرارة 48°م .
يضاف بعد ذلك 2,25 ملل من المضاف بالكامل المعاد
تشكيله .
نقوم بعملية المجانسة ثم يصب في علب بيتري
معقمة .
يترك يتجمد فوق البلاط ثم يجفف في جهاز
التجفيف .
كما يمكن حفظ العلب المحضرة في 4°م لمدة 4 إلى
5 أيام .

6.1.3 وسط الزرع الهلامي: تريبتون الصوجا - مستخلص الخميرة (TSYEA) :

التركيب :

مرق تريبتون الصوجا 30,0 غ
مستخلص الخميرة 6,0 غ
أغار -أغار (1) 9 إلى 18,0 غ
ماء 1000 ملل
الهضم الانزيمي للكزيين 17,0 غ
الهضم الانزيمي لفريضة الصوجا 3,0 غ

(1) حسب قدرة التجمد لأغار -أغار .

كلورور الصوديوم 5,0 غ
هيدروجينو الفوسفات - ثنائي
البوتاسيوم 2,5 غ
غلوكوز 2,5 غ
تذوب المكونات في الماء و تسخن بلطف حتى
الذوبان الكلي .
يعدل العامل الهيدروجيني (pH) إلى 7,3 في
25°م .

- يوزع بعد ذلك وسط بمقدار 225 ملل في كل
قارورة ثم يعقم في 121°م لمدة 15 دقيقة .

عند الاستعمال، يذوب الوسط ثم يبرد تحت درجة
حرارة 48°م . ثم يصب في علب بيتري . يترك ليتجمد
فوق البلاط ثم يجفف في جهاز التجفيف .

كما يمكن حفظ العلب المحضرة في 4°م لمدة
4 إلى 5 أيام .

7.1.3 هلام بالدم :

أساس الهلام بالدم رقم 2 (1) 40 غ
ماء 1000 ملل

التركيب :

بيبتون البروتوز 15 غ
ناتج هضم الكبد 2,5 غ
مستخلص الخميرة 5 غ
كلورور الصوديوم 5 غ
أغار -أغار (حسب قدرة التجمد
للأغار) 12 إلى 18 غ

التحضير :

- يذوب أساس الهلام بالدم منزوع الماء في الماء
ويسخن حتى الغليان .

- يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث يكون
بعد التعقيم 7,0 في 25°م إذا اقتضى الأمر .

- يوزع الأساس في قارورات تقدر سعتها
القصوى بـ 500 ملل .

- يعقم في جهاز التعقيم (2.1.1.4) معدل في 121°م
لمدة 15 دقيقة .

- يبرد الوسط في 45°م . يضاف الدم منزوع
الألياف و يخلط جيدا .

(1) تركيبة أساس الهلام بالدم رقم 2 .

التحضير :

- تذوب المكونات في الماء و تسخن حتى الغليان.
- يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث يكون
بعد التعقيم 7,3 في 25°م، إذا اقتضى الأمر.
يوزع الوسط في أنابيب بكميات تقدر بـ 5 ملل
تقريبا.

- يعقم الوسط في جهاز التعقيم (2.1.1.4) معدل
في 121°م لمدة 15 دقيقة.

**10.1.3 اختبار كامب (كرستي، أتكينس، مانش-
بترسن) :**

تعتبر العلب المحتوية على الهلام بالدم (7.1.3)
ملائمة لهذا الاختبار ولكن من الأفضل استعمال علب
بيتري تحتوي على طبقات رقيقة جدا من الهلام بدم
الخروف (3.10.1.3).

1.10.1.3 الأساس :**التركيب :**

أساس الهلام بالدم رقم 2 (أنظر 7.1.3)..... 40 غ
ماء 1000 ملل

التحضير :

- يذوب الأساس منزوع الماء في الماء و يسخن
حتى الغليان.

- يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث يكون
بعد التعقيم 7,0 في 25°م، إذا اقتضى الأمر.

- يوزع الوسط في أنابيب أو قارورات سعتها
100 ملل.

يعقم الوسط داخل جهاز التعقيم (2.1.1.4) معدل
في 121°م لمدة 15 دقيقة. يترك ليبرد في 45°م.

2.10.1.3 وسط بالدم :**التركيب :**

طبقة الأساس (1.10.1.3) 100 ملل
دم منزوع الألياف للحصان أو الخروف 7 ملل

التحضير :

يضاف الدم منزوع الألياف إلى الأساس الذائب
و المعقم (1.10.1.3).

3.10.1.3 الوسط الكامل:

- يوزع الأساس (1.8.1.3) داخل علب بيتري معقمة
بكميات تقدر بـ 10 ملل تقريبا و يترك ليتصلب.

- يوزع الوسط بكميات تقدر بـ 20 ملل تقريبا في
علب بيتري معقمة و يترك ليتصلب.

8.1.3 أساس :

بروتياز بيتون 10 غ
مستخلص لحم البقر 1 غ
كلورور الصوديوم 5 غ
أرجواني برومو كريزول 0,02 غ
ماء 1000 ملل

1.8.1.3 التحضير :

- تذوب المكونات في الماء و تسخن حتى الغليان.
- يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث يبلغ
بعد التعقيم 6,8 في 25°م، إذا اقتضى الأمر.

- يوزع الوسط داخل أنابيب بكميات بحيث يكون
الحجم الباقي يساوي 9 ملل.

- يعقم الوسط في جهاز التعقيم (2.1.1.4) معدل
في 121°م لمدة 20 دقيقة.

2.8.1.3 محاليل هيدرات الكربون :**التركيب :**

هيدرات الكربون (2) 5 غ
ماء 100 ملل

التحضير :

تذوب كل هيدرات الكربون بشكل منفصل.

3.8.1.3 الوسط الكامل :

يضاف بطهارة لكل هيدرات الكربون 1 ملل من
محلول (2.8.1.3) إلى 9 ملل من الأساس (1.8.1.3).

إذا تم تحضير أحجام صغيرة للوسط الأساسي،
تضاف حينئذ أحجام صغيرة من محلول هيدرات
الكربون.

9.1.3 وسط الحركية :**التركيب :**

بيبتون الكازيين 20,0 غ
بيبتون اللحم 6,1 غ
أغار - أغار 3,5 غ
ماء 1000 ملل

(2) يعتبر 100 ملل من محلول L- رامنوز و 100 ملل
من محلول D- كزيلوز ضروريا.

6.1.4 تجهيزات لعملية المجانسة

يستعمل أحد الجهازين التاليين :

(أ) جهاز التجانس الدوراني، تبلغ عدد الدورات فيه ما بين 8000 دورة/ دقيقة و 45000 دورة/ دقيقة ، يحتوي على كؤوس زجاجية أو معدنية مجهزة بأغطية مقاومة لظروف التعقيم؛ أو

(ب) جهاز التجانس من النوع بيريسستالتيك (stomacher péristaltique) به أكياس معقمة من مادة البلاستيك .

يجب أن يكون للكؤوس أو الأكياس البلاستيكية سعة كافية تسمح بالخلط الجيد للعينة مع الكمية المناسبة للمخفف. وعلى العموم، يجب أن يكون حجم الوعاء يساوي تقريبا ضعف حجم العينة المضاف إليها المخفف.

7.1.4 أسلاك حلقيّة، من البلاتين المشع أو النيكل كروم أو من مادة بلاستيكية، قطر الحلقة 3 مم تقريبا.

8.1.4 سلك الزرع ، من البلاتين المشع و النيكل-الكروم أو من مادة بلاستيكية.

9.1.4 جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH) مجهز بمقياس الحرارة لقياس العامل الهيدروجيني (pH) للأوساط المحضرة والكواشف بتدقيق $\pm 0,1$ وحدة عامل هيدروجيني في 25°م.

10.1.4 ثلاجة، لحفظ الأوساط المحضرة و الكواشف والتي بإمكانها الاشتغال في درجة حرارية تتراوح بين 2+°م إلى 5+°م.

11.1.4 طيف ضوئي أبيض

12.1.4 مرآة، مسطحة أو مقعرة.

13.1.4 ثلاثي الأرجل، لإضاءة علب بيتري.

14.1.4 مجهر، متباين الأطوار مجهز بعدسة عينية تغمس في الزيت.

2.4 الأدوات الزجاجية :

يجب أن تكون الأدوات الزجاجية مقاومة لعمليات التعقيم المتكررة.

1.2.4 قارورات الزرع، لتعقيم و حفظ أوساط الزرع و تحضين الأوساط السائلة.

2.2.4 أنابيب الزرع : يبلغ قطرها 16مم و طولها 125مم.

(بإمكان استعمال أنابيب ذات أغطية معدنية).

3.2.4 مخبر مدرج ، لتحضير الأوساط الكاملة.

- تسكب طبقة رقيقة جدا من وسط الدم (2.10.1.3) باستعمال كميات لا تتعدى 3ملل لكل علبة.

- يترك ليتصلب على شكل طبقة رقيقة منتظمة.

- إذا أضيف الدم إلى العلب التي تحتوي على الأساس المحضر مسبقا قد يستوجب الأمر تسخين العلب لمدة 20 دقيقة بوضعها داخل مجفف معدل في 37°م قبل سكب طبقة الدم الرقيقة.

- تجفف العلب قبل استعمالها.

4.10.1.3 مزارع تفاعل كامب (CAMP) :

لإنجاز تفاعل كامب، يتطلب سلالة من ستافيلوكوكوس أوريوس (على سبيل المثال 1803 NCTC) ضعيفة من حيث B - تحلل الدم و سلالة من رودوكوكس إيكس (على سبيل المثال 1621 NCTC) سلالات ستافيلوكوكوس أوريوس غير مهيأة كلها لاختبار كامب (CAMP).

- تحفظ مزارع ستافيلوكوكوس أوريوس، رودوكوكس إيكس، ليستيريا مونسيتوجناس، ليستيريا إينوكوا و ليستيريا إيفانوفيتي بزرعها مائلة داخل أنابيب بها وسط (6.1.3) (TSYE) وتحضينها في 37°م لمدة 24 إلى 48 ساعة أو إلى غاية حدوث نمو وتحفظ في الثلاجة (10.1.4) في 4°م.

- يعاد زرع هذه المزارع مرة واحدة على الأقل كل شهر.

2.3 الكاشف : محلول بيروكسيد الهيدروجين، 3 % (ح/ح) :

4 - التجهيزات و الأدوات الزجاجية :

تعقم كل الأجهزة التي تتصل مباشرة مع أوساط الزرع، سائل التخفيف أو العينة إلا في حالة ما إذا كانت معقمة مسبقا (خاصة الأجهزة المصنوعة من مادة بلاستيكية).

1.4 الأجهزة :

الوسائل العادية لمخبر ميكروبيولوجي و خاصة ماييلي :

1.1.4 أجهزة التعقيم بالحرارة الجافة (فرن) أو بالحرارة الرطبة (جهاز التعقيم)

1.1.1.4 فرن، معدل في 173°م ± 3 .

2.1.1.4 جهاز التعقيم، معدل في 121°م ± 1 .

2.1.4 مجفف، معدل في 30°م ± 1 .

3.1.4 مجفف، معدل في 37°م ± 1 .

4.1.4 مجفف، معدل في 25°م ± 1 .

5.1.4 حمام مائي، معدل في 45°م ± 1 أو في 37°م ± 1 .

5.6 مثلجات الاستهلاك :

تجرى العملية مثلما هو الحال في الزبدة (3.6) ولكن يستعمل حمام مائي (5.1.4) مثبت في درجة حرارة أقل من 37°م و يجب أن لا يتعداها.

6.6 الحليب المخمر، ياهورت، القشدة و التحليات :

يخلط محتوى الوعاء مغلق برجه و قلبه بتكرار بطريقة يدوية أو يفتح الوعاء و يخلط المحتوى بطهارة باستعمال ملعقة مخبر أو ملعقة معقمة.

7 - طريقة العمل :**1.7 زرع وسط الاغتناء :**

لفحص أكثر من عينة مأخوذة للتجربة تزن 25 غ من حصة خاصة من الحليب أو منتوج الحليب وإذا كان من غير الممكن إثبات أن التجميع (تشكيل مشترك) مختلف العينات المأخوذة للتجربة) لا يؤثر على النتيجة بالنسبة للحليب أو منتجات الحليب، فإنه يمكن تجميع العينات مثلا إذا لزم الأمر فحص 10 عينات تزن 25 غ، يمكن تجميع هذه الوحدات العشر لتشكيل عينة واحدة للتجربة تزن 250 غ و تذويبها أو خلطها في 2,25 مل من وسط الاغتناء .

تضاف العينة المأخوذة للتجربة إلى وسط الاغتناء (1.1.3) كما هو مبين في (1.1.7) إلى (7.1.7).

1.1.7 الحليب :

تضاف 25 ملل من العينة المأخوذة للتجربة إلى 225 ملل من وسط الاغتناء (1.1.3) ثم يخلط.

2.1.7 الحليب الجاف، مسحوق مصلى الحليب ، مسحوق مخاض الزبدة والكازينات :

وزن بطهارة 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة وتدخل في قارورة مسدودة تحتوي على 225 ملل من وسط الاغتناء (1.1.3) تذوب العينة عن طريق الرج.

3.1.7 الكازيين :

- توزن بطهارة 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة في وعاء معقم خاص بجهاز المجانسة (6.1.4) ثم يضاف 225 ملل من وسط الاغتناء (1.1.3) في 45°م .

- تذوب العينة بعناية عن طريق عملية المجانسة (من دقيقة واحدة إلى 3 دقائق).

4.1.7 الزبدة :

ترج العينة المأخوذة للتجربة المذوبة و بواسطة ماصة مسخنة في 45°م، تنقل 25 ملل إلى قارورة تحتوي على 225 ملل من وسط الاغتناء (1.1.3) تخلط بعناية.

4.2.4 ماصات مدرجة : سعتها 25 ملل، 10 ملل و 1

ملل مدرجة على الترتيب بتدرجات 0,5 ملل، 0,5 ملل و 0,1 ملل.

5.2.4 علب بيتري معقمة.**6.2.4 شرائح زجاجية للمجهر.****7.2.4 كريات زجاجية.****5. المعايير :**

من المهم أن يستلم المخبر عينة ذات تمثيل حقيقي، غير فاسدة و لم تتغير أثناء النقل و التخزين.

يجب اتباع التعليمات الخاصة بالمعيرة لأغراض ميكروبيولوجية.

6. تحضير العينة :**1.6 الحليب :**

ترج العينة بعناية للحصول على توزيع منتظم للأعضاء الجهرية الدقيقة و ذلك بقلب بطريقة سريعة الوعاء الذي يحتوي على العينة، 25 مرة. يجب تفادي تشكل الرغوة و لا تترك لتتوزع في حالة تشكلها. يجب أن لا تتعدى المدة الفاصلة بين الخلط واقتطاع العينة المأخوذة للتجربة الثلاث (3) دقائق.

2.6 الحليب الجاف، مسحوق مصلى الحليب، مسحوق مخاض الزبدة، لاكتوز، كازيين، كازينات :

يخلط بعناية محتوى الوعاء المغلق عن طريق رجه و قلبه يدويا وبشكل تكراري.

إذا كان الوعاء مملوءا جدا ، يحول إلى وعاء أكبر منه للسماح بإجراء رج جيد ثم يخلط.

3.6 الزبدة :

تذوب العينة في وعاء معقم داخل حمام مائي (4.1.5) مثبت في 45°م . ترج العينة أثناء الذوبان ثم يخرج الوعاء مباشرة من الحمام المائي عند ذوبان العينة .

4.6 الجبن :

من الممكن أن تكون العينة الموجهة للمخبر متكونة من عجينة وقشرة. يجب أن تكون أجزاء الجبن المكونة للعينة المأخوذة للتجربة محل موافقة بين الأطراف المعنية.

تجرى العملية كما هو مبين في النقطة (5.1.7).

5.1.7 الجبن :

- توزن 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة في وعاء معقم خاص بجهاز المجانسة (6.1.4)،

- يضاف 225 ملل من وسط الاغتناء (1.1.3) مسخن مسبقا في 37°م تقريبا. تخلط العينة المأخوذة للتجربة بعناية عن طريق عملية المجانسة.

6.1.7 منتجات الحليب المجمدة (بما فيها مثلجات الاستهلاك) :

تنقل 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة المذوبة بواسطة ماصة إلى قارورة تحتوي على 225 ملل من وسط الاغتناء (1.2) ثم يخلط .

7.1.7 الحليب المخمر، ياهورت ، القشدة والتحليات:

- توزن بطهارة 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة في قارورة مسدودة تحتوي على كريات زجاجية (7.2.4) و 225 ملل من وسط الاغتناء (1.1.3)،

- يخلط بالرج .

إذا قمنا بفحص عينات ذات عامل هيدروجيني pH منخفض القيمة، نتحقق بطهارة من قيمة العامل الهيدروجيني (pH) للمعلق بواسطة ورق كاشف ملون و يعدل إلى 7.0 ± 0.5 في 25°م، إذا اقتضى الأمر.

2.7 التحضين :

يحضن وسط الاغتناء المزروع لمدة 48 ساعة في المجفف (2.1.4) معدل في 30°م .

3.7 العزل و التعريف المفترض:

1.3.7 انطلاقا من وسط الاغتناء و بواسطة سلك الزرع (7.1.4) يزرع بطريقة الخطوط سطح علبه من هلام أكسفورد (3.1.3) و ذلك للحصول على مستعمرات معزولة جيدا .

2.3.7 تقلب العلبه و توضع في المجفف (3.1.4) معدل في 37°م لمدة 48 ساعة .

3.3.7 تفحص العلبه للتحقق من وجود مستعمرات نموذجية لليسيتيريا (spp) (مستعمرات محاطة بحلقة بنية عاتمة و سوداء) .

4.7 التأكد:

1.4.7 انتقاء المستعمرات للتأكد:

انطلاقا من كل علبه بها وسط العزل (هلام أوكسفورد (3.1.3) يتم انتقاء خمس (5) مستعمرات

نموذجية أو مشكوك فيها أو إذا كان هناك أقل من خمس (5) مستعمرات، فيتم انتقاؤها كلها من أجل التأكد .

2.4.7 التحضين :

تزرع المستعمرات المنتقاة على سطح العلب (TSYEA) (2.3.7) بطريقة الخطوط بصورة تسمح للمستعمرات المعزولة جيدا بالنمو. توضع العلب في المجفف (3.1.4) معدل في 37°م لمدة 24 ساعة أو إلى غاية ظهور نمو مرضي.

يعتبر سمك وسط الهلام (15 ملل / العلبه) مهما لإضاءة جيدة لهنري (أنظر أدناه) .

تفحص العلب بواسطة طيف ضوئي أبيض (11.1.4) قوي بما فيه الكفاية لإضاءة جيدة للعلب ووجه بشكل يسمح بإضاءة عمق العلبه من زاوية 45°م (أنظر الشكل 2) .

عندما نفحص تحت هذا الضوء بالإضاءة المائلة (إضاءة هنري) بالنظر من أعلى العلبه، تكون مستعمرات ليسيتيريا (spp) زرقاء اللون و ذات سطح حبيبي .

إذا كانت علب (TSYEA) لا تشتمل على مستعمرات نموذجية كبيرة معزولة جيدا، يتعين إعادة زرع مستعمرة من جديد بطريقة الخطوط و باتباع الطريقة المذكورة سابقا.

3.4.7 تفاعل عن طريق الكاڤلاس :

تقتطع مستعمرة نموذجية و توضع على شريحة زجاجية على شكل معلق في قطرة من محلول بيروكسيد الهيدروجين ذو تركيز 3% (2.3).

يعبر عن وجود ليسيتيريا (spp) ذات كاڤلاس موجب عن طريق تشكل فقاعات غازية.

4.4.7 المظهر المرفولوجي و مميزات التلوين :

1.4.4.7 يحضر زرع في وسط (TSYEA) (6.1.3) يمثل مستعمرة نموذجية مستعملة في تفاعل تحليل الدم (5.4.7).

تختار مستعمرة نموذجية و توضع على شكل معلق داخل أنبوب يحتوي على وسط (TSYEA) يحضن في المجفف (4.1.4) معدل في 20°م و 25°م إلى غاية ظهور تعكر هام (بين 8 و 24 ساعة).

فحص العلب للكشف عن المستعمرات المشكوك**فيها :**

ينجز تحضير رطب باستعمال سلك الزرع مملوء بزرع محضن و يفحص بالجهر (4.1.4). تظهر بكتيريا ليستيريا (spp) على شكل عصيات قصيرة لديها حركة بطيئة ومستديرة.

بعض المزارع النامية في درجة حرارية أكبر من 25°م قد لا تتمتع بهذه الحركة. يجب المقارنة دائما مع زرع معروف. لا تعتبر ليستيريا (spp) البكتيريا التي لها شكل كروي، عصيات كبيرة و عصيات والتي تظهر حركة سريعة.

يمكن إجراء اختبار تكميلي لمراقبة الحركة عن طريق زرع وسط الحركة (9.1.3) بالوخز بواسطة سلك الزرع (8.1.4) مع زرع مقتطع انطلاقا من مستعمرات نموذجية لوسط (TSYEA) (2.4.7) و تحضن في مجفف (4.1.4) معدل في 25°م لمدة 48 ساعة.

- يفحص النمو في محيط الوخز.

تكون ليستيريا (spp) متحركة و يبدو مظهر النمو فيها مشابها للظل.

في حالة النتيجة السلبية، يحضن الوسط المزروع لمدة 5 أيام إضافية و يلاحظ من جديد محيط الوخز.

2.4.4.7 يجرى اختبار لمستعمرة نموذجية على وسط (TSYEA) (2.4.7) من أجل تفاعل غرام. تكون ليستيريا (spp)، بكتيريا غرام موجب.

5.4.7 تحليل الدم :

- إذا كانت الخصائص المرفولوجية والفيزيولوجية و كذا تفاعل الكايتالاس تدل على وجود ليستيريا (spp) تزرع العلب المحتوية على وسط صلب بالدم (7.1.3) قصد التعرف على تفاعل تحليل الدم.

- يجفف سطح الهلام جيدا قبل الاستعمال. يسطر قعر الطبقة بخطوط متعامدة لتشكيل تشابك من 20 إلى 25 فضاء لكل علبة .

- تؤخذ مستعمرة نموذجية انطلاقا من علبة وسط (TSYEA) و يلحق فضاء كل زرع بواسطة سلك الزرع (8.1.4).

- في نفس الوقت، نقوم بوخز مزارع المراقبة الموجبة و السالبة (ليستيريا مونوسيتوجيناس- ليستيريا إيفانوفي و ليستيريا إينوكوا).

بعد التحضين في 37°م لمدة 48 ساعة في المجفف (3.1.4) تفحص سلالات الاختبار و مزارع المراقبة.

- تظهر ليستيريا مونوسيتوجيناس مناطق فاتحة ضيقة و خفيفة محللة للدم (a-hémolyse) أما ليستيريا إينوكوا، فلا يجب أن تظهر مناطق فاتحة حول نقطة الوخز.

ليستيريا إيفانوفي، فهي تظهر عادة مناطق واسعة وواضحة الحدود من محللة للدم.

تحفظ العلب تحت منبع ضوئي قوي لمقارنة مزارع الاختبار مع مزارع المراقبة.

6.4.7 التأكد البيوكيميائي :

لإجراء هذه الاختبارات، يستعمل زرع في وسط (TSYEA) (1.4.4.7) .

1.6.4.7 استعمال هيدرات الكربون:

- يزرع كل من مرق تخمير هيدرات الكربون (2.8.1.3) مع محتوى سلك الزرع أو 0,1 ملل من الزرع (TSYEA) (6.4.7).

- يحضن في 37°م في مجفف (3.1.4) لمدة 7 أيام. في حين، يتم التعرف على التفاعلات الموجبة (تكوين الحمض) بظهور لون أصفر الذي يتشكل عموما خلال 24 إلى 48 ساعة.

2.6.4.7 اختبار كامب (CAMP) :

تزرع بطريق الخطوط، مزارع ستافيلوكوكوس أوريوس و دوكوكيس إيكس على شكل خطوط بسيطة بطريقة عرضية لعلبة الهلام بالدم (7.1.3) أو (10.1.3) بحيث تكون المزرعتان متوازيتين و متقابلة القطرين (أنظر الشكل 3).

من الضروري أن يكون الإينوكولوم رقيقا ومتساويا.

يمكن الحصول عليه باستعمال إبرة للزرع (8.1.4) أو سلك للزرع (7.1.4) موضوع على شكل زاوية قائمة بالنسبة للهلام.

تنزع المستعمرة لفحص تحلل الدم من تحتها . من بين ثلاثة أنواع من ليستيريا (spp) المتصفة بتحليلها للدم، نجد فقط ليستيريا مونوتوجينيس لا يستعمل فيها سكر الكزيلوز لكن سكر الرامنوز .

تبدي ليستيريا مونوسيتوجيناس و ليستيريا سليجير (ذات تفاعل ضعيف)، تفاعل موجب لاختبار كامب مع ستافيلوكوكوس أوريوس ولكن ليس مع رودوكيكس إيكي .

تتفاعل ليستيريا إيفانوفي مع رودوكوكيس إيكي لكنها لا تتفاعل مع ستافيلوكوكوس أوريوس . تظهر باقي أنواع ليستيريا (spp) تفاعل سلبي لاختبار كامب مع مزرعتي التفاعل .

6.7 التأكيد النهائي :

السلالات التي تعتبر ليستيريا (spp) (5.7) يمكن تأكيدها عن طريق التعرف النهائي .

- لوحظ مع الحليب الطازج أنه أحيانا عند إعادة زرع مرق الاغتناء بعد تحضينه لمدة 24 و 48 ساعة، بأنه قد يمس من حساسية المنهج .

- لوحظ بأن المنهج أقل حساسية بالنسبة لبعض الأجبان ذات قشرة مفسولة و بعض الأجبان المحضرة بالمعدنوس بالمقارنة مع المنتوجات الأخرى (لذلك، تكون حساسية المنهج بالنسبة للجبن ليمبورغر أكثر ضعفا لتراكم ليستيريا مونوسيتوجيناس التي تكون أقل من 2 لكل غرام تقريبا)

بالنسبة لبعض أنواع الأجبان، يجب أن يمدد التحضين لمرق الاغتناء إلى 7 أيام .

عندما يتم تحضين مرق الاغتناء لمدة 48 ساعة ثم لمدة 7 أيام، يتعين زرع العلب المحتوية على وسط العزل .

- بالإمكان استعمال المنهج للكشف عن ليستيريا مونوسيتوجيناس في العينات المقتطعة في أماكن الإنتاج إلا أنه لم يتم إجراء أي اختبار مشترك لمعرفة وجود هذه البكتيريا في هذه العينات .

7.7 مزارع المراقبة :

من أجل التأكد من أن أوساط الاغتناء و الكشف تسمح بنمو ليستيريا مونوسيتوجيناس، ندخل تخفيفا لزرع مرجعي لسلالات معزولة حديثا في

تزرع سلالة الاختبار بطريق الخطوط المماثلة للزاوية القائمة بالنسبة لهذه المزارع بحيث لا تلامس مزرعة الاختبار مزارع التفاعل و تكون بعيدة عنها بحوالي 1م إلى 2م في أقرب نقطة بينهما .

يمكن زرع عدة سلالات اختبار عن طريق خطوط على نفس العلبة .

- في نفس الوقت، تزرع بطريقة الخطوط مزارع المراقبة من ليستيريا مونوسيتوجيناس، ليستيريا إينوكوا و ليستيريا إيفانوفي . في حالة استعمال الهلام بالدم (7.1.3) تحضن العلب في 37°م لمدة 18 ساعة إلى 24 ساعة في المجفف (3.1.4) إذا تم استعمال علب ذات سلالات مضاعفة، تحضن لمدة 12 ساعة إلى 18 ساعة في 37°م في المجفف (3.1.4) .

يعتبر التفاعل موجب، إذا تشكلت منطقة محللة للدم (hémolyse) عند التقاء سلالة الاختبار و مزارع ستافيلوكوكوس أوريوس .

يعرف التفاعل موجب مع رودوكوكيس إيكي من خلال وجود رأس عريض على شكل سهم (من 5 إلى 10مم) من تحلل الدم .

يظهر هذا بتشكيل منطقة دائرية من تحلل الدم تمتد حوالي 2م فقط انطلاقا من سلالة الاختبار و إلى داخل المنطقة ذات التحلل الدموي الضعيف الناجم من نمو بكتيريا ستافيلوكوكوس أوريوس .

يمكن ملاحظة تفاعل مماثل داخل سلالة الاختبار مع رودوكوكيس إيكي لكن يعتبر سلبي .

لا تظهر مناطق كبيرة لتحلل الدم حول مزرعة ستافيلوكوكوس أوريوس .

5.7 تفسير المميزات المرفولوجية والفيزيولوجية و كذا التفاعل البيوكيميائي (أنظر جدول 1) :

- تظهر جميع أنواع ليستيريا (spp) على شكل عصيات غرام موجب (مع مزارع 24 ساعة فقط) والتي تبدي حركة في طور النمو و في الوسط الحركي .

- تكون إيجابية للكاتلاز باستعمال ليستيريا مونوسيتوجيناس سكر الرامنوز و لا تستعمل سكر الكزيلوز .

- بالنسبة ليستيريا مونوسيتوجيناس، ليستيريا إيفانوفي، ليستيريا سليجير (ذات تفاعل ضعيف) فهي تشكل تحلل الدم عند زرعها في الهلام بالدم .

9- تقرير التجربة :

يجب أن يبين تقرير التجربة ، المنهج الذي أجريت من خلاله عملية المعايرة، إذا كان المنهج المستعمل معروفاً وكذلك نتيجة التجربة المتحصل عليها وإذا تم التحقق من تكرار العملية و النتيجة النهائية المذكورة المتحصل عليها.

كما يجب أن تدون في التقرير كل تفاصيل العمليات غير المقررة في هذا المنهج أو الاختيارية وكذا أي طارئ محتمل بإمكانه التأثير على نتيجة التجربة.

يجب أن يعطي التقرير كل المعلومات اللازمة للتعريف الكامل للعينة.

قارورة مراقبة وسط الاغتناء (أنظر 2.7) تضاف من 10 إلى 100 خلية ليستيريا مونوسيتوجيناس لكل قارورة.

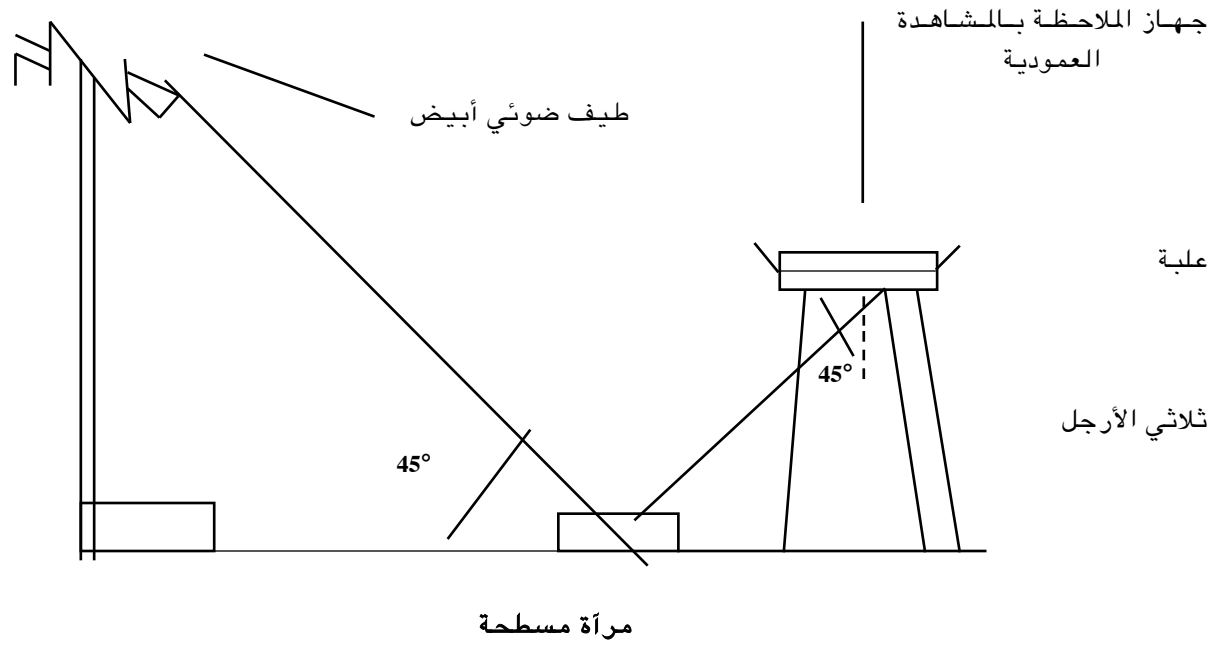
يعمل بنفس الطريقة مع قارورات مراقبة أوساط الاغتناء مثلما هو الحال بالنسبة لمزارع التجربة وذلك للبرهنة على أنه تم العثور على زرع المراقبة الموجب .

8- التعبير عن النتائج :

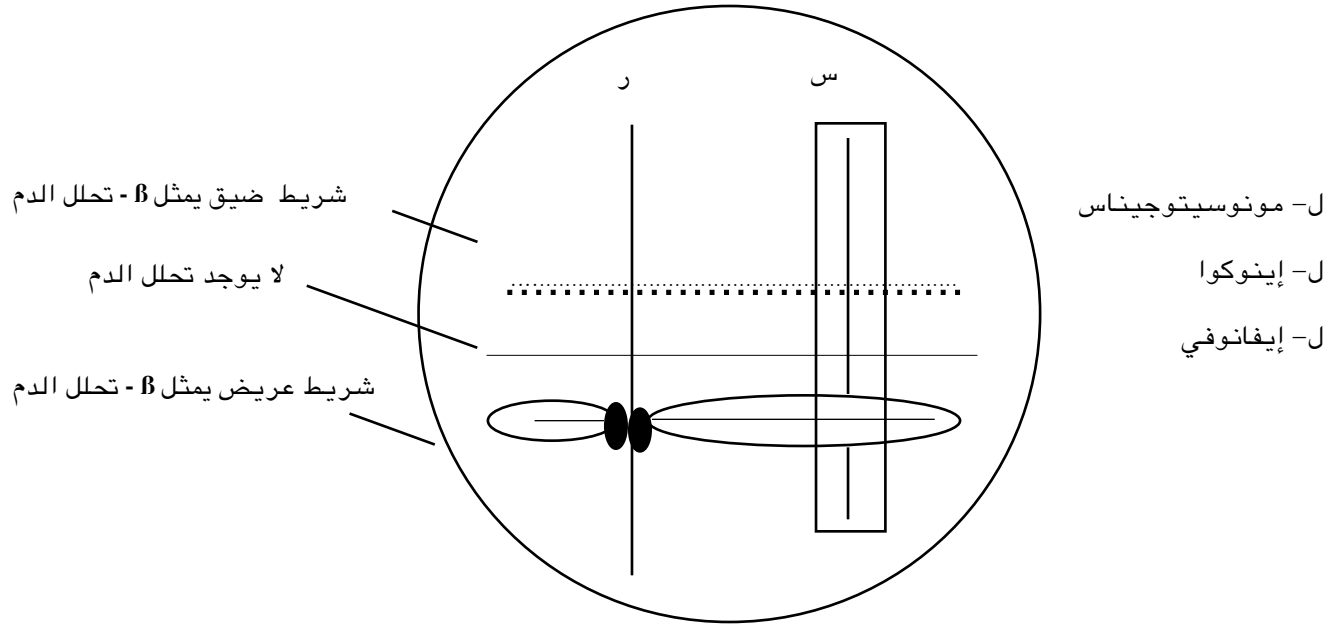
حسب تفسير النتائج التي أجريت ، يشار إلى وجود أو غياب ليستيريا مونوسيتوجيناس في العينة المأخوذة للتجربة، بتحديد الكتلة بالغرام أو الحجم بالملييلتر للعينة التي خضعت للتجربة.

جدول 1 : التفاعل لمعرفة ليستيريا (spp)

اختبار كامب (CAMP)		إنتاج الحمض		النوع
رودوكوكيس إيكس	ستافيلوكوكوس أوريوس	كزيلوز	رامنوز	
-	+	-	+	ل. مونوسيتوجيناس
-	-	-	م	ل. إينوكوا
+	-	+	-	ل. إيفانوفي
-	(+)	+	-	ل. سيليجيري
-	-	+	م	ل. ولشيميري
-	-	-	-	ل. قرايبي
-	-	-	م	ل. ميرايبي
				م : تفاعل متغير
				(+) : تفاعل ضعيف
				+ : تفاعل إيجابي
				- : لا يوجد تفاعل



شكل 2 : فحص العلب للكشف عن المستعمرات المشكوك فيها



شكل 3 : زرع العلب لإجراء اختبار كامب (CAMP).

ملاحظات :

- 1- زرع علب بتري تحتوي على طبقة رقيقة من وسط الهلام بالدم كما هو مبين على المخطط. تمثل الأسطر العمودية خطوط نمو مستعمرات ستافيلوكوس أوريوس. تمثل الأسطر الأفقية خطوط نمو مستعمرات مزارع التجربة. تظهر مناطق تحليل الدم المتشكلة على شكل خطوط محيطة بالمستعمرات النامية.
- 2- يحدد الجزء ذو الخطوط المتقطعة ، منطقة تأثير ستافيلوكوس أوريوس.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 28 رمضان عام 1433 الموافق 16 غشت سنة 2012، يجعل منهج تحديد نسبة المادة الجافة في الحليب والقشدة والحليب المركز غير المسكر إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 – 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 7 ربيع الثاني عام 1418 الموافق 10 غشت سنة 1997 والمتعلق بالمواصفات التقنية لأنواع الحليب المركز غير الحلى والحلى وشروط عرضها وكيفياتها،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 13 شعبان عام 1419 الموافق 2 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية لأنواع الحليب الجاف وشروط وكيفيات عرضها،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة المادة الجافة في الحليب والقشدة والحليب المركز غير المسكر إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة المادة الجافة في الحليب والقشدة والحليب المركز غير المسكر، تلزم مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار.

يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر في 28 رمضان عام 1433 الموافق 16 غشت سنة 2012.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد نسبة المادة الجافة في الحليب والقشدة والحليب المركز غير المسكر

يبين هذا المنهج التقنية لتحديد نسبة المادة الجافة للحليب والقشدة والحليب المركز غير المسكر.

1. التعاريف و الصيغ

تطبق التعاريف و الصيغ الآتية حسب حاجات هذا المنهج.

المادة الجافة : هي النسبة الكتلية للمواد المتبقية بعد نزع الرطوبة الكاملة كما هو مبين في هذا المنهج.

ملاحظة – يعبر عن المادة الجافة بالنسبة المئوية الكتلية.

2. المبدأ

تجفف العينة المأخوذة للتجربة مسبقا فوق حمام ماء في غليان ثم يبخر بعد ذلك الماء المتبقي في جهاز التجفيف في درجة 102 ± 2 م°.

3. التجهيزات و المعدات

يستعمل فقط ماء مقطر أو ماء منزوع المعادن أو ماء ذو نقاوة مكافئة، إلا في حالة وجود تعليمات مخالفة.

تستعمل الأجهزة العادية للمخبر وخاصة ما يأتي :

1.3 ميزان تحليلي.

2.3 جهاز نازع للرطوبة، مزود بعامل تجفيف فعال (على سبيل المثال: هلام السيليس المجفف حديثا، مع مؤشر للرطوبة)

3.3 حمام ماء مغلي، مزود بفتوحات ذات أبعاد سهلة الضبط.

4.3 جهاز التجفيف

مهوى، مزود بنظام تحكم حراري، يمكن تثبيته في 102 ± 2 م° في كل حيز العمل.

3.5 الحليب المركز غير مسكر

يرج الإناء جيدا بتدويره مرارا. يفتح و يسكب الحليب ببطء في إناء زجاجي أو أداة أخرى ملائمة، مزود بغطاء محكم، مع الحرص على إدماج العينة مع المادة الدسمة أو المركبات الأخرى التي يمكن أن تكون عالقة على جدران الإناء الأول. يرج الإناء بشدة و يغلق.

يسخن الإناء المغلق في حمام مائي (2.6.3) بين 40 م° و 60 م°. كل 15 دقيقة، يخرج الإناء من الحمام و يرج بقوة. بعد ساعتين، يخرج الإناء و يبرد في درجة حرارة تتراوح بين 20 م° و 25 م°. ينزع الغطاء وتخلط العينة جيدا بتحريكها بملقعة.

ملاحظة - لا يمكن الحصول على نتائج صحيحة إذا انفصلت المادة الدسمة.

6. طريقة العمل**1.6 تحضير الكبسولة**

تسخن الكبسولة (5.3) مع غطائها الموضوع بجانب في جهاز التجفيف (4.3) لمدة ساعة واحدة على الأقل و يوضع الغطاء فوق الكبسولة وتوضع فورا في جهاز نازع للرطوبة (2.3).

تترك لتبرد في درجة حرارة المحيط (30 دقيقة على الأقل) ويتم وزنها بتقريب 0,1 ملغ.

2.6 العينة المأخوذة للتجربة

يوزن بسرعة و بتقريب 0,1 ملغ، 1 غ إلى 5 غ (حسب النسبة المحتملة للمادة الجافة) من العينة المحضرة، في الكبسولة المحضرة (1.6). في حالة الحليب أو القشدة، توضع الكبسولة في وضع مائل حتى تتوزع العينة المأخوذة للتجربة بانتظام في قاعدة الكبسولة. في حالة الحليب المركز غير المسكر، يضاف 3 ملل إلى 5 ملل من الماء المقطر أو ماء ذو نقاوة مكافئة، توضع الكبسولة في وضع مائل لخلط وتوزيع العينة المأخوذة للتجربة بانتظام على قاع الكبسولة.

3.6 التحديد

1.3.6 توضع الكبسولة، بدون غطاء، فوق الحمام المائي (3.3) المثبت بإحكام عند الغليان، حتى يكون قاع الكبسولة معرضا لأقصى حد ممكن للبخار الذي يسخنه مباشرة. تترك الكبسولة لمدة 30 دقيقة.

2.3.6 تخرج الكبسولة من الحمام المائي وتسخن مع غطائها الموضوع جانبا، في جهاز التجفيف (4.3) لمدة ساعتين. يوضع الغطاء فوق الكبسولة التي توضع مباشرة في جهاز نازع للرطوبة (2.3).

5.3 كبسولات ذات قاعدة مسطحة، ارتفاعها من 20

ملم إلى 25 ملم، وقطرها من 50 ملم إلى 75 ملم، مكونة من مادة ملائمة (مثل المعدن غير القابل للأكسدة، النيكل أو الألنيوم)، مزودة بأغطية محكمة جيدا و يمكن نزعها بسهولة.

6.3 حمامات مائية.

1.6.3 حمام مائي، يمكن ضبطه بين 35 م° و 40 م°.

2.6.3 حمام مائي، يمكن ضبطه بين 40 م° و 60 م°.

7.3 جهاز المجانسة، استعمال جهاز المجانسة اختياري (1.5).

4. اقتطاع العينات

يتم أخذ العينة حسب الشروط المناسبة. من المهم أن يستلم المخبر عينة نموذجية ممثلة بالفعل، غير متلفة أو طرأ عليها تغيير أثناء النقل أو التخزين.

5. تحضير مينة للتجربة**1.5 الحليب**

توضع العينة في درجة حرارة من 20 م° إلى 25 م°. تخلط بعناية حتى يتم الحصول على توزع متجانس للمادة الدسمة في العينة. لا يبالغ في التحريك بقوة لتجنب تشكل الرغوة أو مخض للمادة الدسمة. إذا كان من الصعب توزيع طبقة القشدة، تسخن ببطء من 35 م° إلى 40 م°، فوق حمام مائي (1.6.3) مع الخلط بعناية لمزج القشدة العالقة في الإناء. تبرد العينة بسرعة في درجة حرارة تتراوح بين 20 م° و 25 م°.

يمكن استعمال جهاز المجانسة لتسهيل توزيع المادة الدسمة.

ملاحظة - لا يمكن الحصول على نتائج صحيحة إذا كانت العينة تحتوي على مادة دسمة سائلة ظاهرة أو إذا كانت جزيئات بيضاء ذات شكل غير متجانس ظاهرة و عالقة على جدران الإناء.

2.5 القشدة

تسخن العينة ببطء في درجة حرارة تتراوح بين 35 م° و 40 م°، فوق حمام مائي (1.6.3) تخلط أو تحرك القشدة بحذر ولا يبالغ في الرج لاجتناب تشكل الرغوة أو المخض. تبرد العينة بسرعة في درجة حرارة تتراوح بين 20 م° و 25 م°. من الملائم أن يبقى الإناء مكشوفاً أقل وقت ممكن حتى يمكن التقليل من تبخر الماء لأدنى حد ممكن أثناء الخلط.

ملاحظة - لا يمكن الحصول على نتائج صحيحة إذا كان خليط العينة غير متجانس أو إذا كانت العينة تظهر بداية للمخض أو مؤشرات أخرى غير عادية.

للمادة الجافة من أجل 100 غ من المنتج، بمعدل أكثر من مرة في 20 حالة في التطبيق العادي والصحيح للمنهج :

- للحليب 0,20 غ
- للقشدة 0,35 غ
- للحليب المركز غير المسكر 0,50 غ



3.3.6 تترك الكبسولة لتبرد في درجة حرارة المحيط (30 دقيقة على الأقل) وتوزن بتقريب 0,1 ملغ.

4.3.6 تسخن الكبسولة من جديد مع غطائها الموضوع جانبا في جهاز التجفيف لمدة ساعة واحدة.

يوضع الغطاء فوق الكبسولة التي توضع مباشرة في جهاز نازع للرطوبة. تترك لتبرد كما هو الحال في (3.3.6) ويتم وزنها بتقريب 0,1 ملغ.

5.3.6 تكرر العمليات الموصوفة في (4.3.6) حتى يكون الفرق الكتلي بين وزنين متتاليين لا يتجاوز 1 ملغ. تسجل أصغر قيمة للكتلة.

7. التعبير من النتائج

1.7 طريقة الحساب

تساوي المادة الجافة، المعبر عنها بالنسبة المئوية للكتلة :

$$100 \times \frac{K_2 - K_0}{K_1 - K_0}$$

حيث :

K_0 هي الكتلة بالغرام للكبسولة و الغطاء (1.6).
 K_1 هي الكتلة بالغرام للكبسولة، والغطاء والعينة المأخوذة للتجربة (2.6).
 K_2 هي الكتلة بالغرام للكبسولة والغطاء والعينة الجافة المأخوذة للتجربة (5.3.6).
تحسب القيمة المحصل عليها بتقريب 0,01 % (نسبة كتلية).

2.7 الدقة

ملاحظة - يعبر عن قيم التكرارية وقابلية إعادة التجربة عند مستوى احتمال 95 % وهي مأخوذة من نتائج تجربة بين المخابر.

1.2.7 التكرارية

لا يتجاوز الفرق بين نتيجتين فرديتين، محصل عليهما على نفس المنتج الذي يخضع للتجربة من نفس المحلل الذي يستعمل نفس الأجهزة في أقصر مجال من الزمن، القيم الآتية للمادة الجافة من أجل 100 غ من المنتج، بمعدل أكثر من مرة في 20 في التطبيق العادي والصحيح للمنهج:

- للحليب 0,10 غ
- للقشدة 0,20 غ
- للحليب المركز غير المسكر 0,30 غ

2.2.7 قابلية إعادة التجربة

لا يتجاوز الفرق بين نتيجتين فرديتين ومستقلتين، محصل عليهما من محللين يعملان في مخبرين مختلفين على نفس المنتج، القيم الآتية

المادة 2: من أجل تحديد النسبة الكلية للمادة الجافة للأجبان والأجبان الطرية، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 5 صفر عام 1435 الموافق 8 ديسمبر سنة 2013.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد النسبة الكلية للمادة الجافة للأجبان والأجبان الطرية

يعتبر هذا المنهج مرجعا لتحديد النسبة الكلية للمادة الجافة للأجبان والأجبان الطرية.

1. التعريف

لاحتياجات هذا المنهج، يطبق التعريف الآتي:

النسبة الكلية للمادة الجافة للأجبان

هي النسبة الكتلية للمواد، محددة حسب طريقة العمل المبينة في هذا المنهج.

ملاحظة - يعبر عن النسبة الكلية للمادة الجافة بالنسبة المئوية للكتلة (نسبة كتلية).

2. المبدأ

تجفف عينة مأخوذة للتجربة موزونة وممزوجة مع الرمل عن طريق التسخين في جهاز التجفيف مضبوط في 102°م.

توزن العينة المأخوذة للتجربة والمجففة حتى يمكن تحديد الكتلة المفقودة.

3. الكواشف

تستعمل فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها وماء مقطر أو منزوع المعادن أو ماء ذو نقاوة مكافئة على الأقل، إلا في حالة وجود تعليمات مخالفة.

1.3 محلول حمض الكلوريدريك (HCL)، نسبة كتلية 25%.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 5 صفر عام 1435 الموافق 8 ديسمبر سنة 2013، يجعل منهج تحديد النسبة الكلية للمادة الجافة للأجبان والأجبان الطرية إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 13-312 المؤرخ في 5 ذي القعدة عام 1434 الموافق 11 سبتمبر سنة 2013 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 05-465 المؤرخ في 4 ذي القعدة عام 1426 الموافق 6 ديسمبر سنة 2005 والمتعلق 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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد النسبة الكلية للمادة الجافة للأجبان والأجبان الطرية إجباريا.

2.3 رمل الكوارتز أو رمل البحر.

1.2.3 يجب أن يكون الرمل ذا حبيبات تسمح له بالمرور عبر غربال من نسيج معدني تبلغ مساماته 600 μ m ويثبت بغربال تبلغ مسامته 150 μ m.

يجب أن تتوفر في الرمل متطلبات تجربة القبول المبينة في (2.2.3).

2.2.3 يوضع حوالي 20 غ من الرمل في كبسولة ذات قاعدة مسطحة (4.4) مزودة بقضيب لتحريك (5.4). تسخن كل من الكبسولة مفتوحة مع الرمل وغطائها وقضيب التحريك في جهاز التجفيف (3.4) مضبوطا في 102°م لمدة ساعتين على الأقل. يوضع الغطاء فوق الكبسولة وتترك لتبرد في جهاز نازع الرطوبة (2.4) حتى تصل درجة حرارة غرفة الوزن. توزن الكبسولة مع غطائها في الحين بتقريب 1 ملغ وتسجل الكتلة بأربعة أرقام بعد الفاصلة.

ينزع الغطاء من الكبسولة ويرطب الرمل بحوالي 5 ملل من الماء، يخلط الماء بالرمل بواسطة قضيب التحريك، تسخن كل من الكبسولة مفتوحة وغطاؤها وقضيب التحريك في جهاز التجفيف (3.4) مضبوطا في 102°م لمدة 4 ساعات على الأقل، يوضع الغطاء من جديد فوق الكبسولة وتترك لتبرد في جهاز نازع الرطوبة (2.4) حتى تصل درجة حرارة غرفة الوزن. توزن الكبسولة مع غطائها بتقريب 1 ملغ وتسجل الكتلة بأربعة أرقام بعد الفاصلة. يجب ألا يتجاوز الفرق بين الوزنين 1 ملغ.

3.2.3 إذا لم يتوفر هذا الشرط، يعالج الرمل بالطريقة الآتية:

يُغمر الرمل في محلول حمض الكلوريدريك (1.3) ويُترك فيه لمدة ثلاثة أيام، مع التحريك من حين لآخر. ينزع السائل الذي يطفو قدر الإمكان. يغسل الرمل بالماء حتى نهاية التفاعل الحمضي للسائل الذي يطفو. يسخن الرمل في حوالي 160°م لمدة 4 ساعات على الأقل. يعاد بعد ذلك إجراء تجربة القبول المبينة في (2.2.3).

4. التجهيزات

التجهيزات المتداولة في المختبر لا سيما ما يأتي:

1.4 ميزان تحليلي، باستطاعته أن يزن بتقريب 1 ملغ وبدقة القراءة 0,1 ملغ.

2.4 جهاز نازع الرطوبة، مملوء بمجفف ملائم (مثلا هلام السيليس مجفف حديثا ويحتوي على مؤشر هيغرومتر).

كما يمكن استعمال صفيحة معدنية أو زجاجية كبديل تكون مناسبة لتجفيف سريع للكبسولات. يجب أن توضع هذه الصفيحة في خزانة مغلقة يمر عبرها تدفق الهواء الجاف.

3.4 جهاز تجفيف مُهرى، ذو تسخين كهربائي مزود بنوافذ تهوية مفتوحة تماما، مضبوط في (102 ± 2)°م ويحتفظ بدرجة حرارة منتظمة في كل نقطة من حيز العمل. يجب أن يكون جهاز التجفيف مزودا بمقياس درجة حرارة ملائم.

4.4 كبسولات ذات قاعدة مسطحة، من مادة ملائمة (مثلا معدن غير قابل للأكسدة، النيكل أو الألومنيوم)، ارتفاعها من 20 ملم إلى 25 ملم ويتراوح قطرها بين 60 ملم و80 ملم ومزودة بأغطية ملائمة وسهلة النزاع.

5.4 قضبان التحريك، من زجاج أو من معدن، ذات نهاية مسطحة وطول كاف حتى يمكن لقضيب التحريك أن يرتكز على الجدران الداخلية للكبسولة مشكلا زاوية مباشرة تحت الحافة.

6.4 جهاز للسحق أو للكشط، سهل التنظيف وملائم لتحضير عينة التجربة.

5. اقتطاع العينة

من الأحسن أن يتلقى المختبر عينة نموذجية فعلا، غير متلفة ولم تتغير أثناء النقل والتخزين.

يجرى اقتطاع العينة حسب منهج ملائم.

تحفظ عينات التجربة في درجة حرارة تتراوح بين 0°م و20°م وذلك ابتداء من اقتطاع العينة حتى الشروع في طريقة العمل. يجب ألا يتأثر تركيب العينات أثناء التخزين.

6. تحضير العينة للتجربة

قبل التحليل، تنزع القشرة أو الطبقة الخارجية أو الطبقة الفطرية للجبن حتى يتم الحصول على عينة نموذجية للجبن كما يستهلك عادة.

تسحق أو تكشط العينة للتجربة باستعمال جهاز ملائم للسحق أو البشر (6.4)، تخلط بسرعة الكتلة المسحوقة أو المبشورة وإذا اقتضى الأمر، وذلك في حالة الأجبان ذات عينة صلبة أو نصف صلبة، تسحق للمرة الثانية وتخلط من جديد بعناية. في حالة الأجبان ذات عجينة صلبة أو نصف صلبة من المستحسن أن تقطع إلى مربعات ضلعها حوالي 15 ملم.

تخلط المربعات برجها في وعاء، تسحق أو تبشر العينة للتجربة كما هو مبين سابقا. ينظف الجهاز بعد تحضير كل عينة.

جهاز نازع الرطوبة. عندما تبرد الكبسولة تخرج من جهاز نازع الرطوبة وتوزن مع غطائها وقضيب التحريك بتقريب 1 ملغ وتسجل الكتلة بأربعة أرقام بعد الفاصلة.

ترتبط مدة التبريد المبينة في (2.2.7)، (4.3.7) و (5.3.7) بقدرة تبريد جهاز نازع الرطوبة لكن كذلك بعدد الكبسولات الموضوعة داخل جهاز نازع الرطوبة وبكتلتها وبالمادة التي تتكون منها.

من الأحسن أن تكون مدة التبريد محددة بالتجربة.

3.7 التحديد

1.3.7 توضع الكبسولة في وضع مائل للسماح بانزلاق الرمل على جانب هذه الأخيرة. توضع بتقريب 3 غ من عينة التجربة (6) فوق سطح الكبسولة الخالي من الرمل وتوزن الكبسولة وكذلك غطاؤها وقضيب التحريك بتقريب 1 ملغ وتسجل الكتلة بأربعة أرقام بعد الفاصلة.

2.3.7 تخلط العينة المأخوذة للتجربة مع الرمل بعناية ويوزع الخليط بطريقة متجانسة فوق قاع الكبسولة. تترك النهاية المسطحة لقضيب التحريك في الخليط والنهاية الأخرى مرتكزة على جدار الكبسولة.

ملاحظة - يمكن أن يكون خلط الرمل بأجبان ذات عجينة صلبة أكثر سهولة بإضافة حوالي 3 ملل من الماء حتى يتشبع الرمل.

3.3.7 تسخن الكبسولة مع غطائها الموضوع بجانبها في جهاز التجفيف (3.4) مضبوطا في 102°م يترك محتوى الكبسولة حتى يصل إلى 102°م ثم يجفف المحتوى لمدة 3 ساعات على الأقل.

4.3.7 يوضع الغطاء من جديد فوق الكبسولة وتترك هذه الأخيرة لتبرد في جهاز نازع الرطوبة (2.4) حتى تصل درجة حرارة المحيط. توزن الكبسولة مع غطائها بتقريب 1 ملغ وتسجل الكتلة بأربعة أرقام بعد الفاصلة.

5.3.7 تسخن من جديد الكبسولة مع غطائها كما هو مبين في (3.3.7)، لكن لمدة ساعة عوضا عن 3 ساعات. يوضع الغطاء من جديد فوق الكبسولة وتترك لتبرد حتى تصل درجة حرارة المحيط في جهاز نازع الرطوبة (2.4)، توزن من جديد الكبسولة مع غطائها بتقريب 1 ملغ وتسجل الكتلة بأربعة أرقام بعد الفاصلة.

إذا كانت العينة غير قابلة للسحق أو الكشط تخلط بعناية عن طريق العجن الجيد، مثلا في مهراس. يجب الحرص على تجنب أي فقد للرطوبة.

تحفظ العينة المحضرة في وعاء مغلق بإحكام ولايسمح بدخول الهواء إلى حين إجراء التحليل الذي يجب أن يتم في أقرب أجل بعد السحق.

مع ذلك، إذا كان لا بد من مهلة فتؤخذ كل الاحتياطات من أجل ضمان حفظ ملائم للعينة. في حالة التبريد، ترد العينة إلى درجة حرارة المحيط. تخلط العينة بعناية لمنع تسرب الرطوبة داخل الجبن الذي يحدث أثناء التبريد والتسخين. التأكد من إعادة دمج، بانتظام وبطريقة ملائمة، لكل تكتل فوق المساحة الداخلية للوعاء في عينة التجربة.

لا يجري التحليل للجبن المسحوق الذي يظهر عليه تكاثر فطريات غير مرغوب فيها أو علامات تلف.

7. طريقة العمل

1.7 التجربة على بياض

موازاة مع التحديد الذي يجري على العينة المأخوذة للتجربة (3.7)، تجرى تجربة على بياض حسب نفس طريقة عمل تحضير الكبسولة (2.7) والتحديد (3.7)، لكن بدون العينة المأخوذة للتجربة.

2.7 تحضير الكبسولة

1.2.7 تسخن الكبسولة وهي مفتوحة (4.4) وتحتوي على حوالي 20 غ من الرمل (2.3) وكذلك غطائها وقضيب التحريك (5.4) في جهاز التجفيف (3.4) مضبوطا في 102°م. يترك محتوى الكبسولة حتى يصل إلى 102°م ثم يجفف المحتوى لمدة ساعة على الأقل.

تبدأ فترة التجفيف المبينة في (1.2.7) و (3.3.7) و (6.3.7) عندما يصل محتوى الكبسولة إلى درجة حرارة 102°م. يرتبط الوقت اللازم للوصول إلى هذه الدرجة من الحرارة بالطاقة وتواتر التهوية وحجم جهاز التجفيف. تتعلق كذلك مدة ارتفاع درجة الحرارة بعدد الكبسولات الموضوعة في جهاز التجفيف وبكتلتها وبالمادة التي تتكون منها. من الأحسن أن تكون مدة ارتفاع درجة الحرارة محددة بالتجربة.

2.2.7 يوضع الغطاء من جديد فوق الكبسولة ويوضع فوراً في جهاز نازع الرطوبة (2.4). تترك الكبسولة لتبرد حتى تصل إلى درجة حرارة المحيط في

2.9 قابلية إعادة التجربة

لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتين منفردتين لتجربة متحصل عليهما عن طريق نفس المنهج وعلى نفس المادة الخاضعة للتجربة في مخابر مختلفة من طرف محللين مختلفين يستعملون تجهيزات مختلفة، 0,55 % (من الكتلة) إلا في 5% من الحالات على الأكثر.

6.3.7 يعاد إجراء طريقة العمل المبينة في (5.3.7) حتى يلاحظ بين وزنين متتاليين نقص في الكتلة أقل أو يساوي 2 ملغ أو ارتفاع في الكتلة. يسجل الحد الأدنى لكتلة الكبسولة.

8. الحساب والتعبير من النتائج

1.8 الحساب

تحتسب النسبة الكلية للمادة الجافة في عينة التجربة، ن.ك م ج، معبرا عنها بالنسبة المئوية للكتلة بواسطة المعادلة الآتية :

$$\text{ن.ك م ج} = \frac{(ك_2 - ك_0) - (ك_3 - ك_4)}{ك_1 - ك_0} \times 100\%$$

حيث:

ك₀: هي كتلة الكبسولة المحضرة بالغرام (2.2.7)،

ك₁: هي كتلة العينة المأخوذة للتجربة والكبسولة بالغرام قبل نزع الرطوبة (1.3.7)،

ك₂: هي كتلة العينة المأخوذة للتجربة والكبسولة بالغرام بعد نزع الرطوبة (6.3.7)،

ك₃: هي كتلة الكبسولة المستعملة للتجربة على بياض (1.7) بالغرام، لنفس مدة نزع الرطوبة بالنسبة لك₂ (6.3.7)،

ك₄: هي كتلة الكبسولة المحضرة (2.2.7) المستعملة للتجربة على بياض بالغرام (1.8).

2.8 التعبير من النتائج

يعبر عن النتائج المتحصل عليها برقمين بعد الفاصلة.

9. الدقة

1.9 التكرارية

لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتين منفردتين ومنفصلتين لتجربة متحصل عليهما عن طريق نفس المنهج وعلى نفس المادة الخاضعة للتجربة في نفس المخبر ومن طرف نفس المحلل الذي يستعمل نفس التجهيزات في مدة زمنية قصيرة 0,35 % (من الكتلة) إلا في 5% من الحالات على الأكثر.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 20 شوال عام 1434 الموافق 27 غشت سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة الأزوت 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 05-465 المؤرخ في 4 ذي القعدة عام 1426 الموافق 6 ديسمبر سنة 2005 والمتعلق 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 والمتعلق بالمواصفات التقنية لأنواع الحليب المركز غير المحلى والمحلى وشروط عرضها وكيفياتها،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الأزوت البروتيني في الحليب إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الأزوت البروتيني في الحليب، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 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

لتطلبات 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 (CCl₃COOH)

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

2.7 التحديد المباشر

1.2.7 الترسيب والترشيح

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

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

تجمع الرشاحة في حوالة نظيفة مخروطية الشكل. تبقى كمية من الراسب في كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدين 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 الحوالة 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 الحوالة 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

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 الكلور هيدريك

(HCl) تركيزه $(0,0005 \pm 0,1)$ مول/ل

4. التجهيزات

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

1.4 حمام مائي، يمكن ضبطه عند $38^\circ \text{م} \pm 2^\circ \text{م}$ ،

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) مغلي في درجة حرارة $38^\circ \text{م} \pm 2^\circ \text{م}$. تخلط العينة جيدا و يرفق 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 $\pm 0,1$ 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 $\pm 0,1$ 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 التمعدين بالمنهج المختار من طرف المخبر.

حيث :

W_{pn} : هي نسبة الأزوت البروتيني لعينة التجربة، بالنسبة الكتلية،

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

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

M_r : 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. مثلاً 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 المخبر.

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 W_p لعينة التجربة عن طريق المعادلة الآتية :

$$W_p = W_{pn} \times 6,38$$

حيث :

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

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

3.2.7 عملية التمعدين والتقطير

يضاف إلى كرة (Kjeldahl) أو أنبوب التمعدين كمية مناسبة من عناصر مسهلة للغليان، محلول سولفات البوتاسيوم، محلول سولفات النحاس وحمض الكبريت و تتبع عملية التمعدين 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 من النتائج**1.8 حساب نسبة الأزوت البروتيني**

1.1.8 تحسب نسبة الأزوت البروتيني W_{pn} لعينة التجربة عن طريق المعادلة الآتية :

$$M_r (V_s - V_b) 1,4007$$

$$W_{pn} = \frac{M_r (V_s - V_b) 1,4007}{m}$$

m

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 المؤرخ في 5 ذي القعدة عام 1434 الموافق 11 سبتمبر سنة 2013 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 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، المعدل والمتمم 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 بلادة

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 لمطلوبات 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.

2.1 تحديد نسبة المادة الدسمة للجبن

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

ملاحظة - يعبر 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/ ملل، أي ما يوافق كتلة حجمية من 61,72% إلى 62,63% لـ H₂SO₄، 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 البننتانول الثنائي، 2- ميثيل بوتان 2- كحول، فوران 2- ألدهيد (فورفورال، فوران 2- كاربوكسالديهد، 2- فورالديهد)، 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- فورالديهد 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 الإيزوأميليك 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 المجرى بمعيار كحول إيزوأميليك.

إيزوأميليك الخاضعة للتحقق، عن أكثر من 0,015% لكتلة المادة الدسمة من القيمة المتوسطة المتحصل عليها بكحول إيزوأميليك المعياري.

بدلا من الكحول الإيزوأميليك المخصص، يمكن استعمال كحول إيزوأميليك اصطناعي أو بديل، ملون عند الضرورة بشرط أن يكون معترفا به و ذلك حسب طريقة العمل المبنية في هذه الفقرة.

4. التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر و لا سيما ما يأتي :

1.4 مقياس الزبد فان قليك (Van Gulik)،

2.4 جهاز وزن، مكيف بسداة عريضة لمقياس الزبد، يمكن أيضا استعمال كبسولة أو ورقة من بلاستيك،

3.4 ماصة أو أجهزة قياس آلية، تسمح بتسريح حمض الكبريت (1.3)،

4.4 ماصة أو أجهزة قياس آلية، تسمح بتسريح (1 ± 0,05) ملل من كحول إيزوأميليك (2.3)،

5.4 ميزان تحليلي، قادر على الوزن بتقريب 0,001 غ،

6.4 جهاز طرد مركزي، حيث يمكن وضع مقياس الزبد، مزود بمؤشر تردد ذو دوران مدرج بعدد الدورات في الدقيقة مع قدرة تحمل قصوى تقدر بـ 50 دورة/دقيقة، و من الأفضل أن يكون ذا شحنة عمودية وليس أفقية.

يجب أن يكون جهاز الطرد المركزي عند التحميل، قادرا في دقيقتين (2) على إحداث تسارع طرد مركزي نسبي بـ (350 ± 50) غ في نهاية سداة مقياس الزبد،

يمكن الحصول على مثل هذا التسارع بأجهزة الطرد المركزي التي تحتوي على الشعاع الفعّال الآتي (بعد أفقي بين محور جهاز الطرد المركزي والنهية الخارجية لسدادات مقياس الزبد) والعاملة على تردد الدوران المبين في الجدول الآتي :

1.6.2.3 معيار كحول إيزوأميليك (iso-amylique)

يقطر كحول إيزوأميليك المرضي لمتطلبات (1.2.3) إلى (5.2.3)، مع عمود تجزئة لائق، بأخذ جزء في مجال درجة حرارة يقدر بـ 2°م بين 128°م و 131,5°م (5.2.3).

تجرى التجارب الآتية على هذا الجزء :

أ) عند مراقبته عن طريق الاستشراب الغازي-السائل، يجب أن يتألف على الأقل من 99% (نسبة كتلية) من ميثيل 3-بوتانول 1- و ميثيل 2-بوتانول 1-، بجب أن تكون الشوائب الأخرى عدا الميثيل 2-بروبانول 1- و البوتانول 1- موجودة على شكل آثار.

ب) عند تقطيره جزئيا، يجب أن تعطي 10% الأولى من الحجم و 10% الأخيرة من الحجم المستجمع عند مقارنتها بطريقة العمل المبنية في (2.6.2.3) نسب للمادة الدسمة للحليب لا تختلف عن أكثر من 0,015% في الكتلة.

إذا توافق هذا الجزء من هاتين التجربتين، فيمكن اعتبار كحول إيزوأميليك معيارا. يمكن استعمال كحول الإيزوأميليك المعياري لعدة سنوات إذا تم حفظه في مكان دافئ و بارد.

2.6.2.3 طريقة العمل لتجارب المقارنة

تحدد لمرتين، عن طريق منهج جربير (Gerber)، نسبة المادة الدسمة لأربع عينات من الحليب الكامل الذي يحتوي على نسبة متوسطة من المادة الدسمة، بالاستعانة بمقياس الزبد الذي يكون قد حدد فيه خطأ التدريب مسبقا، و حمض الكبريت ذو نوعية مناسبة.

يستعمل في عينة من كل زوج، 1 ملل من كحول إيزوأميليك الذي أخضع للتحقق و في الآخر 1 ملل من معيار كحول إيزوأميليك المعياري (1.6.2.3).

تحفظ مقاييس الزبد الموضوعة عشوائيا ابتداء من الرج حتى نهاية العملية. تجرى القراءات (من طرف شخصين على الأقل) بتقريب 0,02% لكتلة المادة الدسمة ثم تصحح بعد الأخذ بعين الاعتبار أخطاء سلم مقياس الزبد.

يجب ألا تختلف النسبة المتوسطة للمادة الدسمة للأربع عينات من الحليب المتحصل عليها بكحول

من الجبن كما يستهلك، تسحق العينة بواسطة جهاز السحق الملائم (9.4) و يمزج بسرعة الجزء المسحوق و إذا أمكن يسحق و يمزج بعناية مرة ثانية.

إذا لم نتمكن من سحق العينة (مثل الجبن الطري)، يمزج بعناية مع عجة بقوة.

تنقل مباشرة العينة المعالجة مسبقا أو قطعة ممثلة من هذه الأخيرة في وعاء مزود بغطاء لا ينفذ منه الهواء.

يجرى التحليل في أسرع وقت ممكن بعد السحق والمزج. إذا كانت هناك مهلة ضرورية فتأخذ كل الاحتياطات لحفظ العينة بطريقة لائقة تجنباً لتكاثف بخار الماء داخل الوعاء.

ينصح بعدم تحليل الأجبان المسحوقة أو الممزوجة التي تظهر نمو فطريات غير مرغوب فيها أو علامات لبداية التلف.

ينظف الجهاز بعد سحق كل عينة.

2.6 أخذ العينة للتجربة

توزن بتقريب 0,005 غ، 3 غ من عينة التجربة (1.6) في جهاز وزن مكيف بسدادة ملائمة (2.4) أو في كبسولة، أو على ورقة من مادة بلاستيكية.

3.6 التحديد

1.3.6 إذا استعمل جهاز وزن ملائم لسدادة، يغلق عنق مقياس الزبد (1.4) بهذه السدادة المزودة بجهاز وزن يحتوي على العينة المأخوذة للتجربة ويضاف حمض الكبريت (1.3) عبر الفتحة الضيقة حتى يبلغ ارتفاع مستوى الحمض حوالي ثلثي حجرة مقياس الزبد و يكون جهاز الوزن مغطى تماماً بـحمض الكبريت.

إذا لم يستعمل جهاز الوزن، تغلق الفتحة الضيقة لمقياس الزبد (1.4) بالسدادة الصغيرة و يدخل حمض الكبريت عبر العنق حتى يبلغ ارتفاع مستوى حمض الكبريت نصف الحجرة تقريبا.

يسكب الجبن في مقياس الزبد. و في حالة استعمال ورقة بلاستيكية يدخل الجبن مع الورقة. يغلق العنق بالسدادة الكبيرة و يقلب مقياس الزبد و تنزع السدادة الصغيرة.

2.3.6 يوضع مقياس الزبد بحيث يكون العنق للأسفل (أي الفتحة العريضة) لمدة 5 دقائق في حمام مائي (7.4)، في (2 ± 65)°م.

الشعاع الفعال لجهاز الطرد المركزي و تردد الدوران لإنتاج تسارع طرد مركزي بـ (350 ± 50) غ

الشعاع الفعال ملم	تردد الدوران ± 70 دورة/دقيقة
240	1140
245	1130
250	1120
255	1110
260	1100
265	1090
270	1080
275	1070
300	1020
325	980

ملاحظة - يعطى تسارع الطرد المركزي النسبي المتحصل عليه في جهاز الطرد المركزي في الصيغة التالية :

$$1,12 \cdot r \cdot n^2 \times 10^{-6}$$

حيث :

r : هو الشعاع الأفقي الفعال، بالمليمتر،

n : هو تردد الدوران، بعدد الدورات في الدقيقة.

7.4 حمام مائي لمقياس الزبد، يمكن ضبطه عند درجة حرارة (2 ± 65) °م و في وضعية عمودية (1.4)، يجب أن تكون فيها السلالم مغمورة كلياً،

8.4 مقياس درجة الحرارة، يكون ملائماً و موجهها للتحقق من درجة حرارة الحمام المائي (7.4).

9.4 مكشط، أو جهاز آخر لسحق الجبن.

5. اقتطاع العينة

من الضروري أن يتلقى المخبر عينة ممثلة حقاً، ولم تتلف أو تتغير خلال النقل و التخزين.

6. طريقة العمل

1.6 تحضير العينة للتجربة

تنزع من الجبن القشرة أو الجزء السطحي المحتوي على فطريات، بطريقة تسمح بالحصول على عينة ممثلة

3.3.6 ينزع مقياس الزبد من الحمام المائي ويمزج بقوة مدة 10 ثوانٍ.

4.3.6 تعاد العمليات المذكورة في (2.3.6) و(3.3.6) حتى تذوب البروتينات كلياً. عموماً ساعة واحدة تكون ضرورية للحصول على هذه النتيجة. تواصل هذه العمليات مدة 15 ثانية بعد أن تذوب البروتينات.

ملاحظة - من الممكن استعمال جهاز رج ميكانيكي من أجل إعطاء نفس نتائج الرج اليدوي المحدد أعلاه.

5.3.6 ينزع مقياس الزبد من الحمام المائي و بعد الرج بعناية يضاف 1 ملل من كحول إيزوأميليك (2.3) من خلال الفتحة الضيقة و يرج مباشرة خلال 3 ثوانٍ على الأقل.

6.3.6 يضاف حمض الكبريت من الفتحة الضيقة حتى يبلغ مستوى خط المعلم 35% من السلم ويغلق مباشرة بواسطة السدادة الصغيرة ثم يقلب جهاز مقياس الزبد.

7.3.6 يرج مقياس الزبد بقوة خلال 10 ثوانٍ وعند ارتفاع المادة الدسمة في الحجرة. يقلب من جديد حتى يسيل الحمض من الساق. تعاد مرتين عمليتي القلب و الرج.

8.3.6 يوضع مقياس الزبد بحيث يكون العنق للأسفل في حمام مائي خلال 5 دقائق من ضبط مستوى الماء فوق قمة عمود المادة الدسمة داخل مقياس الزبد.

9.3.6 يستخرج مقياس الزبد من الحمام المائي وتضبط السدادة العريضة بطريقة تجعل عمود المادة الدسمة داخل الجزء المدرج، و يجرى طرد مركزي لمقياس الزبد بتسارع طرد مركزي نسبي يقدر بـ (350 ± 50) غ خلال 10 دقائق.

10.3.6 يوضع مقياس الزبد بحيث يكون العنق للأسفل في حمام مائي لمدة 5 دقائق و يضبط مستوى الماء فوق قمة عمود المادة الدسمة بمقياس الزبد.

11.3.6 ينزع مقياس الزبد من الحمام المائي وتضبط السدادة العريضة بعناية لجلب الطرف السفلي لعمود المادة الدسمة بنقله على الأقل إلى خط المعلم ومن الأفضل إلى خط معلم مرقم. تجرى العملية من الأفضل بشد السدادة قليلاً مع عدم غرزها بشدة في العنق.

يسجل خط المعلم الذي يوافق الطرف السفلي لعمود المادة الدسمة مع مراعاة عدم تحريك هذه الأخيرة و يسجل في أسرع وقت ممكن خط المعلم الذي يوافق النقطة السفلية للسطح الهلالي الواقع في قمة عمود المادة الدسمة، يجب أن تجرى هذه القراءة في النصف الأصغر للسلم بتقريب (0,25%).

خلال القراءة، يجب أن يوضع مقياس الزبد عمودياً و أن تكون العين على مستوى نقطة القراءة.

ملاحظة - إذا كانت المادة الدسمة عكرة أو ذات لون داكن أو إذا وجد راسب أسود أو أبيض في أسفل عمود المادة الدسمة لن تكون النقطة المتحصل عليها لنسبة المادة الدسمة صحيحة.

7. التعبير من النتائج

1.7 طريقة الحساب

يعبر عن نسبة المادة الدسمة بالغرام لـ 100 غ من الجبن و تساوي :

$$B - A$$

حيث :

A : القراءة المجرأة على الطرف السفلي لعمود المادة الدسمة،

B : القراءة المجرأة على الطرف العلوي لعمود المادة الدسمة.

2.7 التكرارية

الفرق المطلق بين نتيجتي تجربتين فرديتين مستقلتين، متحصل عليهما عن طريق نفس المنهج وعلى نفس المنتج الخاضع للتجربة و في نفس المخبر ومن طرف نفس المحلل المستعمل لنفس الأجهزة و في أصغر مجال من الزمن، لا يتجاوز قيمة تقابل درجة واحدة (0,5%).

وزارة التجارة

قرا مؤرخ في 26 رمضان عام 1434 الموافق 4 غشت سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة المادة الدسمة في الحليب إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 12-326 المؤرخ في 7 شوال عام 1433 الموافق 4 سبتمبر سنة 2012 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

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

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

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

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

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 7 ربيع الثاني عام 1418 الموافق 10 غشت سنة 1997 والمتعلق بالمواصفات التقنية لأنواع الحليب المركز غير المحلي والمحلي وشروط وكيفيات عرضها،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 13 شعبان عام 1419 الموافق 2 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية لأنواع الحليب الجاف وشروط وكيفيات عرضها،

– وبمقتضى القرار المؤرخ في 17 رجب عام 1420 الموافق 27 أكتوبر سنة 1999 والمتعلق بمواصفات مسحوق الحليب الصناعي وشروط عرضه وحيازته واستعماله وتسويقه وكيفيات ذلك،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 54-95 المؤرخ في 15 رمضان عام 1415 الموافق 15 فبراير سنة 1995 الذي يحدد صلاحيات وزير المالية،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 316-01 المؤرخ في 28 رجب عام 1422 الموافق 16 أكتوبر سنة 2001 والمتضمن إحداث مركز ثقافي إسلامي وتحديد قانونه الأساسي، لا سيما المادة 4 منه،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 04-08 المؤرخ في 11 محرم عام 1429 الموافق 19 يناير سنة 2008 والمتضمن القانون الأساسي الخاص بالموظفين المنتمين للأسلاك المشتركة في المؤسسات والإدارات العمومية،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 411-08 المؤرخ في 26 ذي الحجة عام 1429 الموافق 24 ديسمبر سنة 2008 والمتضمن القانون الأساسي الخاص بالموظفين المنتمين للأسلاك الخاصة بالإدارة المكلفة بالشؤون الدينية والأوقاف،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 30 صفر عام 1423 الموافق 13 مايو سنة 2002 الذي يحدد التنظيم الإداري لفروع المركز الثقافي الإسلامي،

يقررون ما يأتي :

المادة الأولى : طبقا لأحكام المادة 4 من المرسوم التنفيذي رقم 316-01 المؤرخ في 28 رجب عام 1422 الموافق 16 أكتوبر سنة 2001 والمذكور أعلاه، يحدد هذا القرار إنشاء فرع للمركز الثقافي الإسلامي في كل من ولايتي تندوف والبيض.

المادة 2 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرسمية للجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية.

حرر بالجزائر في 26 محرم عام 1436 الموافق 19 نوفمبر سنة 2014.

وزير المالية

محمد جلاب

وزير الشؤون الدينية
والأوقاف

محمد عيسى

من الوزير الأول

وبتفويض منه

المدير العام للوظيفة العمومية

والإصلاح الإداري

بلقاسم بوشمال

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة المادة الدسمة في الحليب إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة المادة الدسمة في الحليب، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 26 رمضان عام 1434 الموافق 4 غشت سنة 2013.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد نسبة المادة الدسمة في الحليب

منهج غرافيمتري (منهج مرجعي)

يخصص هذا المنهج تقنية مرجعية لتحديد نسبة المادة الدسمة لحليب ذي نوعية فيزيوكيميائية جيدة. يطبق هذا المنهج على حليب البقرة الطازج والنعجة والماعز وعلى الحليب قليل الدسم وعلى الحليب منزوع الدسم وعلى الحليب المحفوظ كيميائيا وعلى الحليب السائل الخاضع للمعالجة. لا يطبق هذا المنهج على الحليب منزوع الدسم في حالة البحث عن دقة كبيرة مثلا لمعرفة مدى فعالية عملية نزع الدسم.

ملاحظة - يسمى هذا المنهج عادة روز - فوثليب.

1. التعريف

لتطلبات هذا المنهج يطبق المصطلح والتعريف الآتيان :

نسبة المادة الدسمة للحليب : هي النسبة الكتلية للمواد محددة بهذا المنهج ويعبر عنها كنسبة كتلية وبالنسبة المئوية.

2. المبدأ

تستخلص كمية من محلول الأمونياك الإيثانولي لعينة مأخوذة للتجربة بواسطة أكسيد ثنائي الإيثيل وإثير البترول. يتم التخلص من المذيبات عن طريق عملية التقطير أو التبخر، ثم تحدد كتلة المواد المستخلصة.

3. الكواشف

عدا تعليمات مخالفة، تستعمل فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها وماء مقطر أو منزوع المعادن أو ماء ذو نقاوة مكافئة على الأقل.

يجب ألا تترك الكواشف بقايا معتبرة عند القيام بالتحديد حسب المنهج المخصص (2.2.7).

1.3 هيدروكسيد الأمونيوم، محلول يحتوي على نسبة كتلية من NH_3 بحوالي 25% ($p20 = 910 \text{ غ/ل}$).

ملاحظة - إذا لم يتوفر لدينا محلول هيدروكسيد الأمونيوم بهذا التركيز، فيمكن استعمال محلول أكثر تركيزا وذو تركيز معروف (1.4.7).

2.3 إيثانول ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)، أو إيثانول مغيّر بالميثانول يحتوي على نسبة حجمية للإيثانول تقدر بـ 94% على الأقل (5.أ).

3.3 محلول أحمر - كونغو، يذوب 1 غ من أحمر كونغو في حوالة مدرجة سعتها 100 ملل (14.4). يكمل الحجم بالماء إلى غاية خط التدرج.

ملاحظة - يستعمل هذا المحلول، الذي يسمح برؤية أحسن للسطح الفاصل بين المذيب والطبقة السائلة، بصفة اختيارية (2.4.7)، ويمكن استعمال محاليل سائلة أخرى من الملونات شريطة ألا تغير نتيجة التحديد.

4.3 أكسيد ثنائي الإيثيل ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$)، خال من البيروكسيدات (أ.3) لا يحتوي على أكثر من 2 ملغ / كلغ من مضادات الأكسدة ومطابق لمواصفات التجربة على بياض (2.2.7، 1.أ) و (4.أ).

ملاحظة - تترتب أخطار عن استعمال أكسيد ثنائي الإيثيل وهناك دراسات قيد الإعداد من أجل استبدال أكسيد ثنائي الإيثيل بكاشف آخر، شرط ألا يغير هذا الأخير النتيجة النهائية للتحديد.

5.3 إثير البترول، ذو درجة غليان محصورة بين 30° م و 60° م، أو كبديل بنتان $\text{CH}_3[\text{CH}_2]_3\text{CH}_3$ ذي درجة غليان 36° م، مطابق لمواصفات التجربة على بياض (2.2.7، 1.أ) و (4.أ).

ملاحظة - من المستحسن استعمال البنتان لأنه أكثر نقاوة وذو نوعية ثابتة.

6.3 خليط المذيبات، تخلط أحجام متساوية من أكسيد ثنائي الإيثيل (4.3) وإثير البترول (5.3) قبل لحظات قليلة من الاستعمال.

4. التجهيزات

ملاحظة - نظرا لكون التحديد يستلزم استعمال المذيبات المتطايرة القابلة للالتهاب، فيجب أن يكون التجهيز الكهربائي المستعمل مطابقا للقوانين الخاصة بأخطار استعمال هذه المذيبات.

أجهزة عادية للمخبر، لا سيما ما يأتي :

1.4 ميزان تحليلي، بإمكانه أن يزن بتقريب 1 ملغ وبدقة مبينة تساوي 0,1 ملغ.

2.4 جهاز الطرد المركزي، الذي يمكن فيه إخضاع حوجلات أو أوعية الاستخلاص (6.4) إلى دوران بتواتر يتراوح من 500 دورة/دقيقة إلى 600 دورة/دقيقة حتى ينتج تسارع مركزي من 80 ج إلى 90 ج في الطرف الخارجي للحوجلات أو الأنابيب.

ملاحظة - إن استعمال جهاز الطرد المركزي اختياري لكن يوصى به (5.4.7).

3.4 جهاز التقطير أو التبخير، يسمح بتقطير المذيبات وإيثانول الحوجلات أو بتبخيرها في أوعية بيشر وكبسولات (12.4.7) في درجة حرارة لا تتجاوز 100° م.

4.4 جهاز نازع للرطوبة، بتسخين كهربائي مزود بمنافذ للتهوية، مفتوحة تماما يمكن ضبطها في درجة حرارة 102 ± 2° م في الوسط المستعمل.

يجب أن يكون جهاز التجفيف مزودا بمقياس درجة حرارة مناسب.

5.4 حمام مائي، يمكن ضبطه في درجة حرارة تتراوح بين 35° م و 40° م.

6.4 حوجلات استخلاص المادة الدسمة، نوع «ماجوني».

ملاحظة - يمكن كذلك استعمال أنابيب استخلاص المادة الدسمة مزودة بمص أو جهاز غسل، لكن طريقة العمل حينئذ تكون مختلفة وهي مبينة في الملاحظة ب. يجب أن تكون الحوجلات مزودة بسدادات من الفلين من نوعية جيدة أو من مادة أخرى [مثلا، مطاط

سيليكوني أو متعدد رباعي فليور الاثيلين (PTFE)] لا تتأثر بالكواشف المستعملة. يجب أن تغسل سدادات الفلين بواسطة أكسيد ثنائي الإيثيل (4.3) وتترك في الماء في 60° م أو أكثر خلال 15 دقيقة على الأقل ثم توضع لتبرد في الماء بطريقة تكون منغمسة لحين استعمالها.

7.4 الركيزة، لتثبيت حوجلات (أو أنابيب) استخلاص المادة الدسمة (6.4).

8.4 قارورة الغسل، يتلائم استعمالها مع خليط المذيبات (6.3).

لا تستعمل قارورات الغسل من البلاستيك.

9.4 أوعية لاسترجاع المادة الدسمة، مثلا حوجلات للغليان (حوجلات ذات قاع مسطح) سعتها من 125 ملل إلى 250 ملل، حوجلات مخروطية سعتها 250 ملل أو كبسولات معدنية.

إذا استعملت كبسولات معدنية، يجب أن تكون من الأفضل من فولاذ غير قابل للأكسدة وذات قاع مسطح ويتراوح قطرها من 80 مم إلى 100 مم وارتفاعها حوالي 50 مم.

10.4 أجهزة تعديل الغليان، خالية من المادة الدسمة ومن خزف غير مسامي أو من كربور السيليسيوم (تكون اختيارية إذا استعملنا كبسولات معدنية).

11.4 مخبرات مدرجة، سعتها من 5 ملل إلى 25 ملل.

12.4 ماصات مدرجة، سعتها 10 ملل.

13.4 ملاقط معدنية، ملائمة لمسك الحوجلات وأوعية بيشر أو الكبسولات.

14.4 حوجلات معايرة، ذات خط تدرج واحد، سعتها 100 ملل.

5. اقتطاع العينة

ينجز اقتطاع العينة في الشروط الملائمة.

من الأحسن أن يتلقى المخبر عينة ممثلة، غير متلفة أو تغيرت أثناء النقل والتخزين.

تحفظ كل من العينات السائلة، اللزجة أو المعجنة في درجة حرارة محصورة بين 2° م و 6° م انطلاقا من لحظة اقتطاع العينة حتى بدء طريقة العمل.

يجب أن توضع العينة المأخوذة للتجربة كليا بقدر الإمكان في الجزء السفلي (الضيق) لحوجلات الاستخلاص.

2.7 التجارب على بياض

1.2.7 تجربة على بياض للمنهج

يقام بتجربة على بياض بالتتالي مع التحديد، باستعمال نفس طريقة العمل ونفس الكواشف، لكن بتعويض العينة المأخوذة للتجربة المبينة في (1.4.7) بـ 10 ملل من الماء (2.أ).

عندما تقوم بتحليل كمية من العينات للتجربة فإنه يمكن لعدد دورات التجفيف أن تتغير بين عينات مختلفة، إذا استعملت عينة على بياض لحصة بأكملها فيجب التأكد من أن قيمة العينة المستعملة على بياض لحساب نسبة المادة الدسمة لعينة فردية تم الحصول عليها في نفس شروط العينة الفردية.

إذا تجاوزت بانتظام القيمة المتحصل عليها للتجربة على بياض 1,0 ملغ، تفحص الكواشف إذا لم يجر ذلك حديثا (2.2.7). يجب أن تسجل التصحيحات التي أجريت لقيم أكبر من 2,5 ملغ، في كشف التحليل.

2.2.7 تجربة على بياض للكواشف

من أجل التحقق من نوعية الكواشف، تجرى تجربة على بياض كما هو مذكور في (1.2.7). بالإضافة إلى ذلك ومن أجل مراقبة الكتل، يستعمل وعاء فارغ لاسترجاع المادة الدسمة، مهيا كما هو مبين في (3.7). يجب أن لا تترك الكواشف بقايا أكبر من 1,0 ملغ (1.أ).

إذا كانت بقايا كواشف التجربة على بياض كاملة أكبر من 1,0 ملغ، تحدد بقايا المذيبات بطريقة منفصلة، بتقطير 100 ملل من أكسيد ثنائي الإيثيل (4.3) وإيثير البترول (5.3) على التوالي. يستعمل وعاء مراقبة فارغ من أجل الحصول على كتلة حقيقية من البقايا والتي يجب ألا تكون أكبر من 1,0 ملغ.

قد يحدث وأن تحتوي الكواشف على مواد متطايرة والتي تكون محجوزة بقوة في المادة الدسمة. إذا كانت هناك تعليمات لوجود مثل هذه المواد، تجري تجارب على بياض لكل الكواشف ولكل مذيب، وذلك باستعمال لكل واحد وعاء للمادة الدسمة مع حوالي 1 غ من المادة الدسمة للزبدة المنزوعة الماء. تقطر من جديد المذيبات بوجود 1 غ من المادة الدسمة للزبدة المنزوعة الماء لـ 100 ملل من المذيب. تستعمل المذيبات مباشرة بعد إعادة التقطير إذا اقتضى الأمر.

6. تحضير عينة للتجربة

توضع عينة التجربة في درجة حرارة $38^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ م، باستعمال الحمام المائي (5.4). تخلط العينة جيدا وبلطف عن طريق تدوير مكرر للوعاء، مع الحرص على تجنب تشكل الرغوة أو المخض ثم تبرد عينة التجربة بسرعة في حوالي $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ م. يجب ألا تبرد عينات الحليب المخوض، لأن هذه الأخيرة يجب أن توزن في درجة حرارة تتراوح بين 30°C م و 40°C م (1.7).

إذا أمكن الحصول على عينة للتجربة متجانسة بدون تسخين مسبق بين $38^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ م (مثلا عينات الحليب المنزوع الدسم)، من الأحسن اتباع طريقة العمل التالية.

تعدل درجة حرارة عينة التجربة في $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ م. تخلط بعناية للتأكد من التوزع المتجانس للمادة الدسمة في عينة التجربة. عدم الرج بشدة لتجنب تشكل رغوة الحليب ومخض المادة الدسمة.

ملاحظة - يجب عدم توقع الحصول على قيمة صحيحة لنسبة المادة الدسمة :

(أ) إذا كان الحليب ممخوضا،

(ب) عند الإحساس برائحة مميزة لأحماض دسمة حرة،

(ج) إذا ظهرت جزيئات بيضاء على جدران وعاء العينة أو طفت قطرات من مادة دسمة على سطح العينة أثناء أو بعد تحضير عينة التجربة.

7. طريقة العمل

ملاحظة 1 - إذا تطلب الأمر التحقق من الاستجابة لشروط المقدمة فيما يخص حد التكرارية (2.9)، فيجرى تحديدين منفصلين وفقا لـ (1.7) إلى (4.7).

ملاحظة 2 - هناك طريقة عمل أخرى تستعمل فيها أوعية إستخلاص المادة الدسمة مزودة بممص أو جهاز غسل (الملاحظة 6.4) المبينة في الملاحظة ب.

1.7 العينة المأخوذة للتجربة

تخلط عينة التجربة (النقطة 6) بتدوير الوعاء بلطف ثلاث أو أربع مرات. توزن فوراً، مباشرة أو بالفصل، بتقريب 1 ملغ، 10 غ إلى 11 غ من عينة التجربة في حوجة الاستخلاص (6.4).

تغير الكواشف أو المذيبات غير المرضية أو يعاد تقطير المذيبات.

3.7 تحضير الوعاء لاسترجاع المادة الدسمة

يجفف الوعاء لمدة ساعة واحدة (9.4) مع بعض معدلات الغليان (10.4) في جهاز التجفيف (4.4) مضبوطا في $102 \pm 2^\circ \text{C}$.

ملاحظة 1 - ينصح باستعمال معدلات الغليان للسماح بغليان خفيف أثناء التخلص من المذيب فيما بعد، لاسيما في حالة الأوعية الزجاجية ويكون استعمالها اختياريا في حالة الكبسولات المعدنية.

يحفظ الوعاء من الغبار ويترك ليبرد في غرفة الوزن (الأوعية الزجاجية لمدة ساعة واحدة على الأقل، الأوعية المعدنية لمدة 30 دقيقة على الأقل).

ملاحظة 2 - من الأحسن ألا يوضع الوعاء في جهاز نازع للرطوبة، لاجتناب تبريد غير كاف أو مراحل تبريد طويلة ومبالغ فيها.

يوضع الوعاء على الميزان وبواسطة ملقاط (13.4)، يوزن الوعاء بتقريب 1,0 ملغ من أجل استرجاع المادة الدسمة.

ملاحظة 3 - من الأحسن استعمال ملاقط لتجنب تغيرات درجة الحرارة بالخصوص.

4.7 التحديد

1.4.7 يبدأ التحديد في مدة ساعة واحدة حسب عملية وزن العينة.

يضاف 2 ملل من محلول هيدروكسيد الأمونيوم (1.3) إلى العينة المأخوذة للتجربة (1.7) الموجودة في حوجلة الاستخلاص أو حجم مكافئ من محلول أكثر تركيزا (الملاحظة 1.3). يخلط بشدة مع العينة المأخوذة للتجربة في البصلة الضيقة للحوجلة.

2.4.7 يضاف 10 ملل من الإيثانول (2.3) ويخلط بلطف ولكن بعمق ومع ترك محتوى الحوجلة في ذهاب وإياب بين البصلتين. يتجنب وصول السائل بالقرب من عنق الحوجلة.

يضاف إذا اقتضى الأمر، قطرتين من محلول أحمر - كونغو (3.3) وإذا اقتضى الأمر تبريد من جديد الحوجلة في درجة حرارة الوسط.

3.4.7 يضاف 25 ملل من أكسيد ثاني الإثيل (4.3). تسد الحوجلة بسدادة من الفلين مشبعة بالماء، أو بسدادة من مادة أخرى (6.4) مبللة بالماء. تحرك الحوجلة بشدة لمدة دقيقة واحدة لكن بدون مبالغة حتى يمكن تفادي تشكل مستحلبات ثابتة.

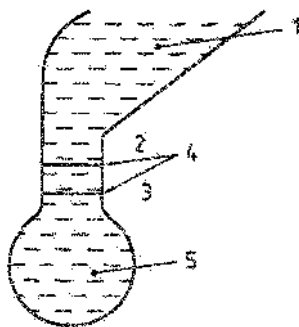
أثناء الرج، توضع الحوجلة في موضع أفقي ويكون الجزء الضيق من الحوجلة في الأعلى، مع ترك سائل الجزء العريض يتنقل من حين لآخر إلى الجزء الضيق. تبرّد الحوجلة عند الحاجة بماء جاري حتى تصل درجة حرارتها درجة حرارة الوسط. تنزع سدادة الفلين بحذر أو أداة الغلق وتغسل بما في ذلك عنق الحوجلة بواسطة كمية قليلة من خليط المذيبات (6.3). تستعمل قارورة الغسل (8.4)، بحيث تجري سوائل الغسل في الحوجلة.

4.4.7 يضاف 25 ملل من إثير البترول (5.3). تسد الحوجلة بواسطة سدادة من الفلين معاد ترطيبه، أو سدادة أخرى معاد ترطيبها (بغطسها في الماء) وترج الحوجلة من جديد بلطف لمدة 30 ثا، كما هو مبين في (2.4.7) وتواصل العملية مع الرج كما هو مبين في (3.4.7).

5.4.7 توضع الحوجلة المسدودة في جهاز الطرد المركزي (2.4). لمدة 1 إلى 5 دقائق مع تسارع مركزي من 80 ج إلى 90 ج. إذا لم يتوفر جهاز الطرد المركزي، تترك الحوجلة المسدودة لترتاح فوق الركيزة (7.4) لمدة 30 دقيقة على الأقل، حتى تصبح الطبقة التي تطفو على السطح صافية ومنفصلة تماما على الطبقة السائلة. وتبرّد الحوجلة في ماء جار إلى غاية درجة حرارة الوسط إذا اقتضى الأمر.

6.4.7 تنزع سدادة الفلين أو أداة الغلق بحذر وتغسل بما في ذلك الجهة الداخلية لعنق الحوجلة بواسطة كمية قليلة من خليط المذيبات (6.3). يستعمل وعاء الغسل (8.4) بطريقة تسمح لسوائل الغسل أن تجري في الحوجلة. إذا كان السطح الفاصل موجود في أسفل قاع عنق الحوجلة، يرفع إلى هذا المستوى بإضافة الماء بلطف إلى جانب الحوجلة (الشكل 1)، كما يسمح بتصفية المذيب.

الشكل 1 - قبل التصفية



البيانات

1- مذيبات

2- في الاستخلاص الثاني والثالث

3- في الاستخلاص الأول

4- السطح الفاصل

5- طبقة سائلة

ملاحظة - ليس من الضروري إنجاز استخلاص

ثالث في حالة الحليب الذي تكون فيه نسبة المادة الدسمة أقل من 0,5%.

12.4.7 التخلص بأكبر قدر ممكن من

المذيبات (بما فيها الإيثانول) عن طريق التقطير، إذا استعملت حوجلة أو عن طريق التبخر، إذا استعمل وعاء بيشر أو وعاء مسطح (3.4). تغسل الجهة الداخلية لعنق الحوجلة بكمية قليلة من خليط المذيبات (6.3) قبل بداية التقطير.

13.4.7 يسخن الوعاء لمدة ساعة واحدة، في جهاز

نازع للرطوبة (4.4) مضبوط في $102 \pm 2^\circ \text{C}$ ، لاسترجاع المادة الدسمة، توضع الحوجلة بطريقة مائلة حتى يسمح لأبخرة المذيبات أن تنبعث، ينزع الوعاء لاسترجاع المادة الدسمة من جهاز التخفيف ويتحقق فورا إذا كانت المادة الدسمة صافية أم لا، إذا كانت المادة الدسمة غير صافية يمكن افتراض وجود مادة دسمة غريبة ويجب إعادة التحديد بكامله.

ملاحظة - تم اختيار أحد أنواع القارورات الثلاث

المحددة في الشكلين 1 و 2، حسب المقاييس الدولية.

7.4.7 تمسك حوجلة الاستخلاص من الجزء الضيق

للحوجلة، يصفى بعناية أكثر قدر ممكن من الطبقة التي تطفو على السطح في الوعاء المحضر، المخصص لاسترجاع المادة الدسمة (3.7)، الذي يحتوي على بعض معدلات الغليان (10.4) في حالة الحوجلات (اختيارية مع الأوعية المسطحة المعدنية). يتجنب تصفية أي جزء من الطبقة السائلة (الشكل 2).

8.4.7 تغسل الجهة الخارجية لعنق حوجلة

الاستخلاص بواسطة كمية قليلة من خليط المذيبات (6.3). تجمع سوائل الغسل في الوعاء لاسترجاع المادة الدسمة. يحرص على ألا يقذف خليط المذيبات خارج حوجلة الاستخلاص. التخلص كليا أو جزئيا من المذيب في الوعاء عن طريق التقطير أو التبخير إذا اقتضى الأمر كما هو مبين في (12.4.7).

9.4.7 يضاف 5 ملل من الإيثانول (2.3) إلى محتوى

حوجلة الاستخلاص. يستعمل الإيثانول لغسل الجهة الداخلية لعنق الحوجلة ويخلط كما هو مبين في (2.4.7).

10.4.7 يتم استخلاص ثان بإعادة العمليات المبينة

في (3.4.7) إلى (7.4.7)، لكن عوضا من 25 ملل يستعمل 15 ملل فقط من أكسيد ثنائي الإيثيل (4.3) و 15 ملل من إيثر البترول (5.3) يسعمل كذلك أكسيد ثنائي الإيثيل لغسل الجهة الداخلية لعنق حوجلة الاستخلاص.

إذا اقتضى الأمر، يرفع السطح الفاصل إلى وسط

عنق حوجلة الاستخلاص بإضافة الماء بلطف من خلال عنق الحوجلة (الشكل 1) لكي تسمح للتصفية النهائية للمذيبات وأن تكون كاملة قدر الإمكان (الشكل 2).

11.4.7 يجرى من جديد استخلاص ثالث بدون

إضافة الإيثانول بإعادة العمليات المبينة من (3.4.7) إلى (7.4.7)، لكن باستعمال من جديد، فقط 15 ملل من أكسيد ثنائي الإيثيل (4.3) و 15 ملل من إيثر البترول (5.3). يستعمل أكسيد ثنائي الإيثيل لغسل الجهة الداخلية لعنق حوجلة الاستخلاص.

إذا اقتضى الأمر، يرفع السطح الفاصل إلى

وسط عنق حوجلة الاستخلاص بإضافة الماء بلطف من خلال عنق الحوجلة (الشكل 1) لكي تسمح للتصفية النهائية للمذيبات أن تكون كاملة بأكبر قدر ممكن (الشكل 2).

حيث

ي_ن : هي النسبة الكتلية المعبر عنها بالنسبة المئوية للمادة الدسمة في العينة،

ك₀ : هي الكتلة، بالغرامات، للعينة المأخوذة للتجربة (1.7)،

ك₁ : هي الكتلة، بالغرامات، للوعاء لاسترجاع المادة الدسمة والمادة المستخلصة المحددة في (14.4.7)،

ك₂ : هي الكتلة، بالغرامات، للوعاء لاسترجاع المادة الدسمة (3.7)،

ك₃ : هي الكتلة، بالغرامات، للوعاء المستعمل لاسترجاع المادة الدسمة للتجربة على بياض (2.7) والمادة المستخلصة، المحددة في (14.4.7)،

ك₄ : هي الكتلة، بالغرامات، للوعاء المستخدم لاسترجاع المادة الدسمة (3.7) المستعملة للتجربة على بياض (2.7)،

2.8 التعبير عن النتائج

جعل النتيجة برقمين بعد الفاصلة.

9. الدقة

1.9 التجربة ما بين المخابر

يعبر عن قيم التكرارية وإعادة التجربة في عدة مخابر عند حد احتمال 95% ويمكن ألا تطبق في مجالات التراكيز أو المصفوفات غير التي أعطيت.

2.9 التكرارية

يجب ألا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتي تجربتين فرديتين منفصلتين، متحصل عليهما عن طريق نفس المنهج، على نفس المادة الخاضعة للتجربة، في نفس المخبر ومن طرف نفس المحلل المستعمل لنفس التجهيزات في مجال زمني قصير، إلا 5% من الحالات على الأكثر، تتعلق القيم التالية بالنسبة الكتلية للمادة الدسمة :

– 0,031% لحليب البقرة المنزوع الدسم،

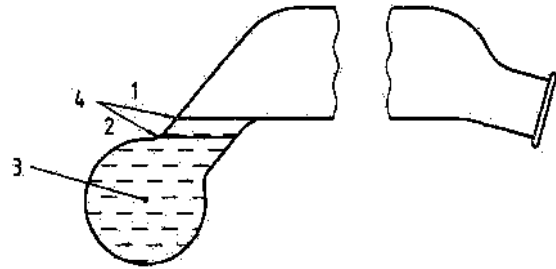
– 0,036% لحليب البقرة منخفض الدسم،

– 0,043% لحليب البقرة الكامل،

– 0,030% لحليب الماعز،

– 0,069% لحليب النعجة.

الشكل 2 – بعد التصفية



البيانات

1- في الاستخلاص الثاني والثالث

2- في الاستخلاص الأول

3- طبقة سائلة

4- السطح الفاصل

إذا كانت المادة الدسمة صافية، يحفظ الوعاء المجمع من الغيار ويترك ليبرد (ليس في جهاز نازع للرطوبة) في درجة حرارة غرفة الوزن (وعاء من زجاج لمدة ساعة واحدة على الأقل وكبسولة معدنية لمدة 30 دقيقة على الأقل).

لا يجفف الوعاء مباشرة قبل الوزن، يوضع الوعاء فوق الميزان بواسطة ملقاط (13.4). يوزن الوعاء بتقريب 1,0 ملغ لاسترجاع المادة الدسمة.

14.4.7 يسخن الوعاء لمدة 30 دقيقة إضافة في جهاز نازع للرطوبة (4.4) مصبوط في 102 ± 2 °م، لاسترجاع المادة الدسمة، بحيث تكون الحوجة في موضع مائل حتى تسمح لأبخرة المذيبات أن تنبعث. تعاد عمليات الوزن المبينة في (13.4.7)، حتى تنقص كتلة وعاء استخلاص المادة الدسمة بـ 1,0 ملغ على الأقل، أو تزداد بين وزنين متماثلين. تسجل الكتلة الدنيا ككتلة وعاء استخلاص المادة الدسمة والمادة المستخلصة.

8. الحساب والتغيير من النتائج

1.8 الحساب

تحسب نسبة المادة الدسمة بالنسبة للعينة عن طريق المعادلة التالية :

$$ي_n = \frac{(ك_1 - ك_2) - (ك_3 - ك_4)}{ك_0} \times 100\%$$

3.9 إعادة التجربة في عدة مخابر

يجب ألا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتي تجربتين فرديتين منفصلتين، متحصل عليهما عن طريق نفس المنهج، على نفس المنتج الخاضع للتجربة، في مخابر مختلفة، من طرف محللين مختلفين الذين يستعملون تجهيزات مختلفة، إلا في 5% من الحالات على الأكثر، تتعلق القيم التالية بالنسبة الكتلية للمادة الدسمة :

- 0,043% لحليب البقرة المنزوع الدسم،
- 0,042% لحليب البقرة منخفض الدسم،
- 0,056% لحليب البقرة الكامل،
- 0,052% لحليب الماعز،
- 0,096% لحليب النعجة.

ملاحظة 1

تعليمات حول طرق العمل

1.1 التجربة على بياض لمراقبة الكواشف (2.2.7)

في هذه التجربة على بياض، يجب أن يستعمل وعاء مراقبة الكتلة حتى لا تظهر التغيرات في الظروف الهوائية لغرفة الميزان أو تأثيرات حرارة وعاء استرجاع المادة الدسمة بطريقة خاطئة نتيجة وجود أو غياب المواد غير المتطايرة في مستخلص الكواشف. يمكن استعمال هذا الوعاء كثقل موازن في حالة ميزان ذي كفين، بالإضافة إلى هذا، من الأنسب أن تسجل الفوارق في الكتلة الظاهرة (ك3 - ك4 في الصيغة 1.8) لوعاء المراقبة أثناء مراقبة كتلة وعاء استرجاع المادة الدسمة المستعمل في التجربة على بياض. بالتالي، يجب ألا يكون تغير الكتلة الظاهرة لوعاء استرجاع المادة الدسمة، مصحح وفق التغير الظاهر لكتلة وعاء المراقبة أكبر من 1,0 ملغ.

يمكن أن تحتوي المذيبات على مواد متطايرة تكون محفوظة جيدا في المادة الدسمة. إذا كانت هناك إشارات لوجود مثل هذه المواد، جرى التجارب على بياض على كل الكواشف ولكل مذيب، باستعمال لكل واحد، وعاء للمادة الدسمة، مع حوالي 1 غ من المادة الدسمة للزبدة عديمة الماء، تقطر المذيبات من جديد إذا اقتضى الأمر، بوجود 1 غ من المادة الدسمة للزبدة عديمة الماء لـ 100 ملل من المذيب، تستعمل المذيبات بعد إعادة تقطيرها مباشرة.

2.1 التجربة على بياض منجزة في أن واحد مع التحديد (1.2.7)

تسمح القيمة المتحصل عليها من التجربة على بياض، المنجزة في أن واحد مع التحديد، بتصحيح الكتلة الظاهرة للمواد المستخلصة من عينة التجربة (ك1 - ك2) بالنسبة لوجود مواد غير متطايرة واردة من الكواشف وأيضا من تغيرات الظروف الهوائية لغرفة الوزن واختلاف درجات الحرارة بين وعاء المادة الدسمة وغرفة الوزن أثناء أخذ الوزنين (14.4.7) و(3.7).

في الشروط الملائمة (قيمة صغيرة في التجربة على بياض على الكواشف، درجة حرارة غرفة الوزن ثابتة، زمن تبريد وعاء المادة الدسمة كاف)، تكون القيمة غالبا أصغر من 1,0 ملغ ويمكن حينئذ أن لا تؤخذ بعين الاعتبار في الحساب، في حالة التحديدات الروتينية. نجد في غالب الأحيان قيم (موجبة وسالبة) أكبر بقليل حتى 2,5 ملغ.

بعد تصحيح هذه القيم، تكون النتائج أكثر دقة. إذا طبقت تصحيحات لقيمة أكبر من 2,5 ملغ، يجب تسجيل ذلك في كشف التحليل.

إذا كانت القيمة المتحصل عليها في التجربة على بياض تتجاوز بانتظام 1,0 ملغ، يجب أن تكون الكواشف مراقبة إذا لم يتم ذلك حديثا، يجب أن تغير أو تصفى الكواشف غير النقية أو التي تحتوي على شوائب (2.2.7) و(1.1).

3.1 المراقبة من أجل التحقق من وجود البيروكسيد

للتحقق من وجود البيروكسيدات، يضاف 1 ملل من محلول يودور البوتاسيوم بـ 100 غ/ل محضر حديثا، لـ 10 ملل من أكسيد ثنائي الإثيل، في مخبر صغير مزود بسداة زجاجية، الذي تم غسله مسبقا بقليل من أكسيد ثنائي الإثيل. يرج ويترك ليستريح لمدة 1 دقيقة. من الأحسن ألا يظهر أي لون أصفر في كلتا الطبقتين.

يمكن استعمال مناهج أخرى لمراقبة وجود البيروكسيدات.

للتأكد من خلو أكسيد ثنائي الإثيل من البيروكسيدات وبقاءه خاليا منها، يعالج أكسيد ثنائي الإثيل على الأقل ثلاثة أيام قبل استعماله كما هو مبين أدناه.

المخصصة في هذا الملحق. يجب أن تكون الأنابيب مزودة بسدادات من فلين من نوعية جيدة أو سدادات كالتى خصصت للحوالات في (6.4) (الشكل ب.1 على سبيل المثال).

ب.2 طريقة العمل

ب.1.2 تحضير العينة للتجربة (6)

ب.2.2 العينة المأخوذة للتجربة

يتم الإجراء كما هو محدد في (1.7) لكن باستعمال أنابيب استخلاص المادة الدسمة (الملاحظة في 6.4) و (الشكل ب.1).

يجب أن تنقل العينة المأخوذة للتجربة كليا إلى قاع أنبوب الاستخلاص.

ب.3.2 التجربة على بياض (2.7) و (2.1)

ب.4.2 تحضير الوعاء لاسترجاع المواد الدسمة (3.7)

ب.5.2 التحديد

ب.5.2.1 يتم إجراء التحديد بدون انتظار. يضاف 2 ملل من محلول هيدروكسيد الأمونيوم (1.3) للعينة المأخوذة للتجربة (ب.2.2) الموجودة في أنبوب استخلاص المادة الدسمة أو حجم مكافئ من محلول أكثر تركيز (الملاحظة 1.3). يخلط جيدا مع العينة المأخوذة للتجربة في قاع الأنبوب.

ب.5.2.2 يضاف 10 ملل من الإيثانول (2.3). يمزج بلطف لكن كليا مع الخليط الموجود في قاع الأنبوب. يضاف إذا أردنا، قطرتين من محلول أحمر - كونغو (3.3).

ب.5.2.3 يضاف 25 ملل من أكسيد ثنائي الإيثيل (4.3).

يغلق الأنبوب بسدادة من الفلين مشبع بالماء، أو بسدادة من مادة أخرى (6.4)، مبلى بالماء، يرج الأنبوب بشدة، دون مبالغة لتفادي تشكل المستحلبات العالقة عن طريق التدوير المكرر لمدة 1 دقيقة. إذا اقتضى الأمر، يبرد الأنبوب بماء سائل حتى درجة حرارة الوسط. تنزع بحذر السدادة من الفلين أو جهاز الغلق ويغسل كذلك الأنبوب، بواسطة كمية قليلة من خليط المذيبات (6.3). تستعمل حوالة الغسل (8.4)، حتى يمكن لسوائل الغسل أن تسيل في الأنبوب.

يقص ورق الزنك على شكل أشرطة يمكن أن تصل على الأقل إلى وسط الوعاء الذي يحتوي على أكسيد ثنائي الإيثيل، باستعمال حوالي 80 سم² من ورق الزنك في لتر من أكسيد ثنائي الإيثيل.

قبل استعمالها، تغمر الأشرطة كليا لمدة 1 دقيقة في محلول يحتوي على 10 غ من سولفات النحاس (II) خماسي الهيدروجين (CuSO₄ و 5H₂O) و 2 ملل/ل من حمض سلفوري مركز [بنسبة كتلية 98%].

تغسل الأشرطة بلطف وعناية بالماء، تدخل الأشرطة المبلة المعالجة بالنحاس في وعاء يحتوي على أكسيد ثنائي الإيثيل وتترك الأشرطة في الوعاء.

يمكن استعمال مناهج أخرى بشرط ألا تغيّر نتيجة التحديد.

4.1 أكسيد ثنائي الإيثيل المحتوي على مضادات الأكسدة

أكسيد ثنائي الإيثيل الذي يحتوي على حوالي 1 ملغ من مضادات الأكسدة في الكيلوغرام موجود في بعض الدول، خاصة من أجل تحديدات المادة الدسمة. هذه النسبة لا يمنع استعمالها كمرجع.

في دول أخرى، يمكن أن يكون أكسيد ثنائي الإيثيل بنسب أكبر من مضادات الأكسدة، مثلا حتى 7 ملغ / الكيلوغرام. في هذه الحالة، لا يستعمل إلا في تحديدات روتينية مع تجربة على بياض إجبارية منجزة على التوالي مع التحديدات، بغرض تصحيح الأخطاء المعتادة الناجمة عند بقايا مضادات الأكسدة. إذا كان مستعملا بصفته كمرجع، يجب أن يكون مقطرا دائما قبل الاستعمال.

5.1 الإيثانول

يمكن أن يستعمل الإيثانول المغير بطريقة أخرى مختلفة عن التي يضاف فيها الميثانول، بشرط ألا يؤثر العامل المغير على نتائج التحديد.

ملاحظة ب

طريقة عمل أخرى تستعمل فيها أنابيب استخلاص المادة الدسمة

مزودة بمص أو بجهاز الغسل

ب.1.1 عموميات

إذا استخدمت أنابيب استخلاص المادة الدسمة مزودة بمص أو بجهاز الغسل، تستعمل طريقة العمل

ب.9.5.2 يفك من جديد الجهاز من العنق. يرفع هذا الأخير ببطء ويضاف 5 ملل من الإيثانول في الأنبوب. يستعمل الإيثانول لغسل مغرز الأنبوب الداخلي الطويل. يخلط كما هو مبين في (ب.2.5.2).

ب.10.5.2 ينجز استخلاص ثاني مع مع إعادة العمليات المبينة من (ب.3.5.2) إلى (ب.8.5.2)، لكن باستعمال 15 ملل فقط من أكسيد ثنائي الإثيل (4.3) و 15 ملل من إثير البترول (5.3). يستعمل أكسيد ثنائي الإثيل لغسل مغرز الأنبوب الداخلي الطويل أثناء نزع الجهاز من الأنبوب بعد الإستخلاص السابق.

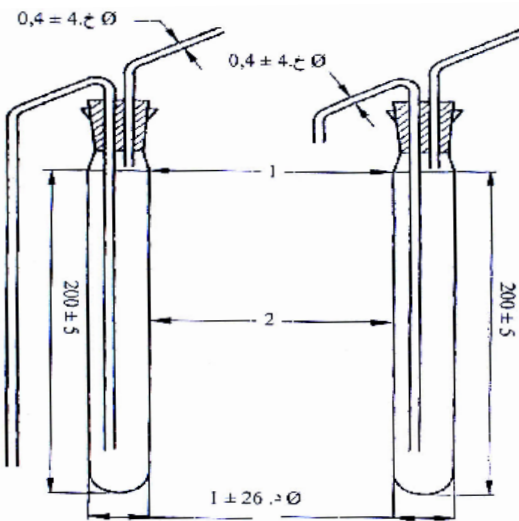
ب.11.5.2 ينجز استخلاص ثالث، بدون إضافة الإيثانول، مع إعادة العمليات المبينة من (ب.3.5.2) إلى (ب.8.5.2) مجددا، لكن باستعمال 15 ملل فقط من أكسيد ثنائي الإثيل و 15 ملل من إثير البترول ويغسل مغرز الأنبوب الطويل الموجود داخل الجهاز، كما هو مبين في (ب.10.5.2).

ملاحظة - ليس من الضروري إنجاز الاستخلاص الثالث في حالة الحليب الذي تكون فيه نسبة المادة الدسمة أصغر من 0,5%.

ب.12.5.2 يواصل التحديد كما هو مبين من (12.4.7) إلى (14.4.7).

الشكل ب.1 - أمثلة من أنابيب استخلاص المادة الدسمة

(أ) مع ممص (ب) مع جهاز امتصاص بواسطة الفراغ



البيانات

- 1- السعة القصوى، مع ممص أو جهاز امتصاص الفراغ المنزوع 105 ملل ± 5 ملل.
- 2- سمك الجدران، 1,5 مم ± 0,5 مم.

ب.4.5.2 يضاف 25 ملل من إثير البترول (5.3). يغلق الأنبوب بواسطة سدادة من الفلين معاد ترطيبها أو بواسطة السدادة الأخرى المعاد ترطيبها (بغطسها في الماء). يرج الأنبوب بعناية لمدة 30 ثا، كما هو مبين في (ب.3.5.2).

ب.5.5.2 يخضع الأنبوب المغلق إلى عملية الطرد المركزي (2.4) لمدة 1 إلى 5 دقائق مع تسارع دوري من 80 ج إلى 90 ج. إذا لم يتوفر جهاز الطرد المركزي، يترك الأنبوب المسدود يرتاح فوق الركيزة (7.4) لمدة 30 دقيقة على الأقل، حتى تصبح الطبقة التي تطفو صافية ومنفصلة بوضوح عن الطبقة السائلة. إذا اقتضى الأمر، يبرد الأنبوب بالماء السائل حتى درجة حرارة الوسط.

ب.6.5.2 تنزع بحذر السدادة من الفلين أو جهاز الغلق ويغسل، كذلك عنق الأنبوب بكمية قليلة من خليط من المذيبات (6.3). يستعمل أنبوب الغسل (8.4) حتى يمكن لسوائل الغسل أن تسيل في الأنبوب.

ب.7.5.2 يدخل ممص أو جهاز الغسل في الأنبوب. يدفع مغرز الأنبوب الطويل إلى الداخل حتى تكون الفتحة حوالي 4 ملم فوق سطح الطبقات. يجب أن يكون مغرز الأنبوب الداخلي مواز للمحور المركزي لأنبوب الاستخلاص.

تنقل بحذر الطبقة التي تطفو للأنبوب في الوعاء للحصول على المادة الدسمة (3.7) الذي يحتوي على معدلات الغليان (10.4) في حالة الحوجلات (اختيارية مع الكبسولات المعدنية). يجب تفادي تصفية أي جزء من الطبقة السائلة. تغسل الفتحة بقليل من خليط المذيبات، مع استرجاع سوائل الغسل في الوعاء للحصول على المادة الدسمة.

ملاحظة - يمكن للطبقة التي تطفو أن تنقل من أنبوب استخلاص المادة الدسمة مثلا باستعمال، بصلة مطاطية موصولة بقضيب قصير حتى نضمن الضغط.

ب.8.5.2 يفك الجهاز من عنق الأنبوب. يرفع قليلا ويغسل الجزء الأسفل من مغرز الأنبوب الطويل الداخلي بقليل من خليط المذيبات (6.3) ينزل ويعاد إدخال الجهاز وتنقل سوائل الغسل في الوعاء للحصول على المادة الدسمة.

تغسل الفتحة الخارجية للجهاز بقليل من خليط المذيبات وتجمع سوائل الغسل في الوعاء. إذا أردنا، يمكن أن ينزع المذيب أو جزء منه من الوعاء عن طريق التقطير أو التبخير، كما هو مبين في (13.4.7).

قرارات، مقررات، آراء

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الآزوت في الحليب، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 20 شوال عام 1434 الموافق 27 غشت سنة 2013.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد نسبة الآزوت في الحليب

يبين هذا المنهج تقنية لتحديد نسبة الآزوت في الحليب السائل، الكامل أو منزوع الدسم حسب مبدأ (kjeldahl).

1- التعريف

لمتطلبات هذا المنهج، يطبق التعريف الآتي :

نسبة الآزوت :

النسبة الكتلية للأزوت المحددة بطريقة العمل المبينة في هذا المنهج.

ملاحظة - يعبر عن نسبة الآزوت على شكل نسبة مائوية للكتلة.

2- المبدأ

تمعدن عينة مأخوذة للتجربة بمزيج من حمض الكبريت المركز وسولفات البوتاسيوم باستعمال سولفات النحاس (II) (2.3) كمحفز لتحويل الآزوت العضوي إلى سولفات الأمونيوم (تتمثل وظيفة سولفات البوتاسيوم في رفع درجة غليان حمض الكبريت والسماح بالحصول على مزيج مؤكسد أقوى لعملية التمعدن). يضاف هيدروكسيد الصوديوم

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 20 شوال عام 1434 الموافق 27 غشت سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة الآزوت 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 7 ربيع الثاني عام 1418 الموافق 10 غشت سنة 1997 والمتعلق بالمواصفات التقنية لأنواع الحليب المركز غير الحلي والمحلّى وشروط عرضها وكيفياته،

يقرر ما يأتي :

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

الفائض للراسب المعدني المبرد لتحرير الأمونياك. يقطر الأمونياك المحرر في فائض من محلول حمض البوريك، ثم يعاير باستعمال حمض كلور هيدريك.

تحتسب نسبة الآزوت انطلاقا من كمية الأمونياك المنتجة.

3- الكواشف

في عدم وجود تعليمات، تستعمل فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها، وماء مقطر أو منزوع المعادن أو ماء ذو نقاوة مكافئة على الأقل.

1.3 سولفات البوتاسيوم (K_2SO_4)، خال من الآزوت.

2.3 محلول سولفات النحاس (II)، $c(CuSO_4) = 5,0$ غ في 100 مل.

يذوب في الماء داخل حوجة مدرجة سعتها 100 مل، 5,0 غ من سولفات النحاس (II) خماسي التمييه ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) ويخفف بالماء حتى المعلم، ثم يخلط.

3.3 حمض الكبريت (H_2SO_4)، مع نسبة كتلية محصورة بين 95% و 98% بدون آزوت ($P_{20} =$ حوالي 1,84 غ/مل).

4.3 محلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) خال من الآزوت ويحتوي على 50 غ من هيدروكسيد الصوديوم في 100 غ من المحلول.

5.3 محلول مؤشر، يذوب 0,1 غ من أحمر الميثيل في الإيثانول لـ 95% (نسبة حجمية) ويخفف إلى 50 ملل بالإيثانول. يذوب 0,5 غ من أخضر البروموكريزول في الإيثانول لـ 95% (نسبة حجمية) ويخفف إلى 250 ملل بالإيثانول. يخلط مقدار من محلول أحمر الميثيل بخمسة مقادير من محلول أخضر البروموكريزول أو يدمج ويخلط المحلولان معا.

6.3 محلول حمض البوريك، $c(H_3BO_3) = 40,0$ غ/ل.

يذوب داخل حوجة مدرجة سعتها 1000 ملل، 40,0 غ من حمض البوريك في 1 ل من الماء الساخن. تترك الحوجة ومحتواها لتبرد في 20°م. يكمل الحجم بالماء، يضاف 3 ملل من محلول المؤشر (5.3) ويخلط.

الملاحظة : يوضع المحلول الذي يجب أن يكون برتقاليا فاتحا، في قارورة زجاجية من البروسيليكات. ويحفظ من الضوء ومن مصادر أبخرة الأمونياك، خلال التخزين.

في حالة المعايرة الإلكترونية للعامل الهيدروجيني (pH) مع نقطة نهائية، فإن إضافة المحلول المرشد إلى محلول حمض البوريك يمكن تركه. ومن جهة أخرى فإن تغير اللون يمكن أن يساعد في مراقبة طريقة عمل المعايرة.

7.3 محلول حجمي معياري لحمض الكلور هيدريك $c(HCl) = (0,0005 \pm 0,1)$ مول/ل.

ينصح بشراء هذه المادة المضبوطة مسبقا، التي تستجيب لهذه المواصفات.

ملاحظة - غالبا ما تؤدي الأخطاء المعتادة (الممكن تجنبها) والمرتبكة من طرف المحلل الذي يخفف الحمض المركز ثم يحدد مولارية الحمض، إلى إنقاص مردودية المنهج.

من الأحسن أن لا يستعمل المحلل محلول معايرة ذا تركيز أكبر من 0,1 مول/ل، لأن هذا ينقص من الحجم الكلي للمعايرة لكل عينة ويجعل الارتياب في قراءة السحاحة بنسبة مائوية أعلى من القيمة.

وهذا يعطي أثرا سلبيا على تكرارية وإعادة تجربة المنهج في عدة مخابر. تظهر نفس المشاكل، مع خطر الأخطاء الإضافية، عندما يعوض حمض بآخر (مثلا حمض الكبريت) بحمض الكلور هيدريك. فلا ينصح إذا بإجراء هذه التعويضات.

8.3 سولفات الأمونيوم $[(NH_4)_2 SO_4]$ ذو نقاوة دنيا لـ 99,9% (نسبة كتلية) على المادة الجافة.

يجفف سولفات الأمونيوم في درجة حرارة 102°م ± 2 على الأقل 2 ساعة، مباشرة قبل الاستعمال. يترك ليبرد في درجة حرارة الوسط داخل جهاز نازع الرطوبة.

9.3 التريبثوفان ($C_{11}H_{12}N_2O_2$) أو هيدروكلورور الليزين ($C_6H_{15}ClN_2O_2$) ذات نقاوة دنيا لـ 99,9% (نسبة كتلية).

لا تجفف هذه الكواشف داخل جهاز التجفيف قبل الاستعمال.

10.3 السكروز، حيث تكون نسبة الآزوت أقل من 0,002% (جزء كتلي).

لا يجفف السكروز داخل جهاز التجفيف قبل الاستعمال.

4- التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر ولا سيما ما يأتي :

1.4 حمام مائي، يمكن ضبطه في درجة حرارة 38°م ± 2°م.

2.4 كرات (kjeldahl)، سعتها 500 ملل أو 800 ملل.

3.4 ميزان تحليلي، يسمح بوزن بتقريب 0,1 ملغ.

4.4 جسم مسهل للغليان، مثلاً حجر الخفاف المتوهجة، غبار الزنك، قطع من الخزف الصلب أو الحبيبات الملساء من الشب الحملي (كاربوردنم أو كريبيد السيليكون)، ذات نقاوة مرتفعة وذات ثقوب قياسها 10.

لا يعاد استعمال هذه الأجسام.

ملاحظة - تستعمل أحياناً كريات زجاجية قطرها حوالي 5 ملم، لكن يمكن أن تكون أقل فعالية للغليان من حبات الشب، ويمكن أن تحدث الكريات الزجاجية مشاكل تكون رغوّة بكثرة خلال عملية التعدين.

5.4 سحاحة أو ماصة أوتوماتيكية، تسمح بالحصول على كميات لـ 1,0 ملل من محلول سولفات النحاس (II) (2.3).

6.4 مخبرات مدرجة، سعتها 50 ملل، 100 ملل، و 500 ملل.

7.4 جهاز التمدن لإبقاء كرات (kjeldahl) (2.4) في وضعية مائلة (بحوالي 45°)، مزود بمدافئ كهربائية أو قنديل غازي لا يسخن الكرات فوق مستوى محتواها، وله جهاز تسرب الأبخرة.

من الأحسن أن يكون مصدر الحرارة المستعمل خلال عملية التمدن مضبوطاً لكي يسمح بمراقبة التعديل الأقصى لمصدر الحرارة. يسخن مسبقاً مصدر الحرارة عند ضبط جهاز التسخين المراد تقييمه.

يجب أن تكون مدة التخمية 10 دقائق في حالة القنديل الغازي و 30 دقيقة في حالة جهاز تسخين كهربائي. يحدد لكل جهاز تسخين الضبط الذي يسمح بغليان 250 ملل من الماء و 5 إلى 10 أجسام مسهلة للغليان (انطلاقاً من درجة حرارة أولية 25°م) من 5 إلى 6 دقائق. هذا الضبط يناسب الضبط الأقصى لجهاز تسخين المستعمل أثناء عملية التمدن.

8.4 جهاز التقطير، من زجاج بوروسيليكات أو مادة أخرى ملائمة، من الممكن أن يكون مجهزاً بكرة (kjeldahl) (2.4) ويتكون من رأس مضاد للعرض فعال، مربوط بمكثف فعال ذي أنبوب داخلي مستقيم وأنبوب سيلان مثبت على نهايته السفلى.

يجب أن تكون الأنابيب المتصلة والسدادات غير نفوذة ومن الأفضل أن تكون من مطاط صناعي.

9.4 حوالات مخروطية، سعتها 500 ملل، مدرجة كل 200 ملل.

10.4 سحاحة، سعتها 50 ملل، مدرجة على الأقل كل 0,01 ملل.

من الممكن أيضاً استعمال سحاحة أوتوماتيكية تستجيب لنفس المتطلبات.

11.4 جهاز معايرة أوتوماتيكي مزود بمقياس العامل الهيدروجيني (pH - متر).

من الأحسن أن يكون مقياس العامل الهيدروجيني معياراً بشكل صحيح في مجال pH 4 إلى pH 7 حسب المناهج العادية لمعايرة العمل الهيدروجيني pH في المخبر.

5- اقتطاع عينة

من الضروري أن يتلقى المخبر عينة ممثلة حقاً غير متلفة أو مغبرة خلال النقل أو التخزين. تتم عملية اقتطاع العينة حسب منهج ملائم.

6 - تحضير العينة للتجربة

تسخن العينة للتجربة داخل حمام مائي (1.4) مضبوط في درجة حرارة 38°م ± 2°م. تمزج جيداً، لكن بعناية، بالقلب المكرر للوعاء، دون إحداث رغوّة أو مخض. تترك العينة لتبرد في درجة حرارة الوسط مباشرة قبل وزن العينة المأخوذة للتجربة (1.7).

ملاحظة - إذا طبق هذا المنهج على منتوجات الحليب ما عدا الحليب، أنظر الملحوظة الملحقّة متضمنة نصائح حول حجم العينة للتجربة.

7 - طريقة العمل

1.7 العينة المأخوذة للتجربة والمعالجة مسبقاً

يوضع في كرة (kjeldahl) (2.4) نظيفة وجافة من 5 إلى 10 أجسام مسهلة لعملية الغليان (4.4)، 15,0 غ من سولفات البوتاسيوم (1.3)، 1,0 ملل من محلول سولفات

النحاس (II) (2.3)، حوالي 5 ملل $\pm$ 0,1 ملل من عينة التجربة المحضرة (6)، موزونة بتقريب 0,1 ملغ و 25 ملل من حمض الكبريت (3.3). من أجل هذا، يستعمل حمض الكبريت لجذب كل بقايا محلول سولفات النحاس (II) (2.3)، سولفات البوتاسيوم أو العينة المأخوذة للتجربة المتبقية في عنق الكرة.

إذا بقي قليل من المادة المعدنة المحروقة على العنق، يغسل بكمية قليلة من الماء. يمزج بلطف محتوى كرة (kjeldahl).

2.7 التحديد

1.2.7 عملية التمدن

قبل الشروع في عملية التمدن، يوصل نظام تسرب الأبخرة بجهاز التمدن (7.4). تسخن كرة (kjeldahl) ومحتواها (1.7) فوق جهاز التمدن بضبط جهاز التسخين في درجة حرارة منخفضة ما فيه الكفاية، حتى لا تتجاوز المادة المعدنة المحروقة عمود عنق كرة (kjeldahl) أثناء الغليان. تجرى عملية التمدن في هذا الضبط لجهاز التسخين حتى يظهر البخار الأبيض داخل الكرة خلال حوالي 20 دقيقة. يرفع ضبط جهاز التسخين حتى الوصول إلى الوضعية الموافقة لنصف الضبط الأقصى المحدد في (7.4) ويواصل التسخين لمدة 15 دقيقة. وبعد 15 دقيقة، يرفع التسخين حتى الضبط الأقصى المحدد في (7.4). عندما تصبح المادة المعدنة فاتحة (تصبح شفافة مع اللون الأزرق الفاتح إلى أخضر)، يواصل غليان المحتوى لمدة 1 سا إلى 1 سا و 30 دقيقة في الضبط الأقصى. إذا لم يغل السائل، من الممكن أن يكون الضبط النهائي لقنديل الغاز ضعيفا جدا. تكون المدة الكلية لعملية التمدن محصورة بين 1 سا و 48 دقيقة و 2 سا و 15 دقيقة.

لتحديد وقت الغليان المعين الضروري لشروط تحليل الحليب في مخبر خاص، باستعمال مجموعة جد معروفة من التجهيزات، تختار عينة من حليب ذي نسبة عالية من البروتينات والمواد الدسمة وتحدد نسبة البروتينات فيه بتطبيق عدة أوقات للغليان (من 1 سا إلى 1 سا و 30 دقيقة) بعد التفتيح.

يرتفع معدل نتيجة نسبة البروتينات مع وقت الغليان ثم يستقر، ثم ينخفض عندما يكون وقت الغليان طويلا جدا. يختار وقت الغليان الذي يسمح بالحصول على نسبة قصوى للبروتينات.

في نهاية عملية التمدن، يجب أن تكون المادة المعدنة شفافة وخالية من المواد غير المهضومة. تترك المادة المعدنة لتبرد في درجة حرارة الوسط داخل قارورات مفتوحة لمدة 25 دقيقة تقريبا. إذا بردت الكرات على القناديل التي لا تزال ساخنة، يكون الوقت اللازم للوصول إلى درجة حرارة الوسط طويلا. من الأحسن أن تكون المادة المعدنة المبردة سائلة كليا أو سائلة مع بعض البلورات الصغيرة في قاع الكرة. في نهاية فترة التبريد لمدة 25 دقيقة. لا تترك المادة المعدنة غير المخففة داخل الكرات لليلة كاملة. لأنه يمكن للمادة المعدنة غير المخففة أن تتبلور خلال هذه الفترة ويصعب جدا بعد ذلك وضعها للتحلل.

ملاحظة - التبلور المفرط خلال 25 دقيقة هو نتيجة فقدان كبير للحمض خلال عملية التمدن وقد تعطي قيما تجريبية ضعيفة. سبب فقدان هذا الحمض هو الامتصاص المفرط للأدخنة أو بعملية تمدن مطولة جدا من جراء ضبط أقصى غير صحيح للقنديل.

يضاف 300 ملل من الماء داخل كرات (kjeldahl) سعتها 500 ملل، أو 400 ملل من الماء داخل كرات (kjeldahl) سعتها 800 ملل، كذلك باستعمال الماء للتحلل من أي باق على عنق الكرات.

يخلط كليا المحتوى مع التأكد من ذوبان جميع البلورات المتشكلة. تضاف 5 إلى 10 أجسام مساعدة للغليان (4.4). يترك المزيج ليبرد في درجة حرارة الوسط قبل إجراء عملية التخفيف. يمكن للمادة المعدنة المخففة أن تحفظ داخل حوجلات مغلقة وتستعمل بعد ذلك للتقطير.

2.2.7 التقطير

يمر ماء المكثف لجهاز التقطير (8.4). يضاف 75 ملل من محلول هيدروكسيد الصوديوم (4.3) للمادة المعدنة المخففة (1.2.7) بسكب المحلول بعناية داخل العنق المائل لكرة (kjeldahl)، بطريقة تسمح بتشكيل طبقة في قاع بصيلة الكرة.

من الأحسن أن يكون الفاصل بين المحلولين واضحا. لانخفاض خطر تسرب الأمونياك، تربط كرة (kjeldahl) بجهاز التقطير (8.4) مباشرة بعد إضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم داخل الكرة. يغمر رأس أنبوب سيلان المكثف في 50 ملل من محلول حمض البوريك (6.3) المتواجد داخل حوجلة مخروطية (9.4). ترج كرة (kjeldahl) بشدة يحركه دورانية حتى لا تبقى أي طبقة من المحلول المنفصلة الواضحة داخل الكرة. توضع الكرة

ملاحظة 2 الإحصائيات التي أجريت داخل المخابر وتلك التي أجريت بين المخابر والمتعلقة بهذا المنهج حددت بمعايرة ذات النقطة النهائية التلويينية. أظهرت المقارنة بين نتائج التجربة، بما فيها التجارب على بياض، المتحصل عليها بنقطة نهائية عند العامل الهيدروجيني (pH) 4,6 ونتائج معايرة النقطة النهائية التلويينية، عدم وجود فرق كبير بين هذه النتائج.

3.7 التجربة على بياض

تعاير العينات المأخوذة للتجربة على بياض باستعمال دائماً نفس حمض الكلور هيدريك (7.3) ونفس المخبر (5.4) أو نفس جهاز المعايرة الأوتوماتيكي، المزود بمقياس العامل الهيدروجيني (pH - متر) (11.4) للعينات المأخوذة للتجربة فقط. تنجز تجربة على بياض باتتبع طريقة العمل المبينة في (1.7) إلى (3.2.7)، بتعويض العينة المأخوذة للتجربة بـ 5 ملل من الماء مع حوالي 0,85 غ من السكراروز (10.3).

تسجل نتائج التجربة على بياض. إذا تغيرت هذه القيم وتحدد أسباب هذا التغيير.

ملاحظة 1 - في عينة مأخوذة للتجربة على بياض أو محلول معاير للاسترجاع، يستعمل السكراروز، أثناء عملية التمعدين، كمادة عضوية لاستهلاك كمية من حمض الكبريت المعادلة تقريبا للكمية اللازمة لعينة مأخوذة للتجربة. إذا كانت كمية حمض الكبريت الحر المتبقية في نهاية عملية التمعدين غير كافية، فإن استرجاع الأزوت المحدد حسب تجارب الاسترجاع في (2.4.7) و (3.4.7) تكون ضعيفة. غير أنه إذا بقيت في نهاية عملية التمعدين، كمية كافية من حمض الكبريت الحر لحجز كل الأزوت، لكن شروط درجة الحرارة ومدة عملية التمعدين كانت غير كافية لتحرير الأزوت الإجمالي من العينة، فإن استرجاعه في (7.4.2) يكون مقبولا ويكون ضعيفا في (3.4.7).

من الأحسن أن تكون كمية المحلول المعاير المستعملة للعينة المأخوذة للتجربة على بياض دائماً أكبر من الصفر. من الأحسن أن تكون العينات المأخوذة للتجربة على بياض المجراة في نفس المخبر، ثابتة طوال الوقت، تكون القيم النموذجية على بياض أصغر أو تساوي 0,2 ملل.

ملاحظة 2 - إذا كانت العينة المأخوذة للتجربة على بياض وردية اللون قبل المعايرة، فهذا غير عادي. عموماً في هذه الحالة، تكون الحوجلات المخروطية غير نظيفة أو

فوق القنديل ويشعل القنديل على ضبط مرتفع ما فيه الكفاية لجليان الخليط. تستمر عملية التقطير حتى بداية جليان غير منتظم (جليان خانق)، ثم تنزع مباشرة كرة (kjeldahl) ويوقف التسخين. يوقف ماء المكثف. يغسل داخل وخارج أنبوب السيلان بالماء، يجمع ماء الغسل داخل حوجة مخروطية ويخلط.

ينبغي لمعدل التخفيف أن يسمح بجمع حوالي ملل من القطارة قبل بداية الجليان غير المنتظم 150 (جليان خانق). يكون الحجم الكلي داخل الحوجة المخروطية حوالي 200 ملل. إذا كان حجم القطارة المجموعة أقل من 150 ملل، من المحتمل أنه تم إضافة كمية أقل من 300 ملل لتخفيف المادة الممعدنة. يكون المكثف فعال، بحيث لا تتجاوز درجة حرارة محتوى الحوجة المخروطية 35°م خلال عملية التقطير في حالة استعمال نقطة نهاية المعايرة التلويينية.

3.2.7 المعايرة

يعاير محتوى الحوجة المخروطية (2.2.7) بحمض الكلور هيدريك (7.3) بواسطة مخبر (5.4) تبلغ نقطة نهاية المعايرة عند ظهور اللون الوردي داخل المحتوى. تقدر القراءة في المخبر بتقريب 0,05 ملل. باستطاعة صفيحة محرك مغناطيسية منيرة أن تسهل رؤية النقطة النهائية للمعايرة.

من الممكن أيضاً أن يعاير محتوى الحوجة المخروطية (2.2.7) بحمض الكلور هيدريك (7.3) بواسطة جهاز معايرة أوتوماتيكي معاير، مجهز بمقياس العامل الهيدروجيني (pH - متر) (11.4). تبلغ النقطة النهائية للمعايرة في العامل الهيدروجيني (pH) 4,6، المناسبة مع النقطة الأكثر علواً من منحنى المعايرة (نقطة الانحناء). تقرأ كمية المحلول المستعمل على جهاز المعايرة الأوتوماتيكي.

ملاحظة 1 - يلاحظ أثر اللون الوردي الأول المحصور بين العامل الهيدروجيني (pH) 4,6 و (pH) 4,3 للجهاز الدال ومحلول حمض بوريك بنسبة 4% محددة في هذا المنهج. من الناحية العملية، يكون تغير العامل الهيدروجيني (pH) حسب إضافة حمض الكلور هيدريك لـ 0,1 مول/ل سريعا في هذا السلم من العامل الهيدروجيني (pH). يجب أن تساوي كمية الكلور هيدريك حوالي 0,05 ملل لـ 0,1 مول/ل لكي يتغير العامل الهيدروجيني (pH) بـ 0,3 وحدة في هذا السلم من العامل الهيدروجيني (pH) المحصور بين 4,6 و 4,3 في هذا الجهاز.

أن الماء الموجود في الهواء الرطب الممكن أن يتكثف خارج جهاز التكثيف يكون قد دخل حولة الاسترجاع محدثا تلوثها.

4.7 تجارب الاسترجاع

1.4.7 من الأحسن التحقق بانتظام من دقة طريقة العمل بتجارب الاسترجاع التالية، المجرأة طبقا لطريقة العمل المبينة في (1.7) إلى (3.2.7).

2.4.7 التحقق من أنه أن يحدث أي تسرب للآزوت باستعمال عينة مأخوذة للتجربة مقدرة بـ 0,12 غ من سولفات الأمونيوم (8.3) مع 0,85 غ من السكراروز (10.3).

ملاحظة - التحقق من أن استرجاع سولفات الأمونيوم لا يعطي أي بيان على قدرة شروط عملية التمعدين لتحرير الآزوت المتصل بالجزيئات البروتينية.

يجب أن تكون نسبة الآزوت المسترجع محصورة بين 99% و 100% لكل وضعيات الجهاز. من أجل استرجاع كميات أقل من 99%، تكون نظامية المحلول المعايير أكبر من القيمة المحددة، حيث يمكن أن يحدث تسرب للآزوت خلال مرحلة التمعدين أو التقطير. من الممكن استعمال مزيج من سولفات الأمونيوم وكمية قليلة من حمض الكبريت (الكمية المتبقية في نهاية عملية التمعدين) داخل كرة (kjeldahl).

تخفف بحجم عاد من الماء، تضاف الكمية العادية من هيدروكسيد الصوديوم، ثم تقطر. إذا كانت كمية الآزوت المسترجعة ضعيفة في نفس النسب، فإن تسرب الآزوت يحدث في جهاز التقطير وليس في جهاز عملية التمعدين. يمكن أن يكون السبب تسرب من أنبوب في جهاز تقليدي أو كون أن رؤوس جهاز التكثيف ليست مغمورة كلياً في حمض البوريك منذ بدء التقطير. من الأحسن أن يخضع هذا الجهاز لهذه التجربة قبل مراقبة عملية الاسترجاع تبعا لطريقة العمل المبينة في (3.4.7).

إذا كانت كمية الآزوت المسترجعة أكبر من 100%، فلا يمكن ملاحظة أي تسرب للآزوت.

في هذه الحالة، يمكن أن تكون الأسباب كالاتي :

(أ) سولفات الأمونيوم ملوث،

(ب) النظامية الحقيقية للمحلول المعير أصغر من قيمتها المحددة،

(ج) معايرة المخبار للمحلول المعير خاطئة،
(د) درجة حرارة المحلول المعير أعلى من درجة حرارة معايرة المخبار،

(هـ) تدفق المحلول المعير خارج المخبار يفوق السرعة القصوى التي تكون فيها معايرة المخبار مقبولة.

3.4.7 التحقق من فعالية طريقة عمل عملية التمعدين باستعمال 0,16 غ من هيدروكلورور الليزين (9.3) أو 0,18 غ من التريبستوفان (9.3) مع 0,67 غ من السكراروز (10.3).

يجب استرجاع 98% على الأقل من النسبة الكتلية للآزوت. إذا كانت نسبة الآزوت المسترجع أقل من 98% بعد الحصول على نسبة الأمونيوم المسترجع 99% إلى 100%، فإن درجة الحرارة أو مدة عملية التمعدين كانت غير كافية c (تتبع طريقة العمل المبينة في (1.2.7)، الفقرة الأولى والملاحظة 1)، أو أن جزءاً من العينة لم يهضم (أو لم يحرق) داخل أنبوب (kjeldahl). يكون التقييم النهائي للنتائج أحسن إذا أجري في إطار برنامج تجارب الفعالية التي تحسب فيها الخصائص الإحصائية في داخل المخابر وما بين المخابر على أساس تحليل عينات الحليب.

4.4.7 تدل النتائج السفلى المتحصل عليها في أحد تجارب الاسترجاع (أو أعلى من 100% في (2.4.7)) على وجود أخطاء في طريقة العمل و/أو عدم دقة في تركيز محلول حمض الكلورهدريك (7.3).

8 - الحساب والتعبير من النتائج

1.8 حساب نسبة الآزوت

1.1.8 تحسب نسبة الآزوت الموجودة في العينة المأخوذة للتجربة، W_N ، بواسطة المعادلة الآتية :

$$W_N = \frac{1,4007(V_S - V_b)M_f}{m}$$

حيث :

W_N : نسبة الآزوت الموجودة في العينة المأخوذة للتجربة والمعبّر عنها على شكل نسبة مائوية للكتلة،

V_S : الحجم الرقمي لحمض الكلورهدريك (7.3) بالملييلتر المستعمل في التحديد (3.2.7) والمعبّر عنه بتقريب 0,05 ملل على الأقل،

9- الدقة

1.9 التجربة ما بين المخابر

تستخرج قيم التكرارية وإعادة التجربة في عدة مخابر عن نتائج التجربة ما بين المخابر. يمكن ألا تطبق هذه القيم الناتجة عن هذه التجربة في مجالات التركيز والمصفوفات غير تلك التي تم توضيحها.

2.9 التكرارية

لا يتعدى الفرق نتيجتي تجربتين فرديتين منفردتين، المتحصل عليهما بواسطة نفس المنهج على نفس المادة، الخاضعة لتجربة في نفس المخبر من طرف نفس المحلل باستعمال نفس التجهيزات في فترة زمنية قصيرة، 0,006% لنسبة الآزوت (0,038% لنسبة المادة الآزوتية الإجمالية) إلا في 5% من الحالات على الأكثر.

3.9 إعادة التجربة في عدة مخابر

لا يتعدى الفرق بين نتيجتي تجربتين فرديتين المتحصل عليهما بواسطة نفس المنهج على نفس المادة الخاضعة لتجربة في عدة مخابر من طرف محللين مختلفين باستعمال تجهيزات مختلفة، 0,0077% لنسبة الآزوت (0,049% لنسبة المادة الآزوتية الإجمالية) إلا في 5% من الحالات على الأكثر.

ملحوظة

طريقة عمل لتحليل مواد أخرى لمشتقات الحليب في حالة عدم وجود منهج خاص بهذه المنتجات

1- عموميات

تم توسيع طريقة العمل المبينة في هذا المنهج وتم تقييم فعاليتها لتحليل حليب البقر، في حالة عدم وجود أي منهج خاص لهذه المنتجات، يمكن للمخبر أن يستعمل نفس طريقة العمل مع تغييرات طفيفة لتحديد نسبة الآزوت لسلسلة من منتجات الحليب.

مع ذلك، من الأحسن التسجيل أنه لم يتم المصادقة على طريقة العمل وفعاليتها لهذا النوع من التطبيق.

2- طريقة العمل

يوزن بالتقريب 0,1 غ، الكتلة المناسبة للعينة المأخوذة للتجربة المستخلصة من عينة التجربة المضرة جيدا كما هو مبين لاحقا، تحدد نسبة الآزوت باتباع المنهج المبين من (1.7) إلى (4.7).

من الأحسن ألا يتم تغيير كميات حمض الكبريت (3.3) ومحلول هيدروكسيد الصوديوم (4.3) المستعملة في عملية التمدن والتقطير. يؤدي تغيير النسبة بين

V_b : الحجم الرقمي لحمض الكلور هيدريك (7.3)
القيمة الرقمية لحجم بالميليلتر المستعمل في التجربة على بياض (3.7) والمعبر عنه بتقريب 0,05 ملل على الأقل،

M_f : المولارية الحقيقية لحمض الكلور هيدريك (7.3)
والمعبر عنها بتقريب أربعة أرقام بعد الفاصلة،

m : القيمة الرقمية لكتلة العينة المأخوذة للتجربة (1.7)، بالغرام والمعبر عنها بالتقريب 0,1 ملغ.

2.1.8 يعبر عن النتائج المتحصل عليها تقريبا بأربعة أرقام بعد الفاصلة، إذا اقتضى الأمر لإجراء حسابات لاحقة. إذا تعلق الأمر بالنتائج النهائية (1.8)، يعبر عن نسبة الآزوت بتقريب ثلاثة أرقام بعد الفاصلة ونسبة الآزوت الإجمالي برقمين بعد الفاصلة. من الأحسن ألا تقرب النتائج قبل الاستعمال النهائي لقيمة التجربة.

ملاحظة - يصبح هذا على وجه الخصوص عندما تستعمل هذه القيم لاحقا. تكون هذه الحالة، مثلا عندما تستعمل قيم التجارب الفردية المتحصل عليها انطلاقا من تحليل عدة عينات لحساب إحصائيات فعالية المنهج المتعلق بالتغييرات في نفس المخابر وفي ما بين المخابر. هو نفس الحال أيضا عندما تستعمل هذه القيم كمرجع عند معايرة جهاز ما (مثلا جهاز تحليل الحليب بالأشعة فوق الحمراء)، حيث تستعمل القيم المتعلقة بعدة عينات لحساب ارتدادي بسيط أو متعدد. وفي هذه الحالات، من الأحسن ألا تقرب النتائج المتحصل عليها قبل استعمالها لحسابات لاحقة.

2.8 حساب نسبة المادة الآزوتية الإجمالية

1.2.8 تحسب نسبة المادة الآزوتية الإجمالية للعينة المأخوذة للتجربة، W_p بواسطة المعادلة الآتية :

$$W_p = W_N \times 6,38$$

حيث :

W_p : هي نسبة المادة الآزوتية الإجمالية للعينة المأخوذة للتجربة والمعبر عنها بالنسبة المئوية للكتلة،

W_N : هي نسبة الآزوت للعينة المأخوذة للتجربة والمعبر عنها بالنسبة المئوية للكتلة، تقريبا بأربعة أعداد بعد الفاصلة (1.8)،

6,38 : هو العامل المضاعف المقبول عموما للتعبير عن نسبة الآزوت كنسبة المادة الآزوتية الإجمالية.

2.2.8 يعبر عن النتائج المتحصل عليها لنسبة المادة الآزوتية الإجمالية بثلاثة أرقام بعد الفاصلة تقريبا، إذا اقتضى الأمر لحسابات لاحقة. إذا تعلق الأمر بالنتائج النهائية (1.8)، يكفي أن يكون رقمان بعد الفاصلة.

كمية الحمض والمركبات الأخرى بزيادة كمية الحمض، إلى خفض نقطة الغليان الأولية للمزيج في عملية التمدن، فلا ينصح به إذا.

من الأحسن استعمال عامل مناسب من العينة المأخوذة للتجربة بالعمل بالكواشف المحددة في هذا المنهج. يمكن تقدير العامل المناسب للعينة المأخوذة للتجربة لجميع عينات التجربة كما يلي.

يجب أن تكون كمية البروتينات المثلى داخل كرة (kjeldahl) (2.4) محصورة بين 0,15 غ و 0,30 غ في كل كرة ولكل عينة. وكذلك إذا كانت عينة متوسطة من شيدار تحتوي على 24.00% من البروتينات، من الأحسن أن تكون كتلة العينة المأخوذة للتجربة محصورة بين 0,625 غ و 1,25 غ.

يعتمد اختيار استعمال كتل العينة المأخوذة للتجربة التي تكون قريبة من الحد الأسفل أو الحد الأعلى للمجال، على كمية الحمض الذي يستهلك من قبل المركبات الأخرى للعينة أثناء عملية التمدن (أي المواد الدسمة والهيدروكاربونات).

يصف هذا المنهج إضافة 25 ملل (حوالي 46 غ) من حمض الكبريت إلى العينة المأخوذة للتجربة، داخل كرة (kjeldahl). في نهاية عملية التمدن، يجب أن يبقى حوالي 15 غ من حمض الكبريت داخل الكرة لحجز جميع الأزوت.

ينبغي الإشارة إلى أن كمية حمض الكبريت قد استهلكت من طرف العينة المأخوذة للتجربة وخسرت أيضا عن طريق التبخر خلال عملية التمدن. يمكن أن تكون الكمية المتسربة عن طريق التبخر مساوية للكمية المستهلكة من طرف المواد العضوية في العينة المأخوذة للتجربة. تعتمد الكتلة النهائية لبقايا الحمض، على هاتين العمليتين. إذا كانت خسارة الحمض عن طريق التبخر كبيرة جدا (بسبب الشفط الزائد للأبخرة خلال عملية التمدن أو أن عنق القارورة حار جدا)، من الممكن أن يتبقى قليل جدا من الحمض بعد عملية التمدن، حتى إذا كانت العينة المأخوذة للتجربة ذات حجم كاف.

تتسبب الكمية المتبقية للحمض غير الكافية في تبلور المادة المتعدنة بعد 25 دقيقة من التبريد و إلى استرجاع منخفض للأزوت.

تعتبر القشدة التي تحتوي على 40% من المواد الدسمة مثلا عن منتج حساس. في هذه الحالة، تكون نسبة البروتينات أو الأزوت في العينة منخفضة ونسبة المواد الدسمة مرتفعة. نفترض أن عينة وسطى للقشدة تحتوي على حوالي 40% من المواد الدسمة، 1,9% من البروتينات و 2,9% من اللاكتوز لكي نتحصل

على 0,15 غ من البروتينات داخل كرة (kjeldahl) (2,4) من الأحسن استعمال عينة مأخوذة للتجربة من 7,98 غ. تحتوي إذن هذه العينة المأخوذة للتجربة على 3,16 غ من المواد الدسمة التي تستهلك بنفسها 56,9 غ (حوالي 30,9 ملل) من حمض الكبريت خلال عملية التمدن، بدون أخذ في الاعتبار فقدان حمض الكبريت بالتبخّر (يفترض أن 1 غ من المادة الدسمة يستهلك 18 غ من حمض الكبريت خلال عملية التمدن). هذا مثال على الحالة التي يجب أن تقلص فيها كمية العينة المأخوذة للتجربة للحصول على كمية متبقية كافية من حمض الكبريت في نهاية عملية التمدن. في حالة مادة مثل القشدة، من الأحسن استعمال محلول معايير ذي تركيز منخفض (مثلا 0,01 مول/ل). في مثل هذه الحالات، من الضروري تخفيض كمية العينة المأخوذة للتجربة لكي تبقى كمية كافية من حمض الكبريت في نهاية عملية التمدن.

يمكن أن تحدد كمية السكران اللازمة للتجربة على بياض أو المحاليل المعيرة للاسترجاع، لمواد أخرى غير حليب البقر كما يأتي :

يجب أولا إجراء تقدير النسب التقريبية للمواد الدسمة، للبروتينات والهيدروكربونات لنوع عينة التجربة المعنية والقيمة التقريبية للعينة المأخوذة للتجربة المستعملة في عملية التمدن.

فيما بعد أثناء عملية التمدن، يستهلك 1 غ من المادة الدسمة حوالي 18 غ من حمض الكبريت، 1 غ من البروتينات يستهلك 9 غ من حمض الكبريت، و 1 غ من هيدروكربونات يستهلك حوالي 7 غ من حمض الكبريت.

على أساس هذه المعلومات، من الممكن حساب كمية الحمض المستهلك من طرف العينة المأخوذة للتجربة وكمية السكران اللازمة لاستهلاك نفس كمية الحمض خلال عملية التمدن. من الأحسن أن تستعمل كمية السكران المحسوبة للعينة المأخوذة للتجربة على بياض وللمحلول المعايير لاسترجاع سولفات الأمونيوم.

من أجل محلول معايير لاسترجاع الأزوت من الأحماض الأمينية (7.4.3)، تخفض كمية السكران إلى ما يعادل الحمض الذي يتم استهلاكه (يحسب على شكل بروتينات) بهيدروكلورور الليزين أو التريبتيوفان. يؤخذ كافتراض، أن استرجاع الأزوت خلال عملية التمدن للجهاز المستعمل، هو نفسه بالنسبة للعينات الأخرى غير الحليب، وذلك بدون إجراء تجارب استرجاع أخرى للحصول على شروط تسمح بالوصول إلى مراحل مماثلة لحمض الكبريت المتبقي في نهاية عملية التمدن.

قرارات، مقررات، آراء

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

حرر بالجزائر في 4 محرم عام 1437 الموافق 18 أكتوبر سنة 2015.

بختي بلعيب

الملحق

منهج تحضير العينة للتجربة قصد التحليل الفيزيائي والكيميائي للحليب

1. الهدف ومجال التطبيق :

يهدف هذا المنهج إلى تحديد توجيهات عامة لتحضير عينات قصد استعمالها للتحليل الفيزيائي والكيميائي للحليب.

2. المبدأ :

مجانسة ميكانيكية أو يدوية لعينة التجربة مكيفة في درجة حرارة $20 \pm 5^\circ \text{C}$ وإعداد عينات للتجربة.

3. التجهيزات والأدوات الزجاجية :

1.3. **إناءات بيشر (Becher)**، ذات سعة 400 ملل،

2.3. **قضيب زجاجي**، طوله حوالي 20 سم وقطره 8 مم منحنيًا قليلاً من أحد الأطراف ومزود بسدادة من المطاط،

3.3. **جهاز المجانسة**، مناسب، سهل التنظيف، مجهز بنظام يسمح بالتسخين وتثبيت الحليب في درجة حرارة 40°C تقريباً.

في حالة عدم وجود هذا الجهاز (3.3)، يستعمل ما يأتي :

4.3. مجموعة المجانسة اليدوية،

1.4.3. **حمام مائي**، مضبوط في 40°C ،

2.4.3. **غربال من الحديد**، غير قابل للأكسدة حيث لا تتجاوز فتحات شبكاته 0,5 مم،

3.4.3. **قمع**، قطره أكبر بقليل من قطر الغربال.

4. طريقة العمل :

1.1. مجانسة العينة :

إذا كان التحليل مباشرة بعد الاقتطاع أو بعد ساعتين أو ثلاث (3) ساعات بعد ذلك، يكفي رج عاد للعينة بدوران متتال للقارورة لجعل المحتوى متجانساً.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 4 محرم عام 1437 الموافق 18 أكتوبر سنة 2015، يجعل منهج تحضير العينة قصد التحليل الفيزيائي والكيميائي للحليب إجبارياً.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 15-125 المؤرخ في 25 رجب عام 1436 الموافق 14 مايو سنة 2015 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة، المعدل،

– 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 والمتعلق بتقييم المطابقة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 13-328 المؤرخ في 20 ذي القعدة عام 1434 الموافق 26 سبتمبر سنة 2013 الذي يحدد شروط وكيفيات اعتماد المخابر قصد حماية المستهلك وقمع الغش،

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

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقاً 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 تحضير العينة قصد التحليل الفيزيائي والكيميائي للحليب إجبارياً.

المادة 2 : لتحضير العينة قصد التحليل الفيزيائي والكيميائي للحليب، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق بهذا القرار.

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

العينة. تنقل في البيشر (1.3) بصفة متكررة وذلك لإتمام المجانسة. إذا كانت المادة الدسمة غير مدمجة في الحليب بصفة مناسبة، يعاد تسخين العينة في حمام مائي (1.4.3) وتجدد العمليات المذكورة في (2.1.4).

3.1.4. حالات خاصة :

1.3.1.4. يمكن أن تمخض العينة أثناء النقل أو فوراً بفعل جهاز الرج وتكون حبيبات المادة الدسمة المجمعة في المصفاة مشكلة مسبقاً من تكتلات حقيقية من الزبدة.

في هذه الحالة، يجب إعادة تسخين العينة في 40°م، تحت فعل مشترك بين حليب ساخن وجهاز الرج. تذوب هذه الحبيبات وتنقسم مع عبور المصفاة.

تعاد العملية مرة أو مرتين ثم تبرد العينة. من الواضح أنه في هذه الحالة تكون المادة الدسمة غير مدمجة مرة أخرى بصفة دقيقة في الحليب ويكون الاقتطاع الصحيح لمعايرة المادة الدسمة صعباً. في هذه الحالة، ينصح بالمجانسة الميكانيكية.

2.3.1.4. في حالة التصاق حبيبات الزبدة بقوة على الغطاء، تنزع هذه الزبدة بواسطة جهاز رج من المطاط. يشطف بقليل من الحليب ويترك في المصفاة حيث يتلقى غسلاً غزيراً أثناء عملية السكب المتتالية.

2.4. درجة حرارة التكييف :

تكون أجهزة الاقتطاع مدرجة، من أجل درجة حرارة 20°م، وتكون التحديدات الفيزيائية – الكيميائية مجرأة في درجة الحرارة هذه. يجب أن يكون المكان والكواشف والحليب نفسه في درجة حرارة 20°م ± 5°م.

من الملائم أيضاً جعل الحليب في درجة الحرارة هذه في أسرع وقت ممكن.

3.4. العينة المأخوذة للتجربة :

بعد تحضير العينة لغرض التحليل الفيزيائي والكيميائي، يجب إجراء العينات المأخوذة للتجربة مباشرة. ينصح بإجراء كل العينات المأخوذة للتجربة اللازمة في مختلف عمليات المعايرة بدون انقطاع.

في كل الحالات، يجرى رج أخير للعينة قبل كل اقتطاع.

تجرى العينات المأخوذة للتجربة بالوزن أو بالحجم. يعبر عن النتائج بالحجم أو بالكتلة من الحليب مع معرفة الكتلة الحجمية لعينة الحليب.

يجب إجراء جميع العينات المأخوذة للتجربة بالحجم في 20°م مع أدوات زجاجية مدرجة بصفة ملائمة في درجة الحرارة هذه.

في الحالة العكسية، حيث يكون التحليل بعد يوم من الاقتطاع أو عدة أيام فيما بعد أو بعد مدة طويلة، تتجمع المادة الدسمة للحليب وتتكتل على طول جدران القارورة أو تحت الغطاء.

يجب إذا جعل المادة الدسمة على شكل محلول متجانس في كامل العينة، إما باستعمال جهاز ميكانيكي، بشرط أن لا يغير من تركيبة الحليب لا من الناحية النوعية ولا من الناحية الكمية، وإما بإجراء العملية يدوياً في حالة عدم وجود هذا الجهاز (3.3).

1.1.4. مجانسة ميكانيكية :

تتعلق طريقة العمل بالجهاز المتوفر. من الضروري، في جميع الحالات، أن تسترجع كل الترسبات الملتصقة بجدران قارورة الاقتطاع أو بالغطاء.

من الأحسن أن توضع العينة في درجة حرارة 40°م إلى 45°م، بحيث تعمل على تذويب المادة الدسمة التي يجب أن تكون سائلة لإجراء المستحلب بطريقة ملائمة.

ملاحظة :

يُستعمل الجهاز (3.3) حسب المواصفات المحددة من طرف المصنّع مع الحرص، بالخصوص، على ما يأتي :

– لا يدخل أي شيء في العينة،

– لا ينقص أي شيء من العينة خلال الميكانيزم كله سواء باسترجاع المادة الدسمة أو الكازيين المخثر، أو عن طريق فقد مصل الحليب قبل إدخال الخثارة،

– يُتجنب تشكل رغوة أو طبقة من الهواء التي تمنع، في حالة وجودها، كل قياس مسموح لكتلة حجمية أو كل عينة مأخوذة على شكل حجم للتجربة.

2.1.4. مجانسة يدوية :

1.2.1.4. تُرج العينة عن طريق دوران متتال مكرر، وتعاد إلى درجة حرارة 25°م تقريباً.

ملاحظة :

يجب أن لا يكون الرج عنيفاً بما أن القارورة ممتلئة أو تقريباً ممتلئة. يجب تجنب حدوث تشكّل طبقة الهواء إطلاقاً في الحليب، مما يؤدي إلى عدم صحة الاقتطاعات، لأن الهدف من الرج الأول ليس جعل العينة متجانسة، ولكن فقط فصل المادة الدسمة من جدران القارورة وتقسيمها إلى عدد كبير من الأجزاء الصغيرة.

2.2.1.4. يسكب على الغربال (2.4.3) جزء من العينة المثبتة في حوالي 25°م، وتجمع في بيشر (1.3). تقطع الحبيبات بواسطة القضيب (2.3) باستعمال باقي

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

حرر بالجزائر 4 محرم عام 1437 الموافق 18 أكتوبر سنة 2015.

بختي بلعيب

الملحق

منهج تحديد الحموضة المعيارية في الحليب الجاف

1. الهدف ومجال التطبيق :

يهدف هذا المنهج إلى وضع طريقة تطبيقية لتحديد الحموضة المعيارية في جميع أنواع الحليب الجاف.

2. تعريف :

الحموضة المعيارية للحليب الجاف : هي عدد المليلترات من محلول هيدروكسيد الصوديوم تركيزه 0,1 مول/ل اللازمة لتعديل كمية من الحليب المعاد تشكيله والموافقة لـ 10 غ من المادة الصلبة غير الدسمة، في وجود الفينول فتاليين، حتى ظهور لون وردي.

3. المبدأ :

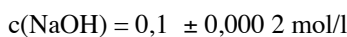
يحضّر الحليب المعاد تشكيله بإضافة الماء لعينة مأخوذة للتجربة من الحليب الجاف تساوي 5 غ بالضبط من المادة الصلبة غير الدسمة، معايرة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم بـ 0,1 مول/ل، باستعمال الفنون فتاليين ككاشف وسلفات (الكوبالت II) (cobalt II) كمحلول ملون مرجعي. تضرب عدد المليلترات المستعملة للمعايرة في العامل 2 للحصول على عدد المليلترات لـ 10 غ من المادة الصلبة غير الدسمة.

ترتبط كمية محلول هيدروكسيد الصوديوم اللازمة بكمية المواد المثبتة الموجودة بصفة طبيعية في المنتج وكذلك بالحموضة أو القاعدية الظاهرة أو المضافة.

4. الكواشف :

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها، يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرًا أو ماء منزوع الأملاح، وتم تخليصه من ثاني أكسيد الكربون بالغليان لمدة 10 دقائق قبل الاستعمال.

1.4. هيدروكسيد الصوديوم، محلول معاير،



2.4. محلول ملون مرجعي،

تذاب 3 غ من سلفا الكوبالت (II) سباعي التمييه $(\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$ في الماء ويكمل الحجم إلى 100 ملل.

قرار مؤرخ في 4 محرم عام 1437 الموافق 18 أكتوبر سنة 2015، يجعل منهج تحديد الحموضة المعيارية في الحليب الجاف إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 15-125 المؤرخ في 25 رجب عام 1436 الموافق 14 مايو سنة 2015 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة، المعدل،

- 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 والمتعلق بتقييم المطابقة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 13-328 المؤرخ في 20 ذي القعدة عام 1434 الموافق 26 سبتمبر سنة 2013 الذي يحدد شروط وكيفيات اعتماد المخابر قصد حماية المستهلك وقمع الغش،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 13 شعبان عام 1419 الموافق 2 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالموصفات التقنية لأنواع الحليب الجاف وشروط وكيفيات عرضها،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 17 رجب عام 1420 الموافق 27 أكتوبر سنة 1999 والمتعلق بمواصفات مسحوق الحليب الصناعي وشروط عرضه وحيازته واستعماله وتسويقه وكيفيات ذلك، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد الحموضة المعيارية في الحليب الجاف إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد الحموضة المعيارية في الحليب الجاف، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق بهذا القرار.

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

3.4. محلول الفينول فتاليين،

تذاب 2 غ من الفينول فتاليين في 75 ملل من الإيثانول 95 % (v/v) وتضاف 20 ملل من الماء. يضاف محلول هيدروكسيد الصوديوم (1.4) حتى تحدث قطرة واحدة تلويناً وردياً ضعيفاً، ويكمل الحجم بالماء إلى 100 ملل.

5. الأجهزة :**1.5. ميزان تحليلي،**

2.5. سحاحة، مدرجة في 0,1 ملل، دقتها 0,05 ملل،

3.5. ماصات، سعتها 2 ملل،

4.5. مخبرات مدرجة، سعتها 50 ملل،

5.5. حوجلات قمعية، ذات عنق مصقول، سعتها 100 ملل أو 150 ملل، مزودة بسداة مصقولة من الزجاج.

6. اقتطاع العينة :

يجرى اقتطاع العينة في ظروف ملائمة.

7. طريقة العمل :**1.7. تحضير العينة للتجربة :**

تسكب العينة في وعاء نظيف وجاف (مزود بغطاء يمنع تسرب الهواء)، سعته حوالي ضعف حجم العينة.

يغلق الوعاء مباشرة ويخلط محتواه بعناية عن طريق التحريك والتقليب المتكرر للوعاء. يُتجنب، قدر الإمكان، تعريض العينة للهواء أثناء هذه العمليات، لتقليل التصاق الماء قدر الإمكان.

2.7. العينة المأخوذة للتجربة :

تؤخذ حوجلتان قمعيتان (5.5) ويوضع في كل واحدة منهما $0,01 \pm (500/a)$ غ من العينة للتجربة (1.7).

a : هو نسبة المادة الصلبة غير الدسمة في العينة، معبر عنها بالنسبة المئوية وبعدين عشريين.

ملاحظة - يمكن حساب نسبة المادة الصلبة غير الدسمة في العينة بطرح نسبة المادة الدسمة ونسبة الماء من 100.

3.7. التحديد :

1.3.7. حضّر الحليب المعاد تشكيله، بإضافة 50 ملل من الماء في درجة حرارة تقدر بحوالي 20 °م إلى العينة المأخوذة للتجربة (2.7)، ويخلط بشدة. يترك ليرتاح لمدة 20 دقيقة.

2.3.7. يضاف إلى إحدى الحوجلتين القمعيتين 2 ملل من المحلول الملون المرجعي (2.4) لكي نحصل على شاهد ملون ثم يمزج بتحريك خفيف.

ملاحظة - إذا كنا بصدد إنجاز سلسلة من التحديدات على منتوجات مشابهة، يمكن استعمال هذا الشاهد الملون لكل السلسلة، لكن يجب أن لا يستعمل بعد أكثر من ساعتين من تحضيره.

3.3.7. يضاف إلى الحوجلة القمعية الثانية، 2 ملل من محلول الفينول فتاليين (3.4) ويخلط بالتحريك الخفيف.

4.3.7. يعاير محتوى الحوجلة القمعية الثانية بإضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم (1.4) بواسطة سحاحة (2.5) وبالتحريك، إلى غاية الحصول على لون وردي خفيف مماثل للون الشاهد الملون والذي يدوم إلى غاية 5 ثوان. يجب ألا تتعدى مدة المعايرة 45 ثانية.

يسجل حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم المستعمل بالمليتر وبتقريب 0,05 ملل.

8 - التعبير من النتائج :**1.8. طريقة الحساب والمعادلة :**

تساوي الحموضة المعايرة :

$$2 \times v$$

حيث : v هو حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم (1.4) بالمليتر المستعمل للمعايرة (4.3.7).
يعبر عن النتيجة برقم بعد الفاصلة.

2.8. التكرارية :

يجب ألا يتعدى الفرق بين نتيجتي تحديدين مجريين في نفس الوقت أو الواحد تلو الآخر من قبل نفس المحلل 0,4 ملل من محلول هيدروكسيد الصوديوم ذي تركيز 0,1 مول/ل لـ 10 غ من المادة الصلبة غير الدسمة.

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التجارة

المديرية العامة للرقابة الاقتصادية
و قمع الغش

مديرية مخابر التجارب
و تحاليل الجودة

المناهج الرسمية للتحاليل

الفيزيوكيميائية المتعلقة باللحوم و منتجات اللحوم



الفهرس

01	1. قرار مؤرخ في 19 أكتوبر سنة 2005، يجعل منهج تحديد الرطوبة في اللحم و المنتوجات اللحمية إجباريا. (ج ر عدد 01 - 2006)
04	2. قرار مؤرخ في 15 يناير سنة 2006، يجعل منهج قياس العامل الهيدروجيني للحم و المنتوجات اللحمية إجباريا. (ج ر عدد 23 - 2006)
08	3. قرار مؤرخ في 25 ديسمبر سنة 2005، يجعل منهج معايرة و تحضير العينة لتجربة اللحم و المنتوجات اللحمية إجباريا. (ج ر عدد 27 - 2006)
10	4. قرار مؤرخ في 21 فبراير سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة الفوسفور الإجمالي في اللحم و المنتوجات اللحمية إجباريا. (ج ر عدد 27 - 2006)
13	5. قرار مؤرخ في 26 أبريل سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة المادة الدسمة الإجمالية في اللحم و المنتوجات اللحمية إجباريا. (ج ر عدد 33 - 2006)
16	6. قرار مؤرخ في 26 أبريل سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة الأزوت الإجمالي في اللحم و المنتوجات اللحمية إجباريا. (ج ر عدد 37 - 2006)
20	7. قرار مؤرخ في 29 مارس سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة النترات في اللحم و المنتوجات اللحمية إجباريا. (ج ر عدد 43 - 2006)
24	8. قرار مؤرخ في 29 مارس سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة النتريت في اللحم و المنتوجات اللحمية إجباريا. (ج ر عدد 43 - 2006)
28	9. قرار مؤرخ في 8 يوليو سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة الأزوت القاعدي المتبخر الإجمالي في منتوجات الصيد البحري إجباريا. (ج ر عدد 58 - 2006)
30	10. قرار مؤرخ في 8 يوليو سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة الهيستامين المتبخر الإجمالي في منتوجات الصيد البحري بواسطة كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية إجباريا. (ج ر عدد 58 - 2006)
33	11. قرار مؤرخ في 8 يوليو سنة 2006، يجعل منهج البحث و التعرف على المواد المنشطة في اللحم و المنتوجات اللحمية إجباريا. (ج ر عدد 59 - 2006)
36	12. قرار مؤرخ في 12 نوفمبر سنة 2014، يجعل منهج تحديد نسبة الهيدوكسيبرولين في اللحوم و منتجات اللحوم إجباريا. (ج ر عدد 69 - 2014)
41	13. قرار مؤرخ في 23 نوفمبر سنة 2014، يجعل منهج البحث عن متعددات الفوسفات في اللحوم و منتجات اللحوم إجباريا. (ج ر عدد 12 - 2015)
45	14. قرار مؤرخ في 25 مارس سنة 2014، يجعل منهج تحديد نسبة الكشف عن العوامل الملونة في اللحوم و منتجات اللحوم عن طريق الإستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة إجباريا. (ج ر عدد 22 - 2015)

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 16 رمضان عام 1426 الموافق 19 أكتوبر سنة 2005 ، يجعل منهج تحديد الرطوبة في اللحم والمنتجات اللحمية إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 05 - 161 المؤرخ في 22 ربيع الأول عام 1426 الموافق أول مايو سنة 2005 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق برقابة الجودة و قمع الغش، المعدل و المتمم،

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقاز وتسويقه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتوجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل و المتمم،

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 المعدل و المتمم، والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد الرطوبة في اللحم و المنتوجات اللحمية إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد الرطوبة في اللحم و المنتوجات اللحمية، تلزم مخابر مراقبة الجودة و قمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض باستعمال المنهج المبين في الملحق .

كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر في 16 رمضان عام 1426 الموافق 19 أكتوبر سنة 2005.

الهاشمي جعوب

الملحق

منهج تحديد الرطوبة في اللحم و المنتوجات اللحمية

1- التعريف :

الرطوبة في اللحم و المنتوجات اللحمية : فقدان الكتلة المتحصل عليها وفقا للشروط العملية المبينة أدناه.

يعبر عن الرطوبة بالنسبة المئوية للكتلة.

2 - المبدأ :

بعد تشكيل خليط متجانس للعينة مع الرمل والإيثانول و التجفيف المسبق لهذا الخليط في حمام مائي، تنزع الرطوبة في 103±2 م إلى غاية ثبات الكتلة.

3 - الكواشف :

3-1 الرمل، استعمال جزء من الرمل مصفى بواسطة غربال تبلغ فتحة شبكته 1,4 مم ويبقى فوق غربال شبكته 250 ميكرومتر.

يغسل الرمل بالماء الجاري ثم يغلى في حمض الكلوريدريك $\rho_{20} = 1,19$ غ / مل، مخفف (1+1) لمدة 30 دقيقة مع تحريكه باستمرار. تعاد هذه العملية بجزء آخر من الحمض إلى غاية عدم ميله إلى اللون الأصفر بعد الغليان.

يغسل الرمل بعد ذلك بماء مقطر إلى أن تعطى عملية الكشف عن الكلورور نتيجة سلبية. يجفف الرمل في درجة حرارة تتراوح بين 150°م و 160°م ويحفظ في قارورة مغلقة بإحكام.

3 - 2 الإيثانول، 95% على الأقل (ح/ح).

4 - التجهيزات :

4-1 فراصة اللحم، مخبرية مجهزة بصفيحة تحتوي على ثقب لا يتعدى قطرها 4 مم.

4-2 كبسولة مسطحة، من الخزف أو من المعدن (مثلا، من النيكل، الألومينيوم أو من الفولاذ غير القابل للأكسدة)، يبلغ قطرها 60 مم كحد أدنى وارتفاعها حوالي 25 مم.

4-3 قضيب زجاجي رقيق، مسطح من أحد الجوانب و طوله أكبر بقليل من قطر الكبسولة.

4-4 مجفف، بتسخين كهربائي معدل في 103±2°م.

4-5 حمام مائي.

4-6 جهاز نازع للرطوبة (Dessicateur)، مزود بعامل مجفف فعال.

4-7 ميزان تحليلي.

5 - العينة :

5-1 تستعمل عينة ممثلة أولية وزن 200 غ على الأقل مقطعة وفقا لمنهج معايرة و تحضير العينة لتجربة اللحوم و المنتوجات اللحمية.

5-2 تحفظ العينة بطريقة تسمح بتجنب تلفها وتغير في تركيبها.

6 - طريقة العمل :

1-6 تحضير العينة :

تجعل العينة متجانسة بطحنها مرتين على الأقل في الفراصة (1.4) مع خلطها. تدخل العينة في قارورة غير نفوذة و مملوءة كاملة ثم تحفظ بطريقة تسمح بتجنب تلفها و تغير في تركيبها. تحلل العينة في أقصى سرعة ممكنة و ذلك دائما خلال 24 ساعة.

6-2 أخذ العينة :

تجفف الكبسولة (2.4) المحتوية على كمية من الرمل (1.3) تساوي ثلاث أو أربع مرات كتلة العينة المأخوذة للتجربة والقضيب الزجاجي (3.4) في المجفف لمدة 30 دقيقة (4.4) معدل في $103 \pm 2^\circ \text{C}$.

بعد تبريد الجميع في جهاز نازع للرطوبة (6.4) إلى غاية الحصول على درجة حرارة المحيط، توزن بتقريب 0,001 غ.

تفرغ من 5 إلى 10 غ من العينة في الكبسولة وتوزن من جديد بتقريب 0,001 غ.

6-3 التحديد :

تضاف من 5 إلى 10 ملل من الإيثانول (2.3) حسب كتلة العينة المأخوذة للتجربة ثم تحرك الكتلة بواسطة قضيب زجاجي (4.3) ،

توضع الكبسولة و محتواها داخل الحمام المائي (5.4) ، معدل في درجة حرارة تتراوح بين 60°C و 80°C بطريقة تسمح بتجنب التطاير ثم يثبت التسخين إلى غاية تبخر الإيثانول، ترج من حين إلى آخر.

تسخن الكبسولة ومحتواها لمدة ساعتين في المجفف (4.4) معدل في $103 \pm 2^\circ \text{C}$. تسحب الكبسولة ومحتواها من المجفف وتوضع في جهاز نازع للرطوبة (6.4) (dessiccateur).

تترك الكبسولة و محتواها لتبرد حتى تصبح درجة حرارتها تعادل درجة حرارة المحيط ثم توزن بتقريب 0,001 غ.

تكرر عمليات التسخين في المجفف، التبريد والوزن، حتى لا يتعدى الفرق بين نتائج وزنيتين متتاليتين، مفصولين بالتسخين لمدة ساعة واحدة، 0,1 % من كتلة العينة المراد تحليلها.

يجرى تحديدان اثنان على نفس العينة المحضرة .

7- التعبير عن النتائج :**7-1 طريقة الحساب و الصيغة :**

تساوي رطوبة « ر » العينة بالنسبة المئوية للكتلة:

ك1 ك2

$$R = \frac{K_2 - K_1}{K_1} \times 100\%$$

ك1 - ك0

حيث :

ك0 : هي الكتلة بالغرام للكبسولة و القضيب والرمل،

ك1 : هي الكتلة بالغرام للكبسولة و القضيب والرمل و العينة المأخوذة للتجربة ، قبل التجفيف،

ك2 : هي الكتلة بالغرام للكبسولة و القضيب والرمل و العينة المأخوذة للتجربة ، بعد التجفيف.

ويؤخذ كنتيجة، المعدل الجبري لتحديدتين، إذا توفرت الشروط التكرارية (انظر النقطة 2.7) .

تكتب النتائج، عشريا.

7-2 التكرارية :

يجب أن لا يكون الفرق بين نتائج تحديدتين أجريا في نفس الوقت أو بصفة سريعة الواحد تلو الآخر من طرف نفس المحلل، أكبر من 0,5 غ من الرطوبة لـ 100 غ من العينة .

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 15 ذي الحجة عام 1426 الموافق 15 يناير سنة 2006 ، يجعل منهج قياس العامل الهيدروجيني للحم والمنتجات اللحمية إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 05 - 161 المؤرخ في 22 ربيع الأول عام 1426 الموافق أول مايو سنة 2005 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقاز وتسويقه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتوجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمم،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410

4. التجهيزات :

4. 1 جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH mètre)، مدرج إلى 0,1 وحدة العامل الهيدروجيني أو بوحدات أصغر، تسمح بقراءات بدقة 0,05 وحدات العامل الهيدروجيني. إذا كان جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH mètre) غير مزود بنظام تصحيح عامل الحرارة، فينبغي استعمال سلم وحدة القياس للقياسات في درجة حرارة 20°م.

يجب حماية الجهاز بقدر الإمكان من العوامل الناتجة عن الشحنات الكهربائية الخارجية عند إجراء القياسات.

4. 2 قطب كهربائي زجاجي (إلكترود زجاجي)، يمكننا استعمال إلكترودات زجاجية ذات أشكال هندسية مختلفة منها : كروية، مخروطية، أسطوانية أو على شكل إبرة.

يحفظ الإلكترود الزجاجي في الماء بطريقة يكون فيها غشاؤه مغمورا في الماء.

4. 3 قطب كهربائي مرجعي (إلكترود مرجعي)، على سبيل المثال إلكترود من الكالومال (calomel) أو إلكترود من كلورور الفضة الذي يحتوي على محلول مشبع بكلورور البوتاسيوم.

يحفظ الإلكترود الزجاجي في محلول مشبع بكلورور البوتاسيوم إلا إذا وجدت تعليمات خاصة.

ملاحظة :

يمكن ضم الإلكترود الزجاجي والإلكترود المرجعي في نظام إلكترودات مشتركة. وفي حالة عدم توفر تعليمات خاصة، تحفظ هذه الإلكترودات في ماء مقطر.

4. 4 فرامة لحم، مخبرية، مزودة بصفيحة ذات ثقوب لا يتجاوز قطرها 4 ملم.

5. العينة :

5. 1 العمل انطلاقا من عينة ممثلة تزن على الأقل 200 غ.

5. 2 يحدد العامل الهيدروجيني في الحين أو تحفظ العينة بطريقة تقلل من أي تغيير يطرأ على عاملها الهيدروجيني.

6. طريقة العمل للمنتجات التي أجريت عليها عملية المجانسة :

6. 1 تحضير العينة للتجربة :

باستثناء التجارب غير الخاضعة للهدم، نقوم بعملية المجانسة لعينة المخبر بتمريرها مرتين عبر فرامة اللحم (4.4) ثم نقوم بخلطها (أنظر 6.6).

الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل و المتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج قياس العامل الهيدروجيني للحم و المنتجات اللحمية إجباريا.

المادة 2 : من أجل قياس العامل الهيدروجيني للحم و المنتجات اللحمية، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق .

كما 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 15 ذي الحجة عام 1426 الموافق 15 يناير سنة 2006.

الهاشمي جعوب

الملحق**منهج قياس العامل الهيدروجيني للحم و المنتجات اللحمية****1. التعريف :**

العامل الهيدروجيني للحوم و المنتجات اللحمية :

هو حسيطة القياسات المنجزة حسب المنهج المبين أدناه.

ملاحظة :

نظرا للنسبة المرتفعة جدا للأيونات في الوسط المائي لعدة منتجات لحمية ونظرا لكون جهاز قياس العامل الهيدروجيني من جهة أخرى معايير بواسطة محاليل مثبتة ذات نسبة قليلة من الأيونات، فلا يمكن اعتبار، بصفة عامة، القيمة المقاسة على اللحوم كقيمة نظرية للعامل الهيدروجيني.

2. مبدأ :

قياس فرق الكمون بين قطب كهربائي زجاجي وقطب كهربائي مرجعي مغمورين في عينة من اللحم أو منتج لحمي.

3. سوائيل التنظيف :

3. 1 الإيثانول، 95% (ح/ح).

3. 2 أكسيد ثنائي الإيثيل مشبع بالماء.

3. 3 ماء مقطر أو ماء ذو نقاوة مكافئة.

2.6 أخذ العينة للتجربة :

نأخذ كمية من العينة لإجراء التجربة وينبغي أن تكون هذه الكمية كافية حتى تغمر فيها الإلكتروودات أو تتغطى.

3.6 معايرة جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH mètre) :

يعاير جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH mètre) باستعمال محلول مثبت ذي عامل هيدروجيني معروف بدقة وقريب قدر الإمكان من العامل الهيدروجيني للمحلول المراد تحليله (أنظر 8) في درجة حرارة القياس.

إذا كان جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH mètre) غير مزود بنظام تصحيح عامل حرارة، ينبغي أن تكون درجة حرارة المحلول المثبت $20 \pm 2^\circ \text{C}$.

4.6 القياس :

1.4.6 توضع الإلكتروودات في العينة المأخوذة للتجربة ويضبط نظام تصحيح درجة حرارة قياس العامل الهيدروجيني (pH mètre) حسب درجة حرارة العينة المأخوذة وإذا لم يتوفر نظام تصحيح عامل الحرارة، ينبغي أن نثبت درجة حرارة العينة المأخوذة للتجربة في $20 \pm 2^\circ \text{C}$.

2.4.6 القيام بالقياس باتباع التقنية الخاصة بجهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH mètre) المستعمل، نقرأ قيمة العامل الهيدروجيني مباشرة على سلم الجهاز بتقريب من 0,05 وحدة العامل الهيدروجيني عند الحصول على قيمة ثابتة.

3.4.6 تعاد التجربة على نفس العينة ثلاثة مرات.

5.6 تنظيف الإلكتروودات :

القيام بتنظيف الإلكتروودات بمسحها على التوالي بواسطة قطع من القطن (Ouate) مبللة بأكسيد ثنائي الإيثيل (2.3) ثم بالإيثانول (1.3) وأخيرا بغسلها بالماء (3.3) ونحفظها وفقا للتعليمات المذكورة في (2.4) و(3.4).

6.6 ملاحظة فيما يخص العمل :

يمكن إخضاع عينات المنتوجات شديدة الجفاف، إضافة إلى الإجراء العادي (أنظر 1.6)، إلى عملية مجانية مع كمية مساوية لها من الماء باستعمال جهاز خلط مخبري قبل الشروع في قياس العامل الهيدروجيني.

7.6 التعبير على النتائج :

1.7.6 الحساب :

تؤخذ كنتيجة، القيمة الجبرية المتوسطة للقيم الثلاث، إذا كانت شروط التكرارية متوفرة (أنظر 2.7.6)، يعبر عن القيمة المتوسطة للعامل الهيدروجيني بتقريب 0,1 وحدة العامل الهيدروجيني.

2.7.6 التكرارية :

يجب أن لا يتجاوز الفرق بين القيم القصوى المتحصل عليها من القياسات الثلاثة، 0,15 وحدة العامل الهيدروجيني.

7. منهجية العمل بالنسبة للمنتوجات غير المجانسة :

1.7 أخذ العينة للتجربة :

تؤخذ كمية كافية من عينة المخبر، تسمح بقياس العامل الهيدروجيني في عدة نقاط.

2.7 معايرة جهاز قياس العامل الهيدروجيني :

أنظر (3.6).

3.7 القياس :

1.3.7 عندما يتعلق الأمر بعينة من مادة متماسكة، نقرر العينة في المكان الذي نقوم فيه بالقياس حتى نتمكن من إدخال الإلكتروود الزجاجي دون كسره.

2.3.7 تعاد نفس العمليات كما هي مبينة في النقاط (1.4.6) و(2.4.6).

3.3.7 إعادة القياس في نفس الموضع.

4.3.7 إذا كان من الضروري معرفة الفروق الموجودة للعامل الهيدروجيني بين عدة نقاط من منتج ما، فعلى إعادة القياسات في نقاط مختلفة بحيث يكون عددها متناسبا مع نوعية وحجم العينة.

4.7 تنظيف الإلكتروودات :

أنظر (5.6).

5.7 التعبير عن النتائج :

1.5.7 الحساب :

تؤخذ كنتيجة، القيمة الجبرية المتوسطة للقيمتين اللتين تحصلنا عليهما في نفس النقطة من العينة، وإذا توفرت شروط التكرارية (2.5.7)، نعبر عن القيمة المتوسطة للعامل الهيدروجيني لكل نقطة بالتقريب من 0,1 وحدة العامل الهيدروجيني.

2. 5.7 التكرارية :

ينبغي أن لا يتجاوز الفرق بين القيمتين المتحصل عليهما في نفس النقطة، 0,15 وحدة العامل الهيدروجيني.

8 . ملاحظة فيما يخص العمل :

يمكن استعمال المحاليل المثبتة التالية في عملية المعايرة.

ولتحضير هذه المحاليل ينبغي أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية. نستعمل الماء المقطر أو ماء ذا نقاوة مكافئة.

8 - 1 محلول مثبت ذو عامل هيدروجيني 4,00

في 20°م، يحضر كالآتي :

نزن بتقريب من 0,001 غ و 10,211 غ من هيدروجينوفتالات البوتاسيوم $[KHC_6H_4(COO)_2]$ مجفف من قبل في درجة حرارة 125°م حتى ثبات الكتلة ونقوم بتذويبها في الماء.

نكمل الحجم إلى 1.000 ملل.

هذا المحلول له عامل هيدروجيني يقدر بـ 4,00 في 10°م و 4,01 في 30°م.

8 . 2 محلول كاشف ذو عامل هيدروجيني 5,45

في 20°م، يحضر كالآتي :

يخلط 500 ملل من محلول سائل نظاميته 0,2 ن لحمض الستريك مع 375 ملل من محلول سائل هيدروكسيد البوتاسيوم نظاميته 0,2 ن.

يقدر العامل الهيدروجيني للمحلول المتحصل عليه بـ 5,42 في 10°م و 5,48 في 30°م.

8 . 3 محلول كاشف ذو عامل هيدروجيني 6,88

في 20°م، يحضر كالآتي :

نزن بتقريب من 0,001 غ، 3,402 غ من ثنائي هيدروجينوفوسفات البوتاسيوم (KH_2PO_4) و 3,549 غ من ثنائي هيدروجينوفوسفات ثنائي الصوديوم (Na_2HPO_4) ونقوم بتذويبهما في الماء. ونكمل الحجم إلى 1.000 ملل.

يقدر العامل الهيدروجيني لهذا المحلول بـ 6,92 في 10°م و 6,85 في 30°م.

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج معايرة وتحضير العينة لتجربة اللحم والمنتجات اللحمية إجباريا.

المادة 2 : من أجل معايرة وتحضير العينة لتجربة اللحم والمنتجات اللحمية، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق بهذا القرار.

كما يجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر في 23 ذي القعدة عام 1426 الموافق 25 ديسمبر سنة 2005.

الهاشمي جعوب

الملحق

منهج معايرة وتحضير العينة لتجربة اللحم والمنتجات اللحمية

1. مجال التطبيق :

1.1 يعطي هذا المنهج التعليمات العامة ويحدد التقنيات التي ينبغي اتباعها لإجراء اقتطاع أساسي من لحوم أو منتجات لحمية.

2.1 يكون التمييز بين مناهج المعايرة حسب نوع المنتجات الآتية :

(أ) منتجات أو حصص من اللحوم ومنتجات لحمية محضرة أو معلبة في وحدات مختلفة الأحجام أو قطع لحمية لا يتجاوز وزنها 2 كلغ،

(ب) هياكل، قطع من هياكل (مثلا، قطع من اللحوم الطازجة أو المجمدة أو لحوم منزوعة العظم طازجة أو مجمدة، أضلاع البقر أو قطع، هياكل خروف) ولحوم مقطعة ميكانيكيا.

3.1 يتطلب الحجم والقيمة التجارية لهذه المنتجات، استعمال وحدات ثانوية لمعايرتها، مع استعمال جزء (عدة أجزاء) من كل وحدات المعايرة فقط، ويؤخذ بعين الاعتبار الهدف الذي تم من أجله طلب هذه الوحدات.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 23 ذي القعدة عام 1426 الموافق 25 ديسمبر سنة 2005، يجعل منهج معايرة وتحضير العينة لتجربة اللحم والمنتجات اللحمية إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 05 - 161 المؤرخ في 22 ربيع الأول عام 1426 الموافق أول مايو سنة 2005 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير وتسويق المرقاز،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمم،

3.2 طريقة المعايرة :

1.3.2 اللحوم أو المنتجات اللحمية محضرة أو موضبة في وحدات مختلفة الأحجام أو لحوم في شكل قطع لا تزن أكثر من 2 كلغ :

تقتطع وحدات أو قطع كاملة مشكلة للوحدات الأساسية المراد معايرتها و يقتطع العدد المناسب للوحدات الأساسية المراد معايرتها من كل حصة وفق مخطط المعايرة المبين في النقطة (2.2).

2.3.2 لحوم هياكل ، لحوم في شكل قطع تزن أكثر من 2 كلغ ولحوم مقطعة :

يقتطع العدد المناسب من الوحدات الأساسية المراد معايرتها من الحصة وفق مخطط المعايرة المشار إليه في النقطة (2.1) وتوضع بجهة، إما لاقتطاع الوحدات الثانوية المراد معايرتها من أجل تجارب الإلتاف في المخبر (مثال فحص كيميائي) وإما من أجل فحوص غير فحوص الإلتاف (مثال الفحص المرئي، الحواسي، بواسطة قطن) .

لا يمكن أن تمثل عينة واحدة مقطوعة من هيكل أو وحدة لحمية أخرى كبيرة الحجم، مجمل الوحدة. كذلك، لا يمكن تحليل الوحدة اللحمية كاملة. وعليه، فإن الهدف الذي اقتطعت لأجله العينات (الأساسية أو الثانوية) هو الذي يحدد التقنية التي تتبع. وعلى العموم، تقتطع العينات كما يأتي :

(أ) يجب أن تقتطع الوحدات الثانوية المراد معايرتها والتي تتراوح كتلتها بين 500 غ و 1 كلغ والموجهة للفحص الكيميائي في المخبر، إذا أمكن، من السطح المقطع مسبقا مع إحداث أدنى ضرر ممكن،

(ب) يجب أن تقتطع وحدات المادة الدسمة المراد معايرتها (على سبيل المثال، من أجل تقييم المركبات القابلة للذوبان في الدسم مثل بعض مبيدات الطفيليات) من المادة الدسمة للكلية إذا أمكن ،

(ج) يجب أن تقتطع الوحدات المراد معايرتها من الرشح مثل اللحوم المبردة الموضبة مفرغة من الهواء، بصفة نظيفة عبر الغلاف أو بعد فتح الرزم باستعمال إبر معقمة وقنينات أو قارورات. وفي حالة إعادة اللحم في الحصة، يجب وضعه في رزم جديدة مفرغة من الهواء.

3.3.2 درجة الحرارة :

تؤخذ درجة حرارة لكل حصة مقطوعة إذا أمكن ذلك.

2 . طرق المعايرة :

1.2 أدوات المعايرة والأوعية الخاصة بالوحدة المراد معايرتها :

1.1.2 شروط عامة :

يجب أن تكون الأوعية الملامسة للوحدات المراد معايرتها، غير نفوذة للماء والزيوت وغير قابلة للذوبان والامتصاص.

يجب أن تكون سعة وشكل الأوعية موافقة لحجم الوحدات المراد معايرتها.

عند استعمال قارورات، يتعين غلقها جيدا بواسطة سدادة مطاطية أو بلاستيكية مناسبة أو سدادة جديدة من الفلين أو كبسولة معدنية أو بلاستيكية مغلقة بإحكام.

تغطي السدادات قبل وضعها في الوعاء الذي يحتوي على العينة بورق مصنوع من مادة جامدة. يجب أن تكون الكبسولات مغلقة بمادة جامدة، غير نفوذة للسوائل.

يجب ألا تؤثر المواد والأدوات على نتائج الفحص وأن تتوافق مع المواصفات المناسبة المبينة في النقاط (2.1.2) إلى (3.1.2) وقد يكون من الضروري تخفيض مفعول الضوء و/أو الأكسجين.

2.1.2 أدوات وأوعية خاصة بالوحدات المراد معايرتها من أجل التحليل الكيميائي :

يجب أن تكون الأدوات والأوعية الخاصة بالوحدة المراد معايرتها جافة ونظيفة وألا تؤثر على التركيب الكيميائي للمنتج.

3.1.2 أدوات وأوعية خاصة بالوحدات المراد معايرتها من أجل التحليل الحواسي :

يجب أن تكون الأوعية والأدوات الخاصة بالوحدة المراد اقتطاعها جافة ونظيفة وألا تلحق بالمنتج ذوقا أو رائحة.

2.2 عدد الوحدات المأخوذة للمعايرة :

يجب أن يكون عدد الوحدات المراد معايرتها لكي تسمح بالحصول على عينة أساسية وممثلة للحصة إلى حد كبير مطابقا لمخطط المعايرة المحدد في العقد أو مقبولا من الأطراف المعنية.

في حالة إجراء أنواع مختلفة من التجارب (مثلا كيميائية وفيزيائية أو حواسية) يجب اقتطاع الوحدات المراد معايرتها بصفة منفصلة لكل تجربة.

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 02 - 453 المؤرخ في 17 شوال عام 1423 الموافق 21 ديسمبر سنة 2002 الذي يحدد صلاحيات وزير التجارة،
- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقان وتسويقه،
- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 جمادى الثانية عام 1420 الموافق 29 سبتمبر سنة 1999 الذي يحدد قواعد تحضير اللحوم المفرومة عند الطلب ووضعها للاستهلاك،
- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتوجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الفوسفور الإجمالي في اللحم والمنتوجات اللحمية إجباريا.

المادة 2: من أجل تحديد نسبة الفوسفور الإجمالي في اللحم والمنتوجات اللحمية، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق بهذا القرار.

كما 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 22 محرم عام 1427 الموافق 21 فبراير سنة 2006.

الهاشمي جعوب

الملحق

منهج تحديد نسبة الفوسفور الإجمالي في اللحم والمنتوجات اللحمية

1. تعريف:

يقصد بـ «نسبة الفوسفور الإجمالي» في اللحم والمنتوجات اللحمية، كمية الفوسفور المحددة وفقا للطريقة المبينة أدناه.

4.2 توضيب الوحدات المراد معايرتها:

1.4.2 لحوم أو منتجات لحمية محضرة أو موضبة في شكل وحدات مختلفة الأحجام أو لحم في شكل قطع يزن أقل من 2 كلغ:

إذا وضبت الوحدات في أوان غير نفوذة للهواء، ليس من الضروري إضافة توضيب آخر وعند انعدام ذلك، توضيب كل وحدة يراد معايرتها في إناء مناسب مغلق بعناية ومختوم.

2.4.2 هياكل، أجزاء من هيكل في شكل قطع تزن أكثر من 2 كلغ ولحم مقطع:

توضيب كل وحدة يراد معايرتها في كيس بلاستيكي مناسب مغلق بعناية ومختوم.

5.2 نقل وتخزين الوحدات المراد معايرتها:

يجب إرسال الوحدات المراد معايرتها إلى المخبر في أقرب وقت ممكن بعد المعايرة مع التحكم خلال هذا الوقت في درجة حرارة الحفظ للمنتوج المعني، إلا أنه يجب نقل الوحدات المراد معايرتها للمنتوجات التي خزنت في البرودة:

- تحت درجة حرارة من 0° م إلى 2° م في حالة فحصها خلال 24 ساعة.

- تجمد تحت درجة حرارة - 24° م في الحالات الأخرى.

تؤخذ جميع الاحتياطات لتجنب التعرض المباشر لأشعة الشمس خلال النقل ويجب أن تصل الوحدات المراد معايرتها إلى المخبر سليمة وبأختام في حالة جيدة.



قرار مؤرخ في 22 محرم عام 1427 الموافق 21 فبراير سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة الفوسفور الإجمالي في اللحم والمنتوجات اللحمية إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 05 - 161 المؤرخ في 22 ربيع الأول عام 1426 الموافق أول مايو سنة 2005 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

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

3.4 إناء كروي كدال (Kjeldahl) سعته 250 ملل أو
قنينة ذات عنق طويل وقاع دائري.

4.4 جهاز التسخين، يسمح بتسخين الإناء الكروي كدال (3.4) في وضعية مائلة بطريقة لا يصل فيها مصدر الحرارة إلا إلى منطقة الإناء الكروي الواقع تحت مستوى السائل.

5.4 جهاز امتصاص أبخرة الأحماض المحررة خلال الهجوم الكيميائي.

6.4 مصفاة من الزجاج المسموق (Ø 10 إلى 16
ميكرومتر).

7.4 مجفف ذو تسخين كهربائي، مزود بمعدل لدرجة الحرارة، بإمكانه إبقاء درجة الحرارة في 260°م ± 20°م.

8.4 قنينة للرشح، سعتها 500 ملل.

9.4 جهاز نازع للرطوبة، مزود بمجفف فعال.

10.4 ماصة باستور.

11.4 جهاز تبريد مائي.

12.4 بيشر أو قنينة مخروطية سعتها 250 ملل.

5. طريقة العمل :

1.5 تحضير العينة للتجربة :

ينجز التحليل انطلاقا من عينة ممثلة من 200 غ كحد أدنى. والقيام بعملية مجانسة العينة بخلطها وذلك بعد تمريرها مرتين على الأقل في الفراصة (1.4).

تدخل العينة في قارورة مغلقة بإحكام وتملا كليا ثم تحفظ بصفة تمنع إتلافها أو كل تغير في تركيبها.

تحلل العينة بأسرع ما يكون وذلك دائما خلال 24 ساعة التي تلي عملية المجانسة.

2.5 أخذ العينة :

يوزن بتقريب 0,001 غ، حوالي 5 غ من العينة المحضرة في الإناء الكروي كدال (3.4).

3.5 التعدين :

يضاف 20 ملل من حمض النتريك (2.3) وبعض الكريات الزجاجية أو معدلات الغليان.

يوضع الإناء الكروي كدال في وضعية مائلة (بزاوية 40° تقريبا عموديا) على جهاز التسخين (4.4). ويسخن لمدة 5 دقائق ويترك ليبرد ثم يضاف 5 ملل من حمض الكبريت (1.3).

يعبر عن كمية الفوسفور بالنسبة المئوية بكتلة بنتوكسيد الفوسفور.

2. المبدأ :

تعدن العينة بحمض الكبريت وحمض النتريك. يرسب الفوسفور على شكل فوسفوموليبدات الكينوليين. يجفف ويوزن الراسب.

3. الكواشف :

يجب أن تكون كل الكواشف من النوعية التحليلية.

يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا أو ماء ذو نقاوة مكافئة.

1.3 حمض الكبريت (P 20 = 1,84 غ / ملل).

2.3 حمض النتريك (P 20 = 1,40 غ / ملل).

3.3 الكاشف المرسب.

1.3.3 يذوب 70 غ من موليبدات الصوديوم ثنائي التمييه.

(Na₂MoO₄·2H₂O) في 150 ملل من الماء.

2.3.3 يذوب 60 غ من حمض الستريك أحادي التمييه.

[CH₂(CO₂H).COH(CO₂H).CH₂(CO₂H).H₂O] في 150 ملل من الماء ويضاف إليه 85 ملل من حمض النتريك (2.3).

3.3.3 يضاف المحلول (1.3.3) تدريجيا إلى المحلول (2.3.3) مع الرج.

4.3.3 يضاف 35 ملل من حمض النتريك المركز (2.3) ثم 5 ملل من الكينوليين المقطر إلى 100 ملل من الماء.

- يضاف تدريجيا هذا المحلول إلى الخليط (3.3.3) مع الرج. يترك لمدة 24 ساعة في درجة حرارة المحيط.

- يرشح ثم يضاف 280 ملل من الأسستون ويكمل الحجم إلى 1000 ملل بالماء المقطر.

يحفظ الكاشف في الظلام وفي قارورة من مادة بلاستيكية مغلقة بإحكام.

4. التجهيزات :

الأجهزة المتداولة في المخبر ولا سيما :

1.4 فراصة اللحم ، مخبرية مزودة بصفيحة ذات ثقوب لا يتعدى قطرها 4 ملم.

2.4 ميزان تحليلي ذو دقة 0,001 غ.

5.5 التجربة على بياض :

القيام بتجربة على بياض مع اتباع نفس طريقة العمل واستعمال نفس الكميات من جميع الكواشف باستثناء العينة.

6. التعبير عن النتائج :

1.6 طريقة الحساب والصيغة :

نسبة الفوسفور الإجمالي للعينة بالنسبة المئوية لكتلة بنتوكسيد الفوسفور تساوي :

$$\frac{100}{3,207} \times \frac{\text{ك}}{\text{ع}} = 0,3207 \times \text{ك}$$

حيث

ع : هو كتلة العينة بالغرام.

ك: هو الكتلة بالغرام للراسب من فوسفوموليبدات الكينولين (4.5) .

تؤخذ كنتيجة المعدل الجبري لتحديد، إذا توفرت شروط التكرارية (2.6).

يعبر عن النتائج بأخذ عددين بعد الفاصلة.

2.6 التكرارية :

يجب أن لا يتعدى الفرق بين نتائج تحديدين أجريا في نفس الوقت أو الواحد تلو الآخر بسرعة ومن طرف نفس المحلل 0,02 غ من بنتوكسيد الفوسفور لـ 100 غ من العينة.

7 . ملاحظة فيما يخص طريقة العمل :

يمكن القيام بعملية التعدين بواسطة الترمد وبالتالي يجرى تغيير في الفقرتين (2.5) و(3.5) ومع أخذ الرماد في 15 ملل من حمض النتريك المركز (2.3) . يستعمل جهاز الرج لتسهيل عملية الذوبان. وينقل السائل كميّا في حوالة مخروطية ذات سعة 250 ملل. وتغسل الكبسولة وجهاز الرج عدة مرات بالماء. ويضاف ماء الغسل إلى محتوى القنينة. ويكمل الحجم إلى 50 ملل.

يضبط على القنينة، جهاز تبريد صاعد (10.4) ويترك يغلي لمدة 1/2 ساعة. يترك ليبرد ثم تواصل العملية طبقا للفقرة (4.5).

يسخن أولا ببطء إلى نهاية تشكل الرغوة ثم يسخن في درجة حرارة أعلى بقليل. وبمجرد ما تبدأ عملية التفحم، يضاف مرة أخرى القليل من حمض النتريك بواسطة ماصة باستور (11.4) ثم تواصل عملية التسخين، وتعاد هذه العملية إلى غاية توقف تشكل دخان داكن.

في النهاية، يسخن السائل إلى غاية ظهور دخان أبيض.

يبرد ويضاف بحذر 15 ملل من الماء ويغلي ببطء لمدة 10 دقائق مع التقلييل بقدر الإمكان من تبخر الماء (مثلا توضع على فتحة الإناء الكروي كدال قطعة من الزجاج على شكل إحصاة).

يجب أن يصبح حينئذ الحجم الإجمالي 50 ملل.

ينقل السائل كميّا في بيشر أو في قنينة مخروطية سعتها 250 ملل (12.4) يغسل الإناء الكروي كدال عدة مرات بالماء ويضاف ماء الغسل إلى محتوى القنينة. ويضاف 10 ملل من حمض النتريك.

4.5 التحديد :

يضاف إلى السائل المتواجد في القنينة المخروطية أو بيشر 50 ملل من الكاشف المرسب (3.3).

تغطي القنينة بواسطة زجاجة بها ساعة وتترك لتغلي لمدة دقيقة فوق صفيحة مسخنة، موضوعة تحت جهاز الامتصاص (5.4).

تترك لتبرد في درجة حرارة المحيط مع الرج ثلاث أو أربع مرات خلال التبريد.

يرشح كميّا وتحت ضغط منخفض فوق مصفاة من الزجاج المسحوق (6.4) مجففة من قبل لمدة 30 دقيقة في درجة حرارة 250°م ثم يوزن بتقريب 1 مغ، بعد التبريد في جهاز نازع للرطوبة (9.4).

يغسل الراسب خمسة (5) مرات فوق المصفاة بكميات من 25 ملل من الماء المقطر.

يجفف في المجفف (7.4) في درجة حرارة 260°م ± 20°م لمدة ساعة واحدة.

يترك ليبرد في جهاز نازع الرطوبة (9.4) ثم نقوم بعملية الوزن بتقريب 0,001 غ.

ملاحظة

في حالة ما إذا كانت كتلة الراسب تساوي على الأقل 25 مغ، تعاد العمليات مع أخذ عينة أقل.

نقوم بإجراء تحديدين اثنين على نفس العينة المحضرة.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 28 ربيع الأول عام 1427 الموافق 26 أبريل سنة 2006 ، يجعل منتهج تحديد نسبة المادة الدسمة الإجمالية في اللحم و المنتوجات اللحمية إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 161-05 المؤرخ في 22 ربيع الأول عام 1426 الموافق أول مايو سنة 2005 و المتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

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

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

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقاز و تسويقه،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 جمادى الثانية عام 1420 الموافق 29 سبتمبر سنة 1999 الذي يحدد قواعد تحضير اللحوم المفرومة عند الطلب و وضعها للاستهلاك،

1.3 مذيب الاستخلاص، ن- هكزان أو إيثير البترول، يقطر في درجة حرارة ما بين 40°م و 60°م وذو مؤشر البروم أقل من 1. يجب أن لا تتعدى بقايا التبخر الكلي بالنسبة للمذيبين 0,002 غ لـ 100 ملل.

2.3 حمض الكلوريدريك، محلول نظاميته 4 تقريباً.

يخفف 100 ملل من حمض الكلوريدريك المركز (20 p = 1,19 غ/ملل) بـ 200 ملل من الماء ثم يخلط.

3.3 ورق عباد الشمس الأزرق

4.3 معدلات الغليان

4. التجهيزات

التجهيزات المتداولة في المخبر و لا سيما :

1.4 فراشة اللحم، مخبرية، مزودة بصفيحة ذات ثقوب لا يتعدى قطرها 4 مم.

2.4 حوالة مخروطية، سعتها 250 ملل.

3.4 عدسة سامة أو علبة بيتري، قطرها الأدنى يساوي 80 مم.

4.4 خرطوشة الاستخلاص، من ورق الترشيح منزوعة الدهون.

5.4 قطن منزوع الدهون.

6.4 جهاز الاستخلاص مستمر أو نصف مستمر، من نوع (soxhlet) مثلاً، مزود بحوالة الاستخلاص سعتها 150 ملل تقريباً.

7.4 حمام رملي أو حمام مائي، مسخن كهربائياً أو جهاز مماثل مناسب.

8.4 مجفف ذو تسخين كهربائي، مضبوط في 103 ± 2°م.

9.4 جهاز نازع للرطوبة، مزود بعامل مجفف فعال.

10.4 ميزان تحليلي ذو دقة 0,001 غ.

11.4 ورق الترشيح ذو طيات، ذو ترشيح متوسط.

5. العينة

1.5 تستعمل عينة ممثلة أولية وزنها على الأقل 200 غ.

2.5 تحفظ العينة بطريقة تجنب تلفها و أي تغير في تركيبها.

6. طريقة العمل

1.6 تحضير العينة

تجعل العينة متجانسة بسحقها مرتين على الأقل في الفراشة (1.4) مع خلطها. تدخل العينة في قارورة غير نفوذة ومملوءة كاملة ثم تحفظ بطريقة تجنب تلفها و كل تغيير في تركيبها.

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتوجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمم،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقاً لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل و المتمم، والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة المادة الدسمة الإجمالية في اللحم و المنتوجات اللحمية إجبارياً.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة المادة الدسمة الإجمالية في اللحم و المنتوجات اللحمية، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش و المخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق.

كما 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 28 ربيع الأول عام 1427 الموافق 26 أبريل سنة 2006.

الهاشمي جعوب

الملحق

منهج تحديد نسبة المادة الدسمة الإجمالية في اللحم و المنتوجات اللحمية

1. التعريف

يعبر عن نسبة المادة الدسمة الإجمالية في اللحم و المنتوجات اللحمية بالنسبة المئوية للكتلة.

2. المبدأ

تعالج العينة بحمض الكلوريدريك المخفف والمغلى من أجل تحرير الأجزاء الدسمة المتضمنة و المرتبطة.

- ترشح الكتلة الناتجة و بعد التجفيف، تستخلص المادة الدسمة المتبقية فوق ورق الترشيح بواسطة ن- هكزان أو إيثير البترول.

3. الكواشف

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها. يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطراً أو ماء ذا نقاوة مكافئة على الأقل.

بعد الاستخلاص تؤخذ الحوجلة التي تحتوي على السائل القادم من جهاز الاستخلاص و ينزع المذيب بواسطة التقطير، باستعمال الحمام الرملي أو المائي مثلا.

تترك بقايا المذيب في حمام مائي لتتبخر باستعمال تيار هوائي، إن اقتضى الأمر.

تجفف الحوجلة لمدة ساعة في المجفف معدل في $103 \pm 2^\circ \text{C}$ ، وبعد برودها في الجهاز النازع للرطوبة في درجة حرارة المحيط، توزن بتقريب 0,001 غ. تكرر هذه العملية إلى أن لا تختلف نتائج وزن متتاليين مفصولين بتسخين واحد لمدة ساعة بأكثر من 0,1 % من كتلة العينة.

التحقق من أن عملية الاستخلاص قد انتهت بأخذ حوجلة استخلاص ثانية و الشروع في عملية الاستخلاص لمدة ساعة أخرى بواسطة كمية جديدة من المذيب. يجب أن لا تتعدى الزيادة في الكتلة 0,1 % من كتلة العينة.

يجرى تحديدان على نفس العينة المضرة.

7. التعبير عن النتائج

1.7 طريقة الحساب والصيغة

نسبة المادة الدسمة الإجمالية في العينة بالنسبة المئوية للكتلة تساوي :

$$\frac{100}{0 \text{ ك}} \times (2 \text{ ك} - 1 \text{ ك})$$

حيث :

ك0 : هي كتلة العينة المأخوذة للتجربة بالغرام.

ك1 : هي الكتلة بالغرام للحوجلة ومعدلات الغليان.

ك2 : هي الكتلة بالغرام للحوجلة ومعدلات الغليان و المادة الدسمة بعد التجفيف.

يؤخذ كنتيجة، المعدل الجبري لتحديدان، إذا تحققت شروط التكرارية (2.7).

تسجل النتيجة بأخذ عدد واحد بعد الفاصلة.

2.7 التكرارية

يجب أن لا يكون الفرق بين نتائج تحديدان أجريا في نفس الوقت أو بصفة سريعة الواحدة تلوى الأخرى من طرف نفس المحلل أكبر من 0,5 غ من المادة الدسمة الإجمالية لـ 100 غ من العينة.

- تحليل العينة في أقصى سرعة ممكنة و ذلك دائما خلال 24 ساعة التي تلي عملية التجانس.

2.6 العينة المأخوذة للتجربة

وفقا لنسبة المادة الدسمة المتوقعة، توزن بتقريب 0,001 غ، 3 إلى 5 غ من العينة المسحوقة و تدخل في حوجلة مخروطية سعتها 250 ملل (2.4).

3.6 التحديد

تجفف حوجلة جهاز الاستخلاص (6.4) التي تحتوي على معدلات الغليان (4.3) لمدة ساعة في المجفف (8.4) معدل في $103 \pm 2^\circ \text{C}$. تترك الحوجلة لتبرد في جهاز التجفيف (9.4) حتى تصل درجة حرارتها درجة حرارة المحيط ثم توزن بتقريب 0,001 غ.

يضاف للعينة 50 ملل من حمض الكلوريدريك (2.3) ثم تغطى الحوجلة المخروطية (2.4) بعدسة ساعة صغيرة. تسخن الحوجلة المخروطية حتى بداية غليان محتواها، يواصل الغليان لمدة ساعة مع الرج من حين لآخر. تضاف 150 ملل من الماء الساخن.

يلبل ورق الترشيح (11.4) بالماء في قمع ثم يسكب المحتوى الساخن للحوجلة المخروطية فوق ورق الترشيح. تغسل الحوجلة وعدسة الساعة جيدا ثلاث مرات بالماء الساخن ثم تجفف في المجفف (8.4). يغسل ورق الترشيح بالماء الساخن حتى لا تغير السوائل الناتجة عن الغسل لون ورق عباد الشمس الأزرق (3.3). يوضع ورق الترشيح فوق عدسة الساعة أو داخل علبة بيتري (3.4) و يجفف لمدة ساعة في فرن التجفيف المعدل في درجة حرارة $103 \pm 2^\circ \text{C}$. يترك ليبرد.

يلف ورق الترشيح ثم يوضع داخل خرطوشة الاستخلاص (4.4). تنزع كل آثار المادة الدسمة الموجودة في عدسة الساعة أو في علبة بيتري باستعمال قطن (5.4) مبلل بمذيب الاستخلاص (3.3) و يوضع كذلك القطن في نفس خرطوشة الاستخلاص. توضع الخرطوشة في جهاز الاستخلاص. يجب مسك ورق الترشيح بملاقط قابلة للغسل، أو بأصابع مغطاة بالورق. يسكب مذيب الاستخلاص في الحوجلة المجففة لجهاز الاستخلاص. تغسل الحوجلة المخروطية المستعملة للهجوم الكيميائي بحمض الكلوريدريك من الداخل وكذا عدسة الساعة التي تغطيها بكمية من مذيب الاستخلاص ويضاف هذا الأخير إلى حوجلة الاستخلاص. يجب أن تعادل الكمية الإجمالية لمذيب الاستخلاص مرة و نصف إلى مرتين سعة أنبوب جهاز الاستخلاص. تترك الحوجلة في جهاز الاستخلاص. تسخن الحوجلة فوق حمام رملي أو مائي أو جهاز مماثل (7.4) لمدة 4 ساعات.

قرارات، مقررات، آراء

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتوجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمم،
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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الأذوت الإجمالي في اللحم والمنتوجات اللحمية إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الأذوت الإجمالي في اللحم والمنتوجات اللحمية، فإن مخابر مراقبة الجودة و قمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق.

كما 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 28 ربيع الأول عام 1427 الموافق 26 أبريل سنة 2006.

الهاشمي جعوب

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 28 ربيع الأول عام 1427 الموافق 26 أبريل سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة الأذوت الإجمالي في اللحم والمنتوجات اللحمية إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 05 - 161 المؤرخ في 22 ربيع الأول عام 1426 الموافق أول مايو سنة 2005 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق برقابة الجودة و قمع 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقاز و تسويقه،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 جمادى الثانية عام 1420 الموافق 29 سبتمبر سنة 1999 الذي يحدد قواعد تحضير اللحوم المفرومة عند الطلب ووضعها للاستهلاك،

الملحق

منهج تحديد كمية الأزوت الإجمالي في اللحم
والمنتجات اللحمية

1. التعريف :

نسبة الأزوت في اللحوم والمنتجات اللحمية :

هي كمية الأزوت الموافقة للأمونياك الناتج والمحددة في الشروط المبينة أدناه.

2. المبدأ :

هجوم كيميائي على العينة المقتطعة بحمض السولفيريك المركز الذي يحول الأزوت العضوي إلى أيونات الأمونيوم في وجود كبريتات النحاس (II) كحافز كيميائي، عملية جعل المحلول قاعدي وتقطير الأمونياك الحرر في فائض من محلول حمض البوريك، معايرة الأمونياك المركب مع حمض البوريك بواسطة حمض الكلوريدريك و حساب نسبة الأزوت في العينة انطلاقا من الأمونياك الناتج.

3. الكواشف :

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية معترفا بها. يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا أو ماء ذا نقاوة مكافئة على الأقل.

1.3 كبريتات النحاس (II) خماسي الهيدرات ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

2.3 كبريتات البوتاسيوم (K_2SO_4) مجفف.

3.3 حمض السولفيريك $\text{P}_{20} = 1,84 \text{ غ/مل}$.

4. 3 هيدروكسيد الصوديوم، محلول خال من الكربونات، يحتوي على 33 غ تقريبا من هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) لـ 100 غ من المحلول.

يذوب 500 غ من هيدروكسيد الصوديوم في 1000 ملل من الماء.

5.3 حمض البوريك، محلول.

- يذوب 40 غ من حمض البوريك (H_3BO_3) في الماء و يكمل الحجم إلى 1000 ملل.

6.3 حمض الكلوريدريك، محلول معاير 0,1

نظامية (0,1N)، تعرف النظامية بأخذ أربعة أرقام بعد الفاصلة.

7.3 الكاشف، محلول: مزيج من الكواشف (أحمر

الميثيل - أزرق الميثيلان)، يحضر بإذابة 2 غ من أحمر الميثيل و 1 غ من أزرق الميثيلان في 1000 ملل من الإيثانول 95% (ح/ح).

يتغير لون المحلول الكاشف عند $\text{pH}=5,4$

يحفظ المحلول الكاشف في قارورة داكنة في مكان مظلم وبارد.

8.3 معدلات الغليان :

1.8.3 للهجوم الكيميائي :

كريات زجاجية، كربور السيليسيوم أو شظايا الخزف الصلب.

2.8.3 للتقطير:

كربور السيليسيوم أو قطع من حجر الكدان حديث التحويل إلى رماد.

4. التجهيزات :

الأجهزة المستعملة في المخبر، لا سيما :

1.1.4 فرامة اللحم مخبرية، مجهزة بصفيحة

تحتوي على ثقب لا يتعدى قطرها 4 مم.

2.1.4 جهاز المجانسة :

2.4 ورق معالج بحمض السولفيريك، 9 سم

X 6 سم تقريبا.

3.4 أنبوب زجاجي سعته 50 ملل.

4.4 أنبوب زجاجي طويل العنق كلال (Kjeldahl)

سعته القصوى 800 ملل، يجهز عند الضرورة بسدادة زجاجية إحصائية الشكل تتكيف بسهولة مع قمة الإناء الزجاجي.

5.4 جهاز جذب بواسطة البخار أو جهاز تقطير

عادي.

6.4 جهاز التسخين، يسمح بتسخين الأنبوب

الزجاجي كلال (Kjeldahl) في وضعية مائلة بطريقة تجعل مصدر الحرارة لا يصل إلا لجزء من جدار الأنبوب الواقع تحت مستوى السائل.

7.4 جهاز الإمتصاص، لأبخرة الأحماض المحررة

أثناء الهجوم الكيميائي.

8.4 ميزان تحليلي.

5. العينة :

1.5 تجرى المعايرة على عينة ممثلة وزنها 200 غ

على الأقل.

2. 5 تحفظ العينة بطريقة تحميها من التلف وكل

تغير في تركيبها. في حالة توفر عوامل الحفظ يجب أن لا تحتوي هذه الأخيرة على مركبات آزوتية بكميات مقاسة.

- يسكب بواسطة أنبوب مدرج، 50 ملل من محلول حمض البوريك (5.3) داخل حوجلة مخروطية الشكل سعتها حوالي 500 ملل، يضاف 4 قطرات من المحلول الكاشف (7.3) يخلط ثم توضع الحوجلة تحت مبرد جهاز التقطير (5.4) بحيث يكون طرف الوصلة مغمورا داخل السائل.

تنجز المعايرة على محتوى الأنبوب الزجاجي كدال (kjeldahl) وفق إحدى الطريقتين المبينتين أدناه :

(أ) في حالة الانجذاب بالبخار:

ينقل محتوى الأنبوب الزجاجي كدال (Kjeldahl) في جهاز التقطير، ثم يغسل بحوالي 50 ملل من الماء. يضاف 100 ملل من محلول هيدروكسيد الصوديوم (4.3) بواسطة أنبوب مدرج، يسكب بعناية مع طول عنق الأنبوب الزجاجي المائل حتى لا يختلط السائلان في الأنبوب. يربط الأنبوب الزجاجي مباشرة بالطرف العلوي لجهاز التقطير. يسخن المحلول القاعدي بتمريره بالبخار حتى الغليان الذي يستمر لمدة 20 دقيقة. يسخن في البداية ببطء لتقليص تشكل رغوة إلى أدنى حد ممكن. يجب أن يكون حجم القطارة المتحصل عليها على الأقل 150 ملل.

(ب) في حالة التقطير العادي :

يخفف محتوى الأنبوب الزجاجي كدال (Kjeldahl) بحذر بـ 300 ملل من الماء ثم يرج بحركة دورانية. إذا اقتضى الأمر يسكب في حوجلة سعتها 1 لتر. بعد حوالي 15 دقيقة، يضاف 100 ملل من محلول هيدروكسيد الصوديوم (4.3) بواسطة أنبوب زجاجي مدرج، ويسكب بحذر على طول عنق الأنبوب الزجاجي المائل، بحيث لا يحدث اختلاط الطبقتين داخل الأنبوب الزجاجي. يربط هذا الأخير مباشرة بالطرف العلوي لجهاز التقطير.

- يقطر على الأقل 150 ملل من السائل، حتى وإن أحدث الخليط بخات غير منتظمة. يتابع التقطير إلى غاية تشكل بخات أو الحصول على 250 ملل من القطارة. التأكد من أن القطارة قد بردت فعليا وتجنب تسخين محلول حمض البوريك.

- في كلتا الحالتين ومباشرة قبل نهاية عملية التقطير، تنزل الحوجلة المخروطية بحيث يكون طرف الوصلة فوق مستوى السائل. يغسل طرف الوصلة الموجودة فوق السائل (من الداخل والخارج) بقليل من الماء. التحقق من انتهاء تقطير الأمونياك، بواسطة

6. طريقة العمل :

1.6 تحضير العينة للتجربة :

جعل العينة متجانسة بتمريرها مرتين على الأقل في فراماة اللحم (1.4) وخلطها. تترك العينة في قارورة مغلقة غير نفوذة، ومملوءة كليا وتحفظ بطريقة تحميها من التلف و كل تغير في تركيبها. تحلل العينة عند الإمكان مباشرة بعد عملية المجانسة دائما خلال 24 ساعة.

2.6 العينة المأخوذة للتجربة :

توضع بعض معدلات الغليان (8.3) داخل الأنبوب الزجاجي كدال (Kjeldahl) (4.4)، ثم تضاف حوالي 15 غ من كبريتات البوتاسيوم المجففة (2.3) و 0.5 غ من كبريتات النحاس (II) (1.3).

توزن بتقريب 0.001 غ، حوالي 2 غ (أو 1.5 غ في حالة عينة كثيرة الدهون) من العينة المأخوذة للتجربة (1.6) فوق قطعة ورق معالج بحمض السولفيريك (2.4).

يوضع الورق المعالج بحمض السولفيريك والعينة المقتطعة داخل الإناء الزجاجي كدال (Kjeldahl).

3.6 التحديد :

يضاف 25 ملل من حمض السولفيريك (3.3) داخل الأنبوب الزجاجي كدال (Kjeldahl) يخلط المحلول برفق بحركة دائرية. إذا اقتضى الأمر، يمكن وضع سدادة زجاجية إحصائية الشكل في عنق الإناء الزجاجي بحيث يكون الطرف النحيل للسدادة موجه نحو الأسفل.

يوضع الأنبوب الزجاجي في وضعية مائلة (بزاوية 40° عن العمود) فوق جهاز التسخين (6.4) يسخن في البداية برفق حتى نهاية تشكل رغوة و يصبح محتوى الأنبوب سائلا كليا ثم يحدث هجوما كيميائيا مع التسخين بشدة والعمل على تحريك الأنبوب الزجاجي بصفة دورية حتى يصبح السائل شفافا كليا و ذا لون أزرق مخضر فاتح.

يترك السائل يغلي لمدة 90 دقيقة أخرى.

يجب أن يحدث الهجوم الكيميائي الكلي في ساعتين على الأقل. يجب الحرص على عدم تدفق السائل المكثف على الجدران الخارجية للأنبوب الزجاجي. يجب تجنب تسرب حمض السولفيريك بكثرة عند الإفراط في التسخين خلال الهجوم الكيميائي، مما قد يؤدي إلى فقدان الآزوت.

- يبرد في حوالي 40°م ثم يضاف بحذر حوالي 50 ملل من الماء. يخلط و يترك ليبرد.

2.7 التكرارية :

يجب أن لا يتعدى الفرق بين نتائج تحديدين أجريا في نفس الوقت أو بصفة سريعة الواحدة تلوى الأخرى من طرف نفس المحلل 0,10 غ من الآزوت لـ 100 غ من العينة.

8. ملاحظات :

1.8 يجب أن ينجز التحديد في غرفة خالية من بخار الأمونياك.

2.8 يمكن أيضا أن ينجز التحديد على كمية صغيرة من محتوى الأنبوب الزجاجي كلدال (kjeldahl) في هذه الحالة يجب القيام بتعديلات مناسبة على التجهيزات وعلى طريقة العمل (كميات و تراكيز الكواشف المستعملة ومدة التقطير وحجم القطارة).

3.8 يتم إدراج الآزوت الصادر عن المركبات العضوية غير البروتينية ضمن التحديد، لهذا نتحصل على نتائج خاطئة عن نسبة البروتينات، إذا تم حساب نسبة البروتين انطلاقا من نسبة الآزوت.

إضافة إلى النتيجة المعبر عنها بالآزوت، يمكننا التعبير عنها بالبروتينات، في هذه الحالة يجب الإشارة إلى المعامل المستعمل.

ورق عباد الشمس الأحمر، مبلل بالماء المقطر، يجب أن لا يتغير لونه بالمحلول الصادر من جهاز التبريد. يوقف التسخين. إذا لم تنته عملية التقطير، يجرى تحديد جديد باتباع التعليمات بعناية.

- معايرة محتوى الحوجلة المخروطية بواسطة محلول حمض الكلوريدريك (6.3) تسجيل حجم محلول حمض الكلوريدريك اللازم، بتقريب 0,02 ملل.

- نقوم بتحديدين على عينتين مأخوذتين للتجربة مقتطعتين من نفس العينة.

4.6 تجربة على بياض :

نقوم دائما بتجربة على بياض (مرتين) عند استعمال حصص جديدة من الكواشف أو محاليل حديثة التحضير ينصح بالقيام دوريا بتجربة على بياض للكواشف و المحاليل المستعملة منذ فترة.

تجرى هذه التجربة على بياض حسب (3.6) بأخذ قطعة فقط من الورق المعالج بحمض السولفيريك (2.4).

7. التعبير من النتائج :**1.7 طريقة الحساب و الصيغة :**

تساوي نسبة الآزوت و المعبر عنها بالنسبة المئوية للكتلة :

$$100 \times 0,0014 \times (C - C_0) \times K$$

حيث :

C : هو الحجم بالميليلتر لمحلول حمض الكلوريدريك 0,1 نظامية المستعمل في التجربة على بياض.

C₀ : هو الحجم بالميليلتر لمحلول حمض الكلوريدريك 0,1 نظامية المستعمل للتحديد.

K : هي كتلة العينة المقتطعة و المعبر عنها بالغرام.

ملاحظة :

إذا كان تركيز حمض الكلور يدريك المعايير المستعمل ليس هو التركيز المتوقع في (6.3) يجب استعمال عامل تصحيح مناسب لحساب النتيجة.

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري لتحديدين إذا توفرت شروط التكرارية (2.7).

يعبر عن النتيجة بتقريب 0,01 غ من الآزوت لـ 100 غ من العينة.

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتوجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمّم،

يقرّر 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، المعدل والمتمّم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة النترات في اللحم والمنتوجات اللحمية إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة النترات في اللحم والمنتوجات اللحمية، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق.

كما 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 29 صفر عام 1427 الموافق 29 مارس سنة 2006.

الهاشمي جعوب

الملحق

منهج تحديد نسبة النترات في اللحم والمنتوجات اللحمية

1. التعريف :

يقصد بنسبة النترات في اللحوم والمنتوجات اللحمية، نسبة النترات المحددة طبقا لطريقة العمل المذكورة أدناه والمعبر عنها بالميليغرام من نترات البوتاسيوم في الكيلوغرام (أجزاء في المليون).

2. المبدأ :

استخلاص بواسطة الماء الساخن من اللحوم والمنتوجات اللحمية، ترسيب البروتينات والترشيح. إرجاع النترات المستخلص في الرشاحة إلى نترتير بواسطة الكاديوم المعدني.

الحصول على لون أحمر بإضافة كلورور السولفانيلازيد وكلورور النافثيل ايثيلان ثنائي الأمين إلى الرشاحة وقياس الكثافة الضوئية في موجة طولها 538 نانومتر.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 29 صفر عام 1427 الموافق 29 مارس سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة النترات في اللحم والمنتوجات اللحمية إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 05 - 161 المؤرخ في 22 ربيع الأول عام 1426 الموافق أول مايو سنة 2005 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة الجودة وقمع الغش، المعدل والمتمّم،

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقاز وتسويقه،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 جمادى الثانية عام 1420 الموافق 29 سبتمبر سنة 1999 الذي يحدّد تحضير اللحوم المفرومة عند الطلب ووضعها للاستهلاك،

3. الكواشف :

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية.

يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا أو ماء ذا نقاوة مكافئة.

3.1. محاليل تستعمل لترسيب البروتينات

1.1.3. الكاشف I :

يذوب في الماء 106 غ من هيكزا سيانوفيرات البوتاسيوم، ثلاثي التمييه $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ ويكمل الحجم إلى 1000 ملل.

2.1.3. الكاشف II :

يذوب في الماء 220 غ من أسيتات الزنك، ثنائي التمييه $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$ و 30 ملل من حمض الخل قابل للتبلور في الماء ويكمل الحجم إلى 1000 ملل.

3.1.3. محلول مشبع من بوراكس :

يذوب 50 غ من رباعي البورات ثنائي الصوديوم عشاري التمييه $[Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O]$ في 1000 ملل من الماء الدافئ ويترك ليبرد في درجة حرارة المخبر.

2.3. قضببان من الزنك، طولها حوالي 15 سم وقطرها من 5 إلى 7 ملم.

3.3. سلفات الكاديوم، محلول تركيزه 30 غ/ل.

يذوب في الماء 37 غ من سلفات الكاديوم $(3CdSO_4 \cdot 8H_2O)$ ويكمل الحجم إلى 1000 ملل.

4.3. حمض الكلوريدريك، محلول نظاميته حوالي 0,1 N.

يخفف 8 ملل من حمض الكلوريدريك المركز $(p_{20} = 1,19 \text{ غ/ملل})$ في الماء ويكمل الحجم إلى 1000 ملل.

5.3. محلول مثبت الامونياك، عامله

الهيدروجيني 9,6 إلى 9,7

يخفف 20 ملل من حمض الكلوريدريك المركز $(p_{20} = 1,19 \text{ غ/ملل})$ مع 500 ملل من الماء. يرج ويضاف 10 غ من ملح ثنائي الصوديوم ثنائي التمييه من حمض الايثيلان ثنائي الامين رباعي الاستيك $[CH_2N(CH_2COOH)CH_2COONa]$ و 55 ملل من هيدروكسيد الامونيوم المركز $(p_{20} = 0,88 \text{ غ/ملل})$ يكمل الحجم إلى 1000 ملل بالماء ويخلط. يراقب العامل الهيدروجيني.

6.3. نترتيت الصوديوم، محاليل مرجعية.

- يذوب 1,000 غ من نترتيت الصوديوم $(NaNO_2)$ في الماء، يكمل الحجم إلى 100 ملل في قنينة مدرجة. ينقل 5 ملل من هذا المحلول بواسطة ماصة إلى قنينة مدرجة سعتها 1000 ملل. يكمل الحجم بالماء حتى خط المعلم.

- تحضر سلسلة من المحاليل المرجعية بنقل 5، 10 و 20 ملل من هذا المحلول بواسطة ماصة في قنينات مدرجة سعتها 100 ملل، يكمل الحجم بالماء حتى خط المعلم. تحتوي هذه المحاليل المرجعية على التوالي 2,5، 5,0 و 10,0 ميكرو غرام من نترتيت الصوديوم في الميليلتر.

7.3. محاليل لتطور التلوين :

1.7.3. المحلول I :

يذوب بواسطة التسخين في حمام مائي 2 غ من سولفانيلاميد $(NH_2-C_6H_4-SO_2-NH_2)$ في 800 ملل من الماء يترك ليبرد ويرشح إن اقتضى الأمر ثم يضاف مع الرج 100 ملل من حمض الكلوريدريك المركز $(p_{20} = 1,19 \text{ غ/ملل})$. يكمل الحجم بالماء إلى 1000 ملل.

2.7.3. المحلول II :

يذوب في الماء 0,1 من كلورورن - نافثيل 1 - ايثيلان ثنائي الأمين $(C_{10}H_7-NH-CH_2-CH_2-NH_2)$ و 2HCl. يكمل الحجم بالماء إلى 100 ملل.

3.7.3. المحلول III :

يكمل الحجم بالماء إلى 1000 ملل، 445 ملل من حمض الكلور يدريك $(p_{20} = 1,19 \text{ غ/ملل})$.

توضع هذه المحاليل في قارورات بنية داكنة، مغلقة بإحكام وتحفظ في الثلاجة لمدة أقصاها أسبوع.

8.3. نترات البوتاسيوم، محلول مرجعي

يذوب 1,465 غ من نترات البوتاسيوم (KNO_3) في الماء ويكمل الحجم إلى 100 ملل في قنينة مدرجة. تنقل بواسطة ماصة 5 ملل من المحلول إلى قنينة مدرجة سعتها 1000 ملل ويضبط الحجم حتى خط المعلم.

- يحتوي هذا المحلول على 73,25 ميكروغرام / ملل من نترات البوتاسيوم.

- يجب أن يحضر المحلول المرجعي يوم استعماله.

ينزع كل ساعة أو ساعتين الكاديوم المعدني الإسفنجي المترسب على قضبان الزنك بتحريك هذه الأخيرة في المحلول أو بحك القضبان ببعضها البعض.

2.2.5 في الأخير بعد 6 إلى 8 ساعات، يترك المحلول ليترسب ويغسل الراسب مرتين بلتر واحد من الماء المقطر، مع مراعاة أن يبقى الكاديوم مغطى دوماً بطبقة من السائل.

ينقل راسب الكاديوم بواسطة 400 ملل من محلول حمض الكلوريدك (4.3) في جهاز الخلط الخبزي ويخلط لمدة 10 ثواني.

يرد محتوى جهاز الخلط إلى البيشر.

يرج من وقت لآخر راسب الكاديوم بواسطة قضيب زجاجي يترك الراسب في حمض الكلوريدريك ليلة كاملة.

3.2.5 يخلط مرة أخرى من أجل التخلص من كل فقاعات الهواء المتواجدة في الكاديوم.

يترك المحلول ليترسب ويخلط مغلى الكاديوم مرتين بلتر واحد من الماء في كل مرة.

يوضع صمام من ألياف الزجاج في أسفل العمود الزجاجي الموجه لاحتواء الكاديوم.

ينقل ويغسل الكاديوم في العمود الزجاجي باستعمال الماء إلى أن يصل ارتفاع الكاديوم حوالي 17 سم. يفرغ العمود من وقت إلى آخر خلال الملاء، مع مراعاة عدم انخفاض مستوى المحلول إلى أدنى من قمة راسب الكاديوم. التخلص من الفقاعات الغازية (بواسطة إبرة الصوف مثلاً)، يجب أن يتدفق السائل بسرعة أقصاها 3 ملل/دقيقة.

3.5 أخذ العينة :

يوزن بتقريب 0.001 غ، 10 غ من العينة للتجربة.

4.5 نزع البروتينات :

تنقل كمياً العينة المأخوذة للتجربة في قنية مخروطية (9.4) ويضاف إليها على التوالي 5 ملل من محلول مشبع من البوراكس (3.1.3) و 100 ملل من الماء في درجة حرارة أدناها 70 °م.

تسخن القنية لمدة 15 دقيقة في حمام مائي مغلى (5.4) ثم يرج عدة مرات.

تترك القنية ومحتواها ليبرد في درجة حرارة المحيط . ثم يضاف على التوالي 2 ملل من الكاشف I (1.1.3) و 2 ملل من الكاشف II (2.1.3). تخلط بعناية بعد كل إضافة.

4 - التجهيزات :

التجهيزات العادية للمخبر، لا سيما :

1.4 فرامة اللحم، مخبرية مزودة بصفيحة ذات ثقوب لا يتعدى قطرها 4 ملم.

2.4 ميزان تحليلي.

3.4 قنينات مدرجة ذات سعة : 100 ملل، 200 ملل و 1000 ملل.

4.4 ماصات مدرجة مزودة بمعلم سعتها 20 ملل و 10 ملل أو ذات سعة أخرى، إذا اقتضى الأمر حسب الاقتطاع الصغير (1.8.5) .

5.4 حمام مائي مغلى.

6.4 ورق ترشيح ذو طيات، قطره 15 سم تقريبا خال من الخثريت والنترات.

7.4 جهاز زجاجي موجه لإرجاع النترات (أنظر الشكل أدناه).

8.4 مقياس اللون ضوئي كهربائي أو جهاز قياس الكثافة الضوئية ذات أنابيب صغيرة مسارها الضوئي 1 سم.

9.4 قنية مخروطية سعتها 300 ملل.

5. طريقة العمل :

1.5 تحضير العينة للتجربة :

العمل انطلاقاً من عينة ممثلة وزنها على الأقل 200 غ.

– جعلها متجانسة بعد مرورها مرتين على الأقل عبر فرامة اللحم (1.4) وتخلط. تحفظ العينة في البرودة في قارورة غير نفوذة وتملاً كلياً.

– تحلل العينة بأسرع ما يمكن ولكن دائماً خلال 24 ساعة التي تلي تحضيرها.

ملاحظة :

في حالة المنتوجات غير المطهية تحلل العينة مباشرة بعد عملية المجانسة.

2.5 تحضير مموذ الكاديوم :

1.2.5 توضع 3 إلى 5 قضبان من الزنك (2.3) في محلول سلفات الكاديوم (3.3) موضوع في بيشر 1 لتر من محلول سلفات الكاديوم كاف لتحضير عمود الكاديوم).

يستقبل السائل المتدفق من العمود في قنينة مدرجة سعتها 100 ملل (3.4).

ينجز كما هو محدد في (2.6.5) و (3.6.5).

8.5 التحديد

1.8.5 تدخل في قنينة مدرجة سعتها 100 ملل (3.4) وبواسطة ماصة جزء صغير من السائل الذي عبر العمود (5ملل) لا يتعدى حجمه 25 ملل نضيف الماء حتى نتحصل على حجم 60 ملل تقريبا.

2.8.5 يضاف 10 ملل من المحلول I (1.7.3) ثم نضيف 6 ملل من المحلول III (3.7.3).

يخلط ويترك المحلول لمدة 5 دقائق في درجة حرارة المحيط وفي الظلام.

3.8.5 يضاف 2 ملل من المحلول II (2.7.3)، يخلط ويترك المحلول لمدة 3 دقائق في درجة حرارة المحيط وفي الظلام. يكمل الحجم بالماء حتى خط المعلم.

4.8.5 يقاس امتصاص المحلول بواسطة جهاز قياس اللون ضوئي كهربائي أو جهاز قياس الكثافة الضوئية (8.4) في أنبوب صغير طول مساره الضوئي 1 سم وفي موجة طولها 538 نانو متر.

ملاحظة

إذا كان امتصاص اللون المتحصل عليه انطلاقا من العينة المأخوذة للتجربة أكبر من امتصاص المحلول المرجعي الأعلى تركيزا، يعاد التحديد بتخفيض كمية الناتج المقتطع بواسطة ماصة (1.8.5).

5.8.5 يجري تحديداً على نفس العينة للتجربة.

9.5 المنحنى المرجعي :

- تنقل على التوالي وبواسطة ماصة في 4 قنينات مدرجة سعة كل واحدة 100 ملل (3.4)، 10 ملل من الماء و 10 ملل من كل محلول من المحاليل المرجعية الثلاثة لنتريت الصوديوم (6.3) والتي تمثل 0 ميكروغرام، 2,5 ميكروغرام و 5,0 ميكروغرام و 10,0 ميكروغرام من النتريت في المليتر.

- نضيف الماء في كل قنينة لنتحصل على حجم 60 ملل تقريبا ونعمل كما هو مبين في (2.8.5) إلى (4.8.5).

- يرسم المنحنى المرجعي بتدوين الامتصاصات المقاسة بدلالة التركيزات، بالميكروغرام في المليتر للمحاليل المرجعية لنتريت الصوديوم.

ينقل المحلول إلى قنينة مدرجة سعتها 200 ملل (3.4). يترك لمدة 30 دقيقة في درجة حرارة المحيط. يكمل الحجم بالماء حتى خط المعلم.

يخلط محتوى القنينة المدرجة برفق ثم يرشح على ورق ترشيح ذي طيات (6.4).

5.5 المعالجة الأولية لعمود الكاديوم :

يغسل عمود الكاديوم على التوالي بـ 25 ملل من محلول حمض الكلوريدريك (4.3)، 50 ملل من الماء و 25 ملل من محلول مثبت أمونياكي (5.3) مخفف إلى 9+1. تجنب انخفاض مستوى المحلول في القمع عن قمة أنبوب التحويل الليفي للعمود.

6.5 مراقبة القوة (القدرة) المرجعة لعمود

الكاديوم :

1.6.5 يؤخذ بواسطة ماصة 20 ملل من المحلول المرجعي لنترات البوتاسيوم (8.3)، يسكب بواسطة ماصة الخزان الموجودة في قمة العمود ويضاف مباشرة بعد ذلك 5 ملل من المحلول المثبت الأمونياكي (5.3). يستقبل الدافق في قنينة مدرجة سعتها 100 ملل (3.4).

2.6.5 عندما يوشك الخزان أن يفرغ، تغسل جدرانه بحوالي 15 ملل من الماء. وتكرر نفس العملية بجزء آخر من 15 ملل من الماء .

عندما يعبر هذا الجزء في العمود، يملأ الخزان كلياً بالماء.

3.6.5 بعد جمع 100 ملل تقريبا من السائل، تنزع القنينة من العمود ويتم المحتوى بالماء حتى خط المعلم.

4.6.5 يدخل بواسطة ماصة ، 10 ملل من السائل الدافق في قنينة مدرجة سعتها 100 ملل (3.4) وتواصل العملية كما هي مبينة في (2.8.5) إلى (4.8.5) .

5.6.5 إذا كان تركيز الناتج من النتريت المحدد عن طريق المنحنى المرجعي (9.5)، أقل من 9,0 ميكروغرام من نترات الصوديوم في المليتر (أي 90 % من القيمة النظرية)، فإنه لا يمكن استعمال عمود الكاديوم.

7.5 إرجاع النترات إلى النتريت :

تدخل في الخزان الموجودة أعلى العمود وبواسطة ماصة 20 ملل من الرشاحة (4.5) وفي نفس الوقت، أو مباشرة بعد ذلك تدخل 5 ملل من المحلول الأمونياكي المثبت (5.3).

قرار مؤرخ في 29 صفر عام 1427 الموافق 29 مارس سنة 2006، يجعل منهج تحديد نسبة النتريت في اللحم والمنتجات اللحمية إجباريا.

إن وزير التجارة،

بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 05 - 161 المؤرخ في 22 ربيع الأول عام 1426 الموافق أو ل مايو سنة 2005 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقاز وتسويقه،

وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 جمادى الثانية عام 1420 الموافق 29 سبتمبر سنة 1999 الذي يحدد قواعد تحضير اللحوم المفرومة عند الطلب ووضعها للاستهلاك،

وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيب المنتجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم، والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة النتريت في اللحم والمنتجات اللحمية إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة النتريت في اللحم والمنتجات اللحمية، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق.

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

6 . التعبير من النتائج :

حساب كمية النترات في العينة، المعبر عنها بالمليغرام من نترات البوتاسيوم في الكيلوغرام باستعمال الصيغة التالية :

$$\left(\text{NaNO}_2 - \frac{10000}{\text{ح} \times \text{ك}} \times \text{ت} \right) 1,465 = \text{KNO}_2$$

حيث :

ك : الكتلة بالغرام، للعينة المأخوذة للتجربة.

ح : الحجم، بالمليتر للجزء الصغير من الناتج (1.8.5).

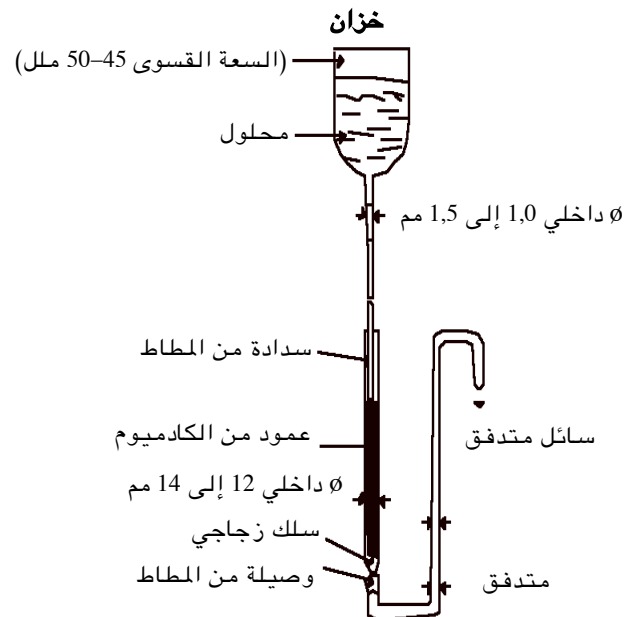
ت : تركيز نتريت الصوديوم بالمكروغرام في المليتر المقروء على المنحنى المرحعي والموافق لامتناس المحلول المحضر انطلاقا من العينة المأخوذة للتجربة (4.8.5).

NaNO_2 : هي كمية النتريت في العينة، معبر عنها بالمليغرام من نتريت الصوديوم في الكيلوغرام.

يؤخذ كنتيجة، المعدل الجبري لتحديد إذ توفر شروط التكرارية (1.6). تسجل النتيجة بتقريب 1 مليغرام.

1.6 التكرارية :

يجب أن لا يتعدى الفرق بين نتائج تحديدين أجريا في نفس الوقت أو بسرعة الواحدة تلوى الأخرى من طرف نفس المحلل، 10% من نسبة النترات.



الشكل - جهاز إرجاع النترات

2.3. نترات الصوديوم، محاليل مرجعية :

يذوب 1,000 غ من نترات الصوديوم (NaNO_2) في الماء ونكمل الحجم إلى 100 ملل في قنينة مدرجة.

ينقل بواسطة ماصة، 5 ملل من هذا المحلول في قنينة مدرجة أخرى حجمها 1000 ملل نكمل الحجم حتى خط المعلم.

تحضر سلسلة من المحاليل المرجعية بنقل بواسطة ماصة 5 و 10 و 20 ملل من هذا المحلول في قنينة مدرجة حجمها 100 ملل و نكمل الحجم بالماء حتى خط المعلم.

تحتوي هذه المحاليل المرجعية على التوالي 2,5 ميكروغرام و 5,0 ميكروغرام و 10 ميكروغرام من نترات الصوديوم في المليلتر.

يجب أن يحضر نترات الصوديوم (0,05 غ/ل) وكذا المحاليل المرجعية المحضرة منه في نفس يوم الاستعمال.

3.3. محاليل انتشار التلوين :**1.3.3. محلول I :**

يذوب بالتسخين في حمام مائي، 2 غ من السلفانيلاميد ($\text{NH}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-SO}_2\text{-NH}_2$) في 800 ملل من الماء. يبرد ويرشح إن اقتضى الأمر ويضاف مع الرج 100 ملل من حمض الكلوريدريك المركز ($p20 = 1,19$ غ/ملل). يكمل الحجم إلى 1000 ملل بالماء.

2.3.3. محلول II :

يذوب في الماء 0,25 غ من كلورور ن - نافتيل - 1 - ايثيلان ثنائي الأمين ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2$, 2HCl) يكمل إلى 250 ملل بالماء.

3.3.3. محلول III :

يكمل إلى 1000 ملل بالماء، 445 ملل من حمض الكلوريدريك ($p20 = 1,19$ غ/ملل).

توضع هذه المحاليل في قارورات بنية داكنة، مغلقة بإحكام وتحفظ في الثلاجة لمدة أسبوع على الأكثر.

4. التجهيزات :

التجهيزات العادية للمخبر، لاسيما :

1.4. فرامة اللحم، مخبرية مجهزة بصفحة تحتوي على ثقب لا يتعدى قطرها 4 مم.

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

حرر بالجزائر في 29 صفر عام 1427 الموافق 29 مارس سنة 2006.

الهاشمي جعوب

الملحق**منهج تحديد نسبة النترت في اللحم والمنتجات اللحمية****1. التعريف :**

نسبة النترت في اللحم والمنتجات اللحمية : تحديد نسبة النترت حسب طريقة العمل المبينة أدناه ويعبر عنها بالمليغرام من نترات الصوديوم للكيلوغرام (أجزاء في المليون).

2. المبدأ :

استخلاص بواسطة الماء الساخن من اللحم والمنتجات اللحمية، ترسيب البروتينات و الترشيح. مع وجود النترت، نتحصل على اللون الأحمر بإضافة السولفانيلاميد و كلورور نافتيل ايثيلان ثنائي الأمين للرشاحة وقياس الكثافة الضوئية في موجة طولها 538 نانومتر.

3. الكواشف :

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية.

يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا أو ماء ذا نقاوة مكافئة على الأقل.

1.3. محاليل تستعمل لترسيب البروتينات :**1.1.3. الكاشف I :**

يذوب 106 غ من هيكزا سيانوفيرات البوتاسيوم، ثلاثي التمييه ($[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$) في الماء ونكمل الحجم إلى 1000 ملل.

2.1.3. الكاشف II :

يذوب 220 غ من اسيتات الزنك، ثنائي التمييه ($[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$) و 30 ملل من حمض الخل قابل للتبلور في الماء ونكمل الحجم إلى 1000 ملل.

3.1.3. بوراكس، محلول مشبع :

يذوب 50 غ من رباعي البورات ثنائي الصوديوم عشاري التمييه ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) في 1000 ملل من الماء الدافئ ويترك ليبرد في درجة حرارة المخبر.

2.3.6. تسخن القنينة لمدة 15 دقيقة في حمام مائي حتى الغليان (5.4) ثم يرج عدة مرات.

3.3.6. تترك القنينة ومحتواها ليبرد في درجة حرارة المحيط. يضاف بالتتابع، 2 ملل من الكاشف I (1.1.3) و 2 ملل من الكاشف II (2.1.3). تخلط بعناية بعد كل إضافة.

4.3.6. ينقل الخليط في قنينة مدرجة سعتها 200 ملل (3.4) يكمل الحجم بالماء حتى خط المعلم ثم يخلط. يترك لمدة 30 دقيقة في درجة حرارة المحيط.

5.3.6. يترك الخليط ليتسبب بعناية، ثم يرشح السائل الطافي على ورق الترشيح ذي طيات (7.4) بطريقة يتم فيها الحصول على محلول شفاف.

4.6. جهاز قياس شدة التلوين :

1.4.6. تؤخذ بواسطة ماصة قطعة صغيرة من الرشاحة (5 ملل) على أن لا تتعدى 25 ملل وتوضع في قنينة مدرجة سعتها 100 ملل (3.4) يضاف الماء حتى نتحصل على حجم يقارب 60 ملل.

2.4.6. يضاف 10 ملل من المحلول I (1.3.3) ثم 6 ملل من المحلول III (3.3.3) يخلط و يترك المحلول لمدة 5 دقائق في درجة حرارة المحيط وفي الظلام.

3.4.6. تضاف 2 ملل من المحلول II (2.3.3) ثم يخلط ويترك لمدة 3 إلى 10 دقائق في درجة حرارة المحيط وفي الظلام.

يكمل الحجم بالماء حتى خط المعلم.

4.4.6. يقاس امتصاص المحلول الملون بواسطة جهاز قياس الامتصاص الضوئي الكهربائي أو بواسطة جهاز قياس الكثافة الضوئية (6.4) في أنبوب صغير مساره الضوئي 1 سم و طول موجته حوالي 538 نانومتر.

ملاحظة :

إذا كان امتصاص المحلول الملون المتحصل عليه انطلاقا من العينة أعلى من الامتصاص الضوئي للمحلول المرجعي الأكثر تركيزا، تكرر العمليات المشار إليها في النقطة (4.6) بتخفيض كمية الرشاحة المقطعة بواسطة الماصة (1.4.6).

5.6. عدد التحديدات :

يجرى تحديدان منفصلان انطلاقا من العينات المقطعة من نفس العينة للتجربة.

2.4. ميزان تحليلي.

3.4. قنينة مدرجة، و 100 ملل و 200 ملل و 1000 ملل.

4.4. ماصات تدريجتها 10 ملل، وذات سعة أخرى، إذا اقتضى الأمر، وهذا حسب الاقتطاع الصغير (1.4.6).

5.4. حمام مائي حتى الغليان.

6.4. مقياس اللون ضوئي كهربائي أو جهاز قياس الكثافة الضوئية ذات أنابيب صغيرة مسارها الضوئي 1 سم.

7.4. ورق الترشيح ذو طيات، قطره حوالي 15 سم، خالية من النترت.

8.4. قنينة مخروطية، سعتها 300 ملل.

5. العينة :

1.5. العمل انطلاقا من عينة ممثلة وزن 200 غ على الأقل.

2.5. تحضر العينة للتجربة مباشرة (1.6) إذا كان غير ممكنا، تحفظ العينة في درجة حرارة ما بين 0 و 5°م، لمدة أربعة (4) أيام على الأكثر.

6. طريقة العمل :

1.6. تحضير العينة للتجربة :

جعل العينة متجانسة بتمريرها مرتين على الأقل في فرامة اللحم (1.4) ثم تخلط. تحفظ العينة في البرودة في قارورة مملوءة كليا ومغلقة بإحكام.

تحلل العينة في أسرع وقت ممكن ودائما خلال 24 ساعة.

ملاحظة :

في حالة المنتوجات غير المطهية، تحلل العينة مباشرة بعد مجانسيتها.

2.6. أخذ العينة :

توزن بتقريب 0,001 غ حوالي 10 غ من العينة المأخوذة للتجربة.

3.6. نزع البروتينات :

1.3.6. تنقل كميا العينة في قنينة مخروطية (8.4) و يضاف بالتتابع 5 ملل من محلول مشبع من البوراكس (3.1.3) و 100 ملل من الماء في درجة حرارة أدناها 70°م.

6.6. المنحنى المرجعي :

1.6.6. تنقل على التوالي بواسطة ماصة وفي أربع قنينات مدرجة حجمها 100 ملل (3.4)، 10 ملل من الماء و 10 ملل من المحاليل المرجعية الثلاثة لنتريت الصوديوم (2.3)، تمثل 2,5 و 5,0 و 10,0 ميكروغرام في المليلتر.

2.6.6. نضيف الماء في كل قنينة للحصول على حجم 60 ملل تقريبا ونعمل كما في النقط (2.4.6) إلى (4.4.6).

3.6.6. نرسم منحنى مرجعيا بتدوين قيمة الامتصاصات المقاسة بدلالة التركيزات، بالميكروغرام في المليلتر، للمحاليل المرجعية.

7. التعبير من النتائج :**1.7. طريقة الحساب والصيغة :**

تحسب نسبة النتريت في العينة المعبر عنها بالغرام من نتريت الصوديوم في الكيلوغرام بواسطة الصيغة الآتية :

$$\frac{2000}{\text{ك} \times \text{ح}} \times \text{ت} = \text{Na NO}_2$$

حيث :

ك : كتلة العينة للتجربة بالغرام.

ح : الحجم بالليلتر للجزء الصغير من الرشاحة (1.4.6) المقتطع لتحديد الامتصاص الضوئي.

ت : تركيز نتريت الصوديوم، معبر عنها بالميكروغرام في المليلتر، مقروء على المنحنى المرجعي و الموافق لامتصاص المحلول المحضر انطلاقا من العينة المأخوذة للتجربة (4.4.6).

يؤخذ كنتيجة، المعدل الجبري لتحديد، إذا توفرت شروط التكرارية (2.7). يعبر عن النتيجة بتقريب 1 مغ في الكيلوغرام من المنتج.

2.7. التكرارية :

يجب ألا يتعدى الفرق بين نتائج تحديدين مجريين على التوالي أو بسرعة الواحد تلو الآخر من طرف نفس المحلل، 10% من القيمة المتوسطة.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 12 جمادى الثانية عام 1427 الموافق 8 يوليو سنة 2006 ، يجعل منهج تحديد نسبة الآزوت القاعدي المتبخر الإجمالي في منتوجات الصيد البحري إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 06 – 176 المؤرخ في 27 ربيع الثاني عام 1427 الموافق 25 مايو سنة 2006 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90 – 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 04 – 189 المؤرخ في 19 جمادى الأولى عام 1425 الموافق 7 يوليو سنة 2004 الذي يحدد تدابير حفظ الصحة والنظافة المطبقة على منتوجات الصيد البحري و تربية المائيات،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الآزوت القاعدي الإجمالي المتبخر في منتوجات الصيد البحري إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الآزوت القاعدي الإجمالي المتبخر في منتوجات الصيد البحري، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش و المخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق .

كما يجب أن يستعمل المخبر عند الأمر بإجراء خبرة، هذا المنهج.

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

حرر بالجزائر في 12 جمادى الثانية عام 1427 الموافق 8 يوليو سنة 2006.

الهاشمي جعوب

7.4 محلول مائي لأليزارين السلفونات الصوديوم
0,5%.

8.4 محلول حمض الكبريت 0,1 نظامية.

5 . طريقة العمل :

- توزن 10 غ من المنتج المراد تحليله. إذا كان المنتج محفوظ في الزيت (سردين معلب) أو في سائل (سمك التونة على الحالة الطبيعية)، يجب تجفيفه بين أوراق الترشيح.

- يوضع في قارورة أسطوانية الشكل سعتها 250 ملل (عريضة الفتحة) مع 50 ملل من الماء المقطر.

- يسحق بواسطة جهاز خلط سريع.

- يسكب المسحوق داخل الإناء الكروي لجهاز التقطير.

- تغسل القارورة وساق جهاز السحق بواسطة 50 ملل من الماء.

تسكب مياه الغسل داخل الإناء الكروي. ثم يضاف على التوالي مع الرج في كل مرة :

- 3 قطرات من رودورسيل (Rhodorsil)،

- 1 ملل من محلول فيروسيانور البوتاسيوم،

- 1 ملل من محلول أستات الزنك،

- 5 قطرات من محلول فينول فتالين،

- 20 ملل من محلول كربونات الليثيوم.

يرافق هذه الإضافة الأخيرة تغييرا في لون الفينول فتالين إلى الأحمر الخالص.

يربط الإناء الكروي مباشرة بالمبرد النازل الذي يدخل طرفه داخل بيشر سعة 100 ملل يحتوي على 20 ملل من الماء المقطر و 5 قطرات من الأليزارين. يجب أن تسقط القطارة مباشرة في هذا الخليط، بحيث يكون الطرف الأسفل للمبرد مغمورا.

يسخن الإناء الكروي حتى الغليان، وعند بداية تغير الأليزارين إلى اللون البنفسجي، تواصل عملية التقطير لمدة 10 دقائق.

الملحق

منهج تحديد نسبة الأزوت القاعدي المتبخر الإجمالي في منتجات الصيد البحري

1. تعريف :

تنطبق تسمية أزوت قاعدي متبخر إجمالي على المجموعة المتكونة من الأمونياك و الأمينات المتبخرة.

تناسب كمية الأزوت القاعدي المتبخرا الإجمالي لمادة غذائية، مباشرة مع مستوى الهدم البروتيني.

2 . مبدأ المعايير :

يتم جرا الأزوت القاعدي المتبخر الإجمالي المزاح بواسطة كربونات الليثيوم (قاعدة ضعيفة لتحلل لا اليوريا، لا البروتيدات ولا الأحماض الأمينية) ببخار الماء. تعابر القطارة بـحمض الكبريت.

3 . التجهيزات :

- إناء كروي بيركس سعته 500 ملل،

- جهاز مبرد،

- جهاز موصول بأنبوب مبرد مستقيم،

- بيشر سعته 100 ملل.

تبين التجربة أنه من المستحسن استعمال جهاز ذو ترويض كروي مثبت بملاقط، تتفك بسهولة حتى في الحرارة وتضمن كيميائية كافية.

4 . الكواشف :

1.4 ماء حديث التقطير.

2.4 سيلليكون رودورسيل (Rhodorsil) مانع لتكوين الرغوة (*).

3.4 فيروسيانور البوتاسيوم 15% في الماء.

4.4 أستات الزنك 30% في الماء.

5.4 محلول فينول فتالين 2% في كحول ذو 90°.

6.4 محلول كربونات الليثيوم حتى التشبع (حوالي 8%).

(*) يسمح المركب المتكون من السيلليكون المانع لتشكيل الرغوة المضايقة بتسخين سريع، يحقق كل من فيروسيانور البوتاسيوم و أستات الزنك عملية التصفية التي تضمن حجز البروتيدات.

كما أن إضافة بعض جزيئات من حجر الكدان الكبريتية تنظم عملية الغليان.

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الهستامين في منتوجات الصيد البحري بواسطة كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية إجباريا.

المادة 2 : لتحديد نسبة الهستامين في منتوجات الصيد البحري بواسطة كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية ، فإن مخابر مراقبة الجودة و قمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق .

كما يجب أن يستعمل المخبر عند الأمر بإجراء خبرة، هذا المنهج.

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

حرر بالجزائر في 12 جمادى الثانية عام 1427 الموافق 8 يوليو سنة 2006.

الهاشمي جعوب

الملحق

منهج لتحديد نسبة الهستامين في منتوجات الصيد البحري بواسطة كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية.

1. موضوع :

يبين هذا المنهج معايرة الهستامين في سمك التونة أو السردين أو الاسقمري أو البلم أو أي منتج بحري طازج أو مجمد أو معالج بالدخان مجفف أو معالج على طريقة آبرت (appertisé) أو تعرض لأي معالجة أخرى.

الهستامين عبارة عن أمين ناتج عن هدم الهستيدين بنزع الكربون. يمكن أن يؤدي تواجدها في السمك، بنسب أعلى من 10مغ/100غ إلى تسممات.

2. المبدأ :

تذوب الهستامين في حمض ثلاثي كلوروأستيك ، تتركب مع الأورتوفتال ألدهيد، تفصل بواسطة

يفصل الإناء الكروي عن المبرد.

يغسل جهاز التقطير و تجمع مياه الغسل داخل البيشر.

يعاير الآزوت القاعدي المتبخر الإجمالي بواسطة محلول حمض الكبريت 0,1 نظامية ، بتغير لون الأليزارين إلى الأصفر القشي.

6 . التعبير من النتائج :

يعبر عن الآزوت القاعدي المتبخر الإجمالي بالأمونياك ($17 = \text{NH}_3$).

ترد النتيجة إلى 100 غ من المنتج.. ليكن ن عدد المليترات من حمض الكبريت 0,1 نظامية المستعمل للتعديل.

لدينا :

الأزوت القاعدي المتبخر الإجمالي A.B.V.T (مغ/100غ = $1,7 \times x \times 10 = 17$)



قرار مؤرخ في 12 جمادى الثانية عام 1427 الموافق 8 يوليو سنة 2006، يجعل منهج تحديد الهستامين في منتوجات الصيد البحري بواسطة كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 176-06 المؤرخ في 27 ربيع الثاني عام 1427 الموافق 25 مايو سنة 2006 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة الجودة و قمع الغش، المعدل و المتمم،

– 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 04 - 189 المؤرخ في 19 جمادى الأولى عام 1425 الموافق 7 يوليو سنة 2004 الذي يحدد تدابير حفظ الصحة و النظافة المطبقة على منتوجات الصيد البحري و تربية المائيات،

تذوب 174,2 مغ من K_2HPO_4 في لتر واحد من ماء ذو نقاوة عالية،

– محلول العابر في الكروماتوغرافيا : 40 % من أسيتونتريل و 60 % من محلول K_2HPO_4 تركيزه 1 ميليمولارية،

– مرشحة 5 ميكرومتر،

– ورق ترشيح ذو طيات رقم 127

5. طريقة العمل :

1.5 تحضير مصفى (défécate) ثلاثي كلورواستيك :

تسحق و تجانس عينة ممثلة وزن 200 غ تقريبا وتقطع العينة للتجربة مباشرة.

1.1.5 حالة السمك الطازج و المجمد :

تجانس 100 غ من العينة مع 50 ملل من الماء في جهاز للسحق ثم تضاف 50 ملل من محلول ثلاثي كلورواستيك (TCA) 20 % يخلط من جديد ثم يرشح في ورق ترشيح ذو طيات رقم 127.

2.1.5 حالة السمك المعلب :

نفس الطريقة السابقة بأخذ 50 غ من اللحم المقطر، 50 ملل من الماء و 50 ملل من محلول ثلاثي كلورواستيك (TCA) 20 % .

3.1.5 حالة السمك نصف المعلب :

نفس الطريقة ، بأخذ 40 غ من لحم السمك و 100 ملل من الماء و 50 ملل من محلول ثلاثي كلورواستيك (TCA) 20 % .

2.5 تفاعل التركيب مع أورتوفتال ألدهيد :

يخفف جزء صغير من الرشاحة الى 10/1 في ماء خال من المواد المعدنية ثم يرشح في مرشحة 5 ميكرومتر.

يمكن إجراء بقية التفاعل يدويا أو بواسطة محضر – محقن ذاتي.

تقطع 100 ميكرومتر من المحلول المخفف الى 10/1 و يضاف إليه 900 ميكرومتر من الماء ذو نقاوة عالية ثم نجعل المحلول قاعدي بإضافة 200 ميكرومتر من NaOH (2 نظامية) ثم يضاف 100 ميكرومتر من محلول

الكروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية على أطوار معكوسة، ثم يكشف عنها بواسطة القياس الفلوريومتري.

3. التجهيزات :

– جهاز سحق،

– ميزان،

– مضخة إيزوقراطية لكروماتوغرافيا في طور سائل،

– محقنة من نوع RHEODYNE ذات حلقة حقن لـ 20 ميكرومتر،

– عمود C18 (20 سم × 4 مم) : سيليس كروية 5 ميكرومتر مدخلة C18 مع احتمال إضافة عمود مسبق،

– كاشف فلوريومتري ذو تدفق مستمر مع خلية لـ 20 ميكرومتر،

– مسجل مكامل،

– احتمال استعمال محضر ذاتي – محقن أوماتيكي.

4. الكواشف :

محلول حمض ثلاثي كلورواستيك (TCA) 20 %،

– ثنائي كلور هيدرات الهستامين (184,07 ميليمولارية)،

– محلول الهستامين ذو تركيز 3,33 مغ/ملل،

يذوب 165,6 مغ من ثنائي كلور هيدرات الهستامين في 100 ملل من ثلاثي كلورواستيك (TCA) 10 %،

يخفف إلى 3/1 ثم إلى 100/1

– محلول أورتوفتال ألدهيد (OPA) تركيزه 10 مغ/ملل في الميثانول،

– محلول الصودا 2 نظامية،

– محلول حمض الكلوريدريك 3 نظامية،

– أسيتونتريل للكروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية،

– محلول تركيزه 1 ميليمولارية من ثنائي البوتاسيوم هيدروجينوفوسفات (K_2HPO_4)،

6. التعبير عن النتائج :**1.6 الحساب :**

نسبة الهستامين المعبر عنها بالمليغرام لـ 100 غ من العينة هي :

$$\text{هـ} = \frac{6,66 \times \text{م}}{\text{م ن}} \text{ سمك طازج أو مجمد}$$

$$\text{هـ} = \frac{10 \times \text{م}}{\text{م ن}} \text{ سمك معلب}$$

$$\text{هـ} = \frac{15,83 \times \text{م}}{\text{م ن}} \text{ سمك نصف معلب}$$

حيث :

م ن : مساحة منحني الهستامين للعينة النموذجية،

م : مساحة منحني الهستامين للعينة المراد تحليلها،

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري لتحديدتين، إذا توفرت شروط التكرارية.

يعبر عن النتيجة :

- بتقريب 0,5 مغ (القيمة المطلقة) لنسب أقل من 10 مغ / 100 غ،

- بتقريب 1 مغ (القيمة المطلقة) لنسب أكبر من 10 مغ / 100 غ.

2.6 التكرارية :

يجب أن لا يتعدى الفرق بين نتيجتي تحديدين منجزين من طرف نفس المحلل 5 % من القيمة النسبية.

3.6 متبة الكشف :

- سمك طازج أو مجمد : 0,5 مغ / 100 غ،

- سمك معلب : 0,75 مغ / 100 غ،

- سمك نصف معلب : 1 مغ / 100 غ.

أورتوفتال ألدهيد (OPA) (10 ملغ/ملل)، ينتظر لمدة أربع دقائق ثم يوقف التفاعل بإضافة 150 ميكرو لتر من HCl (3 نظامية).

يرج الأنبوب جيدا بعد إضافة كل كاشف مع المراجعة الدقيقة لوقت التركيب أي أربع دقائق.

3.5 العبور في الكروماتوغرافيا :

- التدفق : 1 ملل/دقيقة،

- المذيب العابر في الكروماتوغرافيا : 40 % من الاسيتونتريل و 60 % من محول K_2HPO_4 1 ميلي مولارية،

- الحجم المحقن : 20 ميكرو لتر،

- كشف فليورومتري : طول موجة التهيج 360 نانومتر و طول موجة الإرسال 450 نانومتر،

- تسجيل و تكامل مساحات منحنيات الهستامين،

- مدة عبور المحلول في الكروماتوغرافيا هي 6 دقائق تقريبا.

المعايرة الخارجية (بالمحضر الذاتي) :

- 100 ميكرو لتر من محلول الهستامين تركيزه 10^{-3} ملغ/ملل 10.3,33

- 900 ميكرو لتر من الماء،

- 200 ميكرو لتر من NaOH 2 نظامية،

- 100 ميكرو لتر من أورتوفتال ألدهيد (OPA) 10 ملغ/ملل، انتظار 4 دقائق،

- 150 ميكرو لتر من HCl نظاميته 3، العبور في كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية.

تحتوى 20 ميكرو لتر المحقنة على 4,6 مغ من الهستامين.

إذا كانت نسبة الهستامين ضعيفة، يجرى تفاعل التركيب على مصفى (défécate) ثلاثي كلوروأستيك (TCA) غير مخفف أو ذو تخفيف ضعيف و العكس، إذا كانت هذه النسبة مرتفعة، يخفف المصفى (défécate) بطريقة يمكن الحصول فيها على قراءة كروماتوغرافية قريبة من المحلول النموذجي.

يجرى تحديدان إثنان على نفس المصفى (défécate) المحضر.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 12 جمادى الثانية عام 1427 الموافق 8
يوليو سنة 2006، يجعل منهج البحث و التعرف
على المواد المنشطة في اللحم والمنتجات
اللحمية إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 176-06 المؤرخ
في 27 ربيع الثاني عام 1427 الموافق 25 مايو سنة 2006
والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

الملحق**منهج البحث و التعرف على المواد المنشطة في اللحم
والمنتجات اللحمية****1. مجال التطبيق :**

يسمح هذا المنهج بالبحث وتحديد المواد المنشطة (قائمة رقم I) في اللحم والمنتجات اللحمية.

2. المبدأ :

تستعمل الكروماتوغرافيا على طبقة رقيقة لفصل مختلف المكونات التي يكشف عنها فيما بعد على شكل بقع مختلفة الألوان. تسمح الوضعية النسبية ولون هذه البقع بالتعرف عليها. هذا الاختبار نوعي فقط.

3. الكواشف :**1.3 بلورات النماذج المرجعية**

1.1.3 محلول العمل في الميثانول (50 نانوغرام/مكرو لتر) يحفظ في الثلاجة في 4°م لمدة 3 أشهر.

2.3 محلول الجر (مواد نقية للتحليل)

كلوروفورم/ميثانول (98 + ح/ح)

يحضر الحوض 3 ساعات قبل وضع العينة.

يحفظ لمدة أقصاها 48 سا.

3.3 مظهر بعد الهجرة - خليط حمض الكبريت/إيثانول (50 + 50 : ح/ح).

يحفظ في درجة حرارة المحيط.

4.3 صفائح 20 x 20 CCM أو 10 x 10 HPTLC سم.

4. التجهيزات

1.4 فوهة ماصة للهواء

2.4 مجفف ذو 100°م

3.4 مصدر هواء ساخن

4.4 جهاز تبخير

5.4 جهاز الكشف الضوئي (Transilluminateur)

6.4 حوض اكروماتوغرافيا

7.4 حقن سعتها 5 ميكرو لتر

5. طريقة العمل :**1.5 الاستخلاص :**

يجرى عادة بواسطة الميثانول (ح/ح) أو الإيثير الإيثيلي (ح/ح). فيما يخص مناطق الحقن، ينصح بإجراء عملية الطرد المركزي أو عملية الترشيح بعد سحق المناطق التي تبعث على الشك.

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقاز و تسويقه،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 29 جمادى الثانية عام 1420 الموافق 29 سبتمبر سنة 1999 الذي يحدد قواعد تحضير اللحوم المفرومة عند الطلب ووضعها للاستهلاك،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم، المذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج البحث والتعرف على المواد المنشطة في اللحوم والمنتجات اللحمية إجباريا.

المادة 2 : من أجل البحث والتعرف على المواد المنشطة في اللحوم والمنتجات اللحمية، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش و تلك المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق.

كما يجب أن يستعمل المخبر عند الأمر بإجراء خبرة هذا المنهج.

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

حرر بالجزائر، في 12 جمادى الثانية عام 1427 الموافق 8 يوليو سنة 2006.

الهاشمي جمبوب

2.5 وضع العينة فوق صفيحة الكروماتوغرافيا (4.3).

1.2.5 وضع أولي لجزء صغير من المحلول الأصلي (1ميكرو لتر) ومن المستخلص (10ميكرو لتر).

2.2.5 وفقا للنتائج (1.2.5) توضع النماذج المترقبة والعينة بتراكيز مختلفة (يمكن إجراء عملية تبخير مسبقا).

3.5 هجرة على مسافة 7 سم في حجرة مشبعة تحتوي على 50 ملل من الخليط كلوروفورم/ميثانول (2.3).

يترك ليحجف في الهواء الطلق.

4.5 تبخير بواسطة محلول حمض الكبريت 50% في الايثانول (3.3).

نحدد البقع الملونة.

توضع الصفائح في مجفف ذو 100°م لمدة 10 دقائق.

5.5 قراءة في جهاز الكشف الضوئي (Transilluminateur)

6.5 عملية التعرف :

بالمقارنة بين لون البقع التي تظهر في المستخلص والنماذج المرجعية (قائمة رقم II).

7.5 التأكيد :

1.7.5 كو- كروماتوغرافيا (Co-Chromatographie) :

يضاف إلى موضع العينة 1ميكرو لتر من المحلول النموذجي الموافق.

نواصل (2.5) و (3.5) و (4.5) و (5.5).

التحقق بعد عملية الإظهار والمرور عبر جهاز الكشف الضوئي (Transilluminateur) من عدم ظهور أي بقعة جديدة إلا تكثيفا في البقعة المشكوك فيها.

قائمة رقم I

المواد المنشطة التي يجرى البحث منها

كلورما دينون الاسيتات

ثنائي إيثيل ستيلبو استرول (D.E.S)

ثنائي إيثيل ستيلبو استرول ديسبروبيونات

ثنائي الانسترول

ثنائي الانسترول ثنائي الاسيتات

نيكزواسترول

نيدروكسي بروجسترون هبتانوات
نيدروكسي بروجسترون
نيدروكسي بروجسترون اسيتات
نورتستوسترون
نورتستوسترون بروبيونات
نورتستوسترون ديكانوات
نورتستوسترون لوريات
اوسترايول 17. α
اوسترايول ثنائي الاسيتات
اوسترايول ثنائي البروبيونات
اوسترايول بنزوات
اوسترايول ايثنيل
بروجسترون
تستوسترون
تستوسترون بروبيونات
تستوسترون انانات
تستوسترون (ميثيل)
ترنبولون اسيتات
زيرانول.

قائمة رقم II

النماذج المرجعية

اوسترايول - 1

+ تستوسترون - 2

اسيتات ترنبولون - 2

+ ثنائي إيثيل ستيلبو استرول - 1

ميثيل تستوسترون - 1

+ بروجسترون - 2

ميدروكسي بروجسترون اسيتات - 1

+ بروبيونات - 2 تستوسترون

ناندرولون ديكانوات

ناندرولون - 1

+ ثنائي إيثيل ستيلبو استرول ثنائي

البروبيونات - 2

اوسترايول بنزوات

كولسترول - 2

+ ايثلان اوسترايول - 1

قرارات، مقررات، آراء

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقاز وتسويقه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 فبراير سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتوجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الهيدروكسيبرولين في اللحوم ومنتجات اللحوم إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الهيدروكسيبرولين في اللحوم ومنتجات اللحوم، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 19 محرم عام 1436 الموافق 12 نوفمبر سنة 2014.

عمارة بن يونس

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 19 محرم عام 1436 الموافق 12 نوفمبر سنة 2014، يجعل منهج تحديد نسبة الهيدروكسيبرولين في اللحوم ومنتجات اللحوم إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 14-154 المؤرخ في 5 رجب عام 1435 الموافق 5 مايو سنة 2014 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 12-214 المؤرخ في 23 جمادى الثانية عام 1433 الموافق 15 مايو سنة 2012، الذي يحدد شروط وكيفيات استعمال الإضافات الغذائية في المواد الغذائية الموجهة للاستهلاك البشري،

الملحق

منهج تحديد نسبة الهيدروكسيبرولين

- اللحوم ومنتجات اللحوم -

يبين هذا المنهج تقنية لتحديد نسبة الهيدروكسيبرولين لجميع أنواع اللحوم ومنتجات اللحوم، بما فيها الدواجن.

يطبق هذا المنهج على اللحوم ومنتجات اللحوم التي لا تحتوي على أكثر من 0,5 % (ك/ك) من الهيدروكسيبرولين.

1. التعريف

تتطلب هذا المنهج يطبق التعريف الآتي :

نسبة الهيدروكسيبرولين في اللحوم ومنتجات

اللحوم : نسبة الهيدروكسيبرولين المحددة وفقا لطريقة العمل المبينة في المنهج.

ويعبر عنها بالنسبة المئوية في الكتلة.

2. المبدأ

تحلل العينة المأخوذة للتجربة بواسطة حمض الكبريت في درجة حرارة 105 °م. ثم يتم ترشيح وتخفيف الحلاصة. يؤكسد الهيدروكسيبرولين بواسطة كلورامين T حيث يتشكل مركب أحمر اللون مع p - ثنائي مثيل أمينو بنزالدهيد (p-diméthylamino-benzaldéhyde) ثم يجرى قياس ضوئي على طول موجة 558 نانومتر.

3. الكواشف

تستعمل فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها وماء مقطر أو منزوع المعادن أو على الأقل ماء ذي نقاوة معادلة.

1.3 حمض الكبريت، محلول تركيزه (H₂SO₄) ≈

3 مول/ل.

توضع 750 ملل من الماء في حوجلة مدرجة سعتها 2 ل ويضاف 320 ملل من حمض الكبريت المركز ببطء مع التحريك، (p20 = 1,84 غ/ملل). يبرد في درجة حرارة الوسط ويكمل الحجم بالماء إلى خط التدرج.

2.3 محلول مثبت، العامل الهيدروجيني (pH) = 6,8

ومكون من :

- 26 غ من حمض السيتريك أحادي الإماهة (C₆H₈O₇·H₂O)،

- 14 غ من هيدروكسيد الصوديوم،

- 78 غ من أسيتات الصوديوم خال من الماء [Na(CH₃CO₂)].

تذوّب الكواشف في 500 ملل من الماء، وتنقل كميا في حوجلة مدرجة سعتها 1 ل. يضاف 250 ملل من البروبانول-1 ويكمل الحجم بالماء إلى خط التدرج.

يبقى هذا المحلول ثابتا لعدة أسابيع إذا حفظ في درجة حرارة 4 °م وبعبدا عن الضوء.

3.3 كاشف بالكلورامين T، يذوب 1,41 غ من N-كلورو-p-تولوان سولفوناميد (N-chloro-p-toluène sulfonamide)، ملح الصوديوم ثلاثي الإماهة (كلورامين T) في 100 ملل من المحلول المثبت (2.3).

يجب أن يحضر هذا المحلول مباشرة قبل الاستعمال.

4.3 كاشف ملون،

يذوب 10 غ من p - ثنائي مثيل أمينو بنزالدهيد (p-diméthylamino-benzaldéhyde) في 35 ملل من حمض بركلوريك [60 % (ك/ك)]، ثم يفرغ ببطء 65 ملل من بروبانول-2.

يجب أن يحضر هذا المحلول يوم استعماله.

إذا كان من الضروري تصفية p-ثنائي مثيل أمينو بنزالدهيد (p-diméthylamino-benzaldéhyde) (الملاحظة 3 في 4.7) تجرى العملية كما يأتي :

يحضر محلول مشبع من p-ثنائي مثيل أمينو بنزالدهيد (p-diméthylamino-benzaldéhyde) في الإيثانول بـ 70 % (ح/ح) في وجود الحرارة. يبرد أولا في درجة حرارة الوسط ثم في الثلاجة. بعد حوالي 12 ساء، يرشح في قمع بوشنر (buchner). يغسل بقليل من الإيثانول بـ 70 % (ح/ح) في وجود الحرارة. يضاف الماء المجمد ويحرك بعناية. تتبع هذه العمليات حتى الحصول على كميات كافية من أجسام بلورية بيضاء لبنية. تترك ليلية واحدة في الثلاجة. ترشح في قمع بوشنر (buchner)، تغسل بواسطة إيثانول بـ 50 % (ح/ح)، ثم تجفف تحت ضغط مخفف في وجود أوكسيد الفوسفور (ح).

5.3 الهيدروكسيبرولين، محاليل معيارية.

في حوجلة مدرجة سعتها 100 ملل، يحضر المحلول الأم بإذابة 50 مغ من حمض هيدروكسيبروليدين - α -

كاربونيك (هيدروكسيبرولين) في الماء. تضاف قطرة من محلول حمض الكبريت (1.3) ويكمل الحجم بالماء إلى خط المعلم. يبقى هذا المحلول ثابتا لمدة شهر واحد على الأقل في درجة حرارة 4°م.

يوم الاستعمال، يوضع في حوجلة مدرجة سعتها 500 ملل، 5 ملل من المحلول الأم ويكمل الحجم بالماء إلى خط المعلم. تحضر بعدها أربعة (4) محاليل معيارية بأخذ 10 ملل و 20 ملل و 30 ملل و 40 ملل من هذا المحلول ويكمل بالماء إلى 100 ملل للحصول على تراكيز الهيدروكسيبرولين على التوالي 0,5 ميكروغرام/ملل، 1 ميكروغرام/ملل، 1,5 ميكروغرام/ملل، 2 ميكروغرام/ملل.

4. التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر ولا سيما ما يأتي :

1.4 آلة فرم اللحم، ذات شفرات أفقية سريعة الدوران.

2.4 دورق كروي للتحليل المائي، ذو قاع دائري أو مسطح، مع عنق عريض، سعته حوالي 200 ملل.

3.4 فرن التجفيف، يضبط في 105°م ± 1°م.

4.4 أقراص ورق الترشيح، قطرها 12,5 سم.

5.4 مقياس العامل الهيدروجيني.

6.4 أوراق الألمنيوم أو بلاستيك عتم.

7.4 حمام مائي، مضبوط في درجة حرارة 60°م ± 0,5°م.

8.4 مقياس طيفي، يسمح بقياسات على طول موجة 558 نانومتر ± 2 نانومتر، أو مقياس الألوان الكهربائي، مجهز بمصفاء تداخلية مع امتصاص أقصى في 558 نانومتر ± 2 نانومتر.

9.4 أحواض زجاجية، ذات مسافة ضوئية 10 مم.

10.4 ميزان تحليلي، مضبوط بالتقريب في 0,001 غ.

11.4 حوجلة مدرجة، سعتها 250 ملل.

12.4 زجاج السامة، قطره من 5 سم إلى 6 سم.

5. اقتطاع العينات

من الضروري أن يحصل المخبر على عينة ممثلة حقا غير متلفة ولم تتغير أثناء النقل أو التخزين.

يتم العمل على عينة ممثلة تزن على الأقل 200 غ. تحفظ العينة بحيث يمنع أي تلف أو تغيير في المحتوى.

6. تحضير العينة للتجربة

1.6 اللحوم النيئة ومنتجات اللحم النيء

باستعمال سكين حاد، يقطع اللحم على شكل مكعبات صغيرة (حجمها حوالي 0,5 سم³، أي حوالي 8 ملم جانبيًا) عندما يكون محتفظًا ببرودته (درجة حرارته أدنى بقليل من 0°م).

توضع العينة داخل الوعاء الذي يغلق بإحكام، أو يغلق تحت ضغط ضعيف في كيس بلاستيكي مقاوم للحرارة. يسخن فيما بعد الوعاء والعينة بحيث تثبت درجة الحرارة الدنيا في 70°م مدة 30 دقيقة على الأقل. يترك ليبرد وتعاد التجربة كما في (2.6).

خلال المراحل الآتية من تحضير العينة للتجربة ووزن العينة المأخوذة للتجربة، يجرى التأكد من أن العينة ممزوجة جيدا وبالأخص أن تكون الدهون والأجزاء السائلة موزعة بانتظام.

ملاحظة 1 - يسمح هذا العلاج بالحرارة بتطرية النسيج الضام النيء ويجعله أقل مقاومة لعملية المجانسة بواسطة آلة فرم اللحم.

غير أنه يمكن أن تتسبب هذه المعالجة في فصل سائل يحتوي على الجيلاتين. يمكن أيضا أن يتطلب وجود الدهن رعاية خاصة أثناء تحضير عينة متجانسة.

2.6 اللحوم المطهية ومنتجات اللحم المطهي

تجانس العينة في آلة فرم اللحم (1.4). تحفظ العينة المجانسة في قارورة مغلقة مسدودة بإحكام ومملوءة كليًا وتحفظ بطريقة تمنع كل إتلاف أو كل تغيير في تركيبها.

تحلل العينة في أقرب وقت، لكن دائما خلال 24 سا.

7. طريقة العمل

1.7 أخذ عينة للتجربة

توزن بتقريب 0,001 غ في الدورق الكروي للتحليل المائي (2.4)، حوالي 4 غ من عينة التجربة. يجرى التأكد من عدم بقاء أي مادة ملتصقة على الغشاء الجانبي للدورق.

2.7 التحليل المائي

1.2.7 يضاف 30 ملل ± 1 ملل من محلول حمض الكبريت (1.3) في الدورق. يغطى بزجاج الساعة (12.4) ويوضع الكل في فرن التجفيف (3.4) مدة 16 سا (ليلة واحدة) في درجة حرارة 105°C .

2.2.7 ترشح الحلامة وهي ساخنة فوق قرص ورق الترشيح (4.4)، مع استخلاص الرشاحة في حوجلة مدرجة سعتها 250 ملل (11.4). يغسل ورق الترشيح والدورق ثلاث (3) مرات بواسطة أجزاء من 10 ملل من محلول حمض الكبريت (1.3) وهو ساخن، وتضاف سوائل الغسل للحلامة ثم يكمل الحجم بالماء إلى خط المعلم ثم يمزج.

3.7 تطور اللون وقياس الامتصاص

1.3.7 بواسطة ماصة، يوضع داخل حوجلة مدرجة سعتها 250 ملل (11.4) حجم "ح" من الحلامة (2.2.7) تسمح بالحصول، بعد التخفيف إلى 250 ملل، على تركيز الهيدروكسيبرولين محصور بين 0,5 ميكروغرام/ملل و 2 ميكروغرام/ملل. يكمل الحجم بالماء إلى خط المعلم.

ملاحظة 2 - في معظم الحالات، تكون قيمة "ح" من 5 ملل إلى 25 ملل، حسب كمية النسيج الضام الموجود في العينة.

2.3.7 يوضع 4 ملل من هذا المحلول (1.3.7) في أنبوب اختبار ثم يضاف 2 ملل من الكاشف بالكلورامين T (3.3). يمزج ويترك في درجة حرارة الوسط مدة 20 ± 1 د.

3.3.7 يضاف 2 ملل من الكاشف الملون (4.3) ويمزج بعناية ويغطى الأنبوب بورقة من الألمنيوم أو من البلاستيك (4.6).

4.3.7 يوضع الأنبوب بسرعة في الحمام المائي (7.4) المضبوط في درجة حرارة 60°C ويسخن مدة 20 دقيقة بالضبط.

5.3.7 يبرد الأنبوب على الأقل 3 دقائق بالمياه الجارية ويترك في درجة حرارة الوسط مدة 30 دقيقة.

6.3.7 تقاس قيمة الامتصاص في 558 $\text{nm} \pm 2$ بالنسبة للماء داخل حوض زجاجي (9.4) بواسطة المقياس الطيفي أو مقياس الألوان كهربائي مجهز بمصفاء متداخلة (8.4).

7.3.7 تطرح قيمة الامتصاص المقاسة في التجربة على بياض (4.7) ويقرأ تركيز الهيدروكسيبرولين في الحلامة المخففة على منحنى المعايرة المتحصل عليه كما هو مبين في (5.7).

4.7 التجربة على بياض

تجرى العمليات المبينة في (2.3.7) إلى (7.3.7) مرتين، لكن باستبدال الحلامة المخففة بالماء.

ملاحظة 3 - إذا كانت قيمة الامتصاص في التجربة على بياض تتعدى 0,04، يحضر كاشف ملون جديد (4.3) وإذا اقتضى الأمر ينقى الـ p - ثنائي مثيل أمينو بنزالدهيد (p -dimethylamino-benzaldehyde) (4.3).

5.7 منحنى المعايرة

1.5.7 تعاد طريقة العمل المبينة في (2.3.7) إلى (7.3.7)، لكن مع 4 ملل من كل من الأربعة محاليل المعايرة المخففة من الهيدروكسيبرولين (5.3) عوضا عن الحلامة المخففة.

2.5.7 تنقل على المنحنى البياني قيم درجة الامتصاص المقاسة والمصححة للتجربة على بياض وبدلالة تراكيز ملائمة مع محاليل معايرة الهيدروكسيبرولين. توصل النقاط مع المبدأ برسم منحنى مستقيم قدر الإمكان.

ينشئ منحنى معايرة جديد لكل سلسلة تحليل.

8. الحساب

تحسب نسبة الهيدروكسيبرولين، لكل عينة مأخوذة للتجربة، بالنسبة المئوية في الكتلة بالاستعانة بالصيغة التالية :

$$Y = \frac{6,25}{K \times C}$$

حيث

Y : مقدار الهيدروكسيبرولين، معبر عنه بالنسبة المئوية في الكتلة، متحصل عليه من الصيغة،

C : تركيز الهيدروكسيبرولين في الحلامة المخففة بالميكروغرام في المليلتر والمقروءة على منحنى المعايرة،

ك : كتلة العينة المأخوذة للتجربة بالغرام (1.7)،

ح : حجم الجزء النموذجي بالميليلتر للحلابة
المأخوذة للتخفيف في 250 ملل (1.3.7).

يعبر عن النتائج بتقريب 0,01 %.

9. الدقة

ثبتت دقة هذا المنهج في تجربة أجريت بين
المخابر.

حدد مستوى الاحتمال بـ 95 % للحصول على قيم
التكرارية وإعادة التجربة.

1.9 التكرارية

الفرق المطلق بين نتيجتين مستقلتين لتجربة،
متحصل عليه من نفس المنهج بوسائل مماثلة خاضعة
للتجربة في نفس المخبر وبنفس الجرب باستعمال نفس
الأجهزة وفي مجال زمني قصير، يجب أن لا تتعدى
قيمة التكرارية r المبينة في الصيغة :

$$\bar{Y} = 0,0322 + 0,0131 r$$

حيث

$\bar{Y}$: معدل نتيجتي التجربة لنسبة
الهيدروكسيبرولين، معبر عنه بالنسبة المئوية في
الكتلة.

ترفض النتيجتان إذا كان الفرق يتعدى القيمة
المبينة أعلاه، ويجرى تحديدان جديان.

2.9 إعادة التجربة

الفرق المطلق بين نتيجتين فرديتين لتجربة،
متحصل عليه من نفس المنهج بوسائل مماثلة خاضعة
للتجربة في مخابر مختلفة وبمجردين مختلفين
باستعمال أجهزة مختلفة، يجب أن لا يتعدى القيمة R
المبينة في الصيغة :

$$\bar{Y} = 0,0529 + 0,0195 R$$

حيث

$\bar{Y}$: معدل نتيجتي التجربة لنسبة
الهيدروكسيبرولين، معبر عنه بالنسبة المئوية في
الكتلة.



**قرار مؤرخ في 30 محرم عام 1436 الموافق 23 نوفمبر
سنة 2014، يجعل منهج البحث من متعددات
الفوسفات في اللحوم ومنتجات اللحوم إجباريا.**

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 14-154 المؤرخ
في 5 رجب عام 1435 الموافق 5 مايو سنة 2014
والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ
في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990
والمعلق 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
والمعلق بتقييم المطابقة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 12-214 المؤرخ
في 23 جمادى الثانية عام 1433 الموافق 15 مايو سنة
2012 الذي يحدد شروط وكيفيات استعمال المضافات
الغذائية في المواد الغذائية الموجهة للاستهلاك البشري،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في
19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997
والمعلق بشروط تحضير المرقاز وتسويقه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام
1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد
المطبقة على تركيبة المنتوجات اللحمية المطهية
ووضعها رهن الاستهلاك،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم
التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410

لاحتياجات هذا المنهج تستعمل الكواشف التالية :

1.2 حمض ثلاثي كلور أسيتيك.

2.2 أكسيد ثنائي إثيليك.

3.2 إيثانول، في 95 % (ح/ح).

4.2 مسحوق السيليلون، ذو نوعية للاستشراب على طبقة رقيقة.

5.2 نشاء قابل للذوبان.

6.2 الخليط المرجعي.

يذوب، في 100 ملل من الماء،

– 200 ملغ من ثنائي هيدروجين فوسفات الصوديوم أحادي الإماهة ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$),

– 300 ملغ من ثنائي الفوسفات رباعي الصوديوم عشاري الإماهة ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$),

– 200 ملغ من ثلاثي الفوسفات خماسي الصوديوم ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$) و

– 200 ملغ من هيكساميتا فوسفات الصوديوم $[\text{NaPO}_3] \times [x > 10]$.

يظل الخليط المرجعي ثابتا في درجة حرارة 4 °م لمدة 4 أسابيع على الأقل.

7.2 مذيب التطور

يمزج 140 ملل من كحول إيزوبروبيليك، 40 ملل من محلول حمض ثلاثي كلور أسيتيك بـ 135 غ / ل و 0,6 ملل من محلول هيدروكسيد الأمونيوم 20p = 0,90 غ/ملل، بحوالي 25 % (ك/ك).

يحفظ المذيب في قارورة مغلقة بإحكام.

8.2 كاشف الرش I

تمزج كميات متساوية من محلول موليبدات الأمونيوم رباعي الإماهة $[(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ بـ 75 غ/ل ومن حمض النيتريك المركز، 20p = 1,40 غ/ملل. تذوب 10 غ من حمض التارتريك في 100 ملل من هذا المزيج.

يحضر الكاشف يوم استعماله.

9.2 كاشف الرش II

تذاب 0,5 غ من حمض أمينو – 1 نافتول – 2 سولفونيك – 4 في مزيج مكون من 195 ملل من محلول ثنائي سولفيت الصوديوم (ميتايسولفيت الصوديوم، $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)

الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل والمتّم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج البحث عن متعددات الفوسفات في اللحوم ومنتجات اللحوم إجباريا.

المادة 2 : من أجل البحث عن متعددات الفوسفات في اللحوم ومنتجات اللحوم، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 30 محرم عام 1436 الموافق 23 نوفمبر سنة 2014.

عمارة بن يونس

الملحق

منهج البحث عن متعددات الفوسفات

– اللحوم ومنتجات اللحوم –

يحدد هذا المنهج طريقة عمل للبحث عن متعددات الفوسفات الخطية المكثفة في اللحوم ومنتجات اللحوم بعد الفصل بالاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة.

يطبق هذا المنهج فقط للبحث عن متعددات الفوسفات المضافة والتي لا تزال موجودة في العينة أثناء البحث، نظرا لكون الفوسفات يتحلل تدريجيا بالأنزيمات الموجودة في اللحوم ومنتجات اللحوم وكذا معالجة اللحوم أو منتجات اللحوم بالحرارة.

1. المبدأ

تستخلص اللحوم أو منتجات اللحوم بواسطة حمض ثلاثي كلور أسيتيك. يصفى المصل المتحصل عليه بواسطة خليط إيثانول/أكسيد ثنائي الإثيليك. يفصل الفوسفات بواسطة الاستشراب على الطبقة الرقيقة. يبحث عن متعددات الفوسفات عن طريق الرش بكواشف لإظهار اللون.

2. الكواشف

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها. يجب أن يكون الماء مقطرا أو ماء ذا نقاوة مكافئة على الأقل.

بـ 150 غ/ل ومن 5 ملل من محلول سولفيت الصوديوم (Na_2SO_3) بـ 200 غ/ل. تذاب 40 غ من أسيتات الصوديوم ثلاثي الإماهة ($\text{NaOOCCH}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) في هذا الخليط.

يحفظ الخليط في الثلاجة في قارورة داكنة مغلقة بإحكام.

يرمى هذا الخليط بعد أسبوع.

ملاحظة - تتخذ كل الاحتياطات المناسبة عند تطبيق طريقة العمل المبينة في هذا المنهج.

3. التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر، ولاسيما :

1.3 صفائح زجاجية، منظفة بعناية من الدسم، أبعادها 10 سم x 20 سم.

2.3 جهاز الرش، لتحضير طبقات سمكها 0,25 ملم. إذا لم يتوفر مثل هذا الجهاز، يمكن استخدام صفائح جاهزة للاستعمال على طبقة رقيقة سمكها 0,25 ملم بشرط أن يستعمل النشاء كمالط. الصفائح التي تحتوي على الجبس (كبريت الكالسيوم) غير ملائمة.

3.3 جهاز الخلط الخاص بالمخبر.

4.3 جهاز نازع الرطوبة.

5.3 جهاز ميكانيكي لغرم اللحم، خاص بالمخبر، مزود بصفيحة مثقوبة، حيث لا يتجاوز قطر ثقبها 4 ملم.

6.3 ورق ترشيح متموج، قطره 15 سم.

7.3 ماصة دقيقة، سعتها 1 ميكرو لتر أو محقنة دقيقة مع برغي ميكرومترى وطرفها المنحني من زجاج.

8.3 إناء التطور، أبعاده ملائمة، غطاؤه محكم الغلق، من أجل تطور الاستشراب على طبقة رقيقة.

9.3 مجفف الشعر، بإمكانه إنتاج تيار هوائي بدرجة حرارة الوسط أو تيار هوائي فاتر.

10.3 جهاز الرش.

11.3 جهاز التجفيف، قابل للضبط في 60 °م.

4. العينة

1.4 يجرى العمل على عينة نموذجية وزنها 200 غ على الأقل.

2.4 تحضر العينة للتجربة يوم وصولها إلى المخبر.

5. طريقة العمل

1.5 تحضير صفائح للطبقة الرقيقة

يذاب 0,3 غ من النشاء (5.2) في 90 ملل من الماء المغلي. يبرد ويضاف إليه 15 غ من مسحوق السيليلوز (4.2) ويجانس في جهاز الخلط الخاص بالمخبر (3.3) لمدة دقيقة واحدة.

يوضع هذا الخليط على الصفائح الزجاجية (1.3) بواسطة جهاز الرش (2.3) ويعدل حتى نحصل على طبقة سمكها 0,25 ملم.

تجفف الصفائح بواسطة تيار هوائي لمدة 60 دقيقة في درجة حرارة الوسط بدون تغيير موضعها ثم تسخن لمدة 10 دقائق في 100 °م.

تحفظ الصفائح داخل جهاز التجفيف (4.3).

من الممكن أيضا استخدام صفائح جاهزة للاستعمال على طبقة رقيقة (2.3).

2.5 تحضير مينة التجربة

تجعل العينة متجانسة بإخضاعها مرتين على الأقل لجهاز فرم اللحم (5.3) وبالمزج. يحتفظ بالعينة في قارورة مغلقة بإحكام ومملوءة كلياً وإذا كان ضروريا تحفظ في الثلاجة. يجرى التحليل على العينة حينما أمكن بعد المجانسة ولكن خلال خمس ساعات.

3.5 تحضير المصل

1.3.5 تعجن 50 غ من العينة المأخوذة للتجربة (2.5) مع 15 ملل من الماء درجة حرارته بين 40 °م و 60 °م في بيشر بواسطة ملعقة أو أداة محرك مسطحة، حتى نحصل على كتلة متجانسة في أقل من 5 دقائق في كل الأحوال.

2.3.5 تضاف 10 غ من حمض ثلاثي كلور الأسيتيك (1.2) ثم تمزج بعناية.

3.3.5 توضع فوراً في الثلاجة وتترك لمدة ساعة، ثم يجمع المصل المفصول بالتصفية على ورق ترشيح متموج (6.3).

4.3.5 إذا كانت الرشاحة عكرة، ترج مرة مع حجم مساوٍ من أوكسيد ثنائي الإثيل (2.2) يتخلص من الطبقة الإيثيرية بواسطة ماصة ضيقة ويضاف إلى

الطبقة السائلة حجم مساوٍ من الإيثانول (3.2) ويرج لمدة دقيقة ويترك الخليط يرتاح لبعض دقائق ثم يصفى على ورق ترشيح متموج (6.3).

4.5 الفصل بالاستشراب

1.4.5 يسكب مذيب التطور (7.2) في إناء التطور (8.3) حتى يصل إلى إرتفاع من 5 إلى 10 ملم على مستوى العمق، ويغلق الإناء بغطائه ويترك ليرتاح لمدة 30 دقيقة على الأقل في درجة حرارة الوسط، ويحفظ من ضوء الشمس والتيارات الهوائية.

2.4.5 توضع 3 ميكرو لتر من المصل أو 6 ميكرو لتر إذا اتبعت طريقة العمل (4.3.5) للحصول على خليط صاف فوق طبقة السيليلوز (1.5) على خط مسطر بقلم بتقريب 2 سم من الحافة. يتحصل على بقع ضيقة باستعمال 1 ميكرو لتر في آن واحد.

يستعمل للتجفيف، التيار الهوائي الدافئ الناتج من مجفف الشعر (9.3).

ملاحظة - يتجنب الهواء الساخن لتفادي التحلل المائي للفوسفات.

3.4.5 توضع في نفس الشروط 3 ميكرو لتر من الخليط المرجعي (6.2) فوق الصفيحة على مسافة تتراوح من 1 إلى 1,5 سم ابتداء من بقعة العينة ولكن على نفس المسافة بالضبط من الحافة.

4.4.5 ينزع غطاء الإناء وتوضع صفيحة السيليلوز في الإناء بسرعة لكن بحذر. يعاد الغطاء إلى موضعه في الحين. تطور الصفيحة في درجة حرارة الوسط بعيدا عن ضوء الشمس والتيارات الهوائية.

5.4.5 يواصل التطور حتى يصل المذيب إلى ارتفاع يقدر بحوالي 10 سم ابتداءً من خط القلم. تخرج الصفيحة من الإناء وتترك لتجف إمّا لمدة 10 دقائق في جهاز التجفيف (11.3) مضبوط في 60° م وإمّا لمدة 30 دقيقة في درجة حرارة الوسط وإمّا بواسطة تيار هوائي.

5.5 البحث عن الفوسفات

1.5.5 توضع الصفيحة عموديا في جهاز تحت غطاء وترش الصفيحة قليلا، لكن بطريقة منسجمة وبواسطة كاشف الرش I (8.2).

2.5.5 تجفّف الصفيحة بواسطة التيار الهوائي الدافئ الناتج من مجفّف الشعر. تسخّن بعد ذلك لمدة ساعة في جهاز التجفيف المضبوط في 100° م للتخلص

من البقايا الأخيرة لحمض النيتريك. تخرج الصفيحة من جهاز التجفيف ويتحقق من عدم وجود الرائحة القوية لحمض النيتريك.

3.5.5 تترك الصفيحة لتبرد في درجة حرارة الوسط ثمّ توضع من جديد في جهاز تحت غطاء. ترش الصفيحة قليلا لكن بطريقة منسجمة بواسطة كاشف بالرش II (9.2).

تظهر مباشرة بقع زرقاء.

ملاحظة - لا يكون الرش بواسطة الكاشف II حتما ضروريا. غير أن البقع الزرقاء القاتمة الناتجة عن هذا الكاشف تحسن الكشف بصفة معتبرة.

6. التفسير

تقارن مسافات انتقال بقع الفوسفات المتحصل عليها ابتداء من العينة مع مسافات انتقال بقع فوسفات الخليط المرجعي.

تظهر دائما بقعة الأرتوفوسفات موجودة. إذا كانت العينة تحتوي على فوسفات مكثف فإن بقعة ثنائي الفوسفات و/أو بقع الفوسفات التي لها أعلى درجة تبلور تكون مرئية.

قيم ن م للفوسفات في الخليط المرجعي هي :

الأرتوفوسفات من 0,80 إلى 0,90

ثنائي الفوسفات (بيروفوسفات) من 0,50 إلى 0,60

ثلاثي الفوسفات من 0,25 إلى 0,35

هيكساميتا بولي فوسفات (ملح غراهام) 0

بصفة عامة، تكون قيم ن م لمتعدد الفوسفات في مستخلصات اللحوم و منتجات اللحوم نوعا ما منخفضة.

ملاحظة - يمكن الحصول على تصحيحات الفرق لقيم ن م للفوسفات في العينة المستخلصة وفي الخليط المرجعي بوضع مستخلص من عينة لحم طازج فوق نفس الصفيحة. بما أن اللحم الطازج يحتوي على أحادي الفوسفات فقط، يمكن الحصول على النسبة المئوية للتصحيح بمقارنة مسافات هذه البقعة المعيارية مع البقعة الموافقة للخليط المرجعي.

- 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 والمتعلق بتقييم المطابقة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 12-214 المؤرخ في 23 جمادى الثانية عام 1433 الموافق 15 مايو سنة 2012 الذي يحدد شروط وكيفيات استعمل المضافات الغذائية في المواد الغذائية الموجهة للاستهلاك البشري،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 19 شوال عام 1417 الموافق 26 فبراير سنة 1997 والمتعلق بشروط تحضير المرقاز وتسويقه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 24 ربيع الثاني عام 1421 الموافق 26 يوليو سنة 2000 والمتعلق بالقواعد المطبقة على تركيبة المنتوجات اللحمية المطهية ووضعها رهن الاستهلاك، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج الكشف عن العوامل الملونة في اللحوم ومنتجات اللحوم عن طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة إجباريا.

المادة 2 : من أجل الكشف عن العوامل الملونة في اللحوم ومنتجات اللحوم بواسطة الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 23 جمادى الأولى عام 1435 الموافق 25 مارس سنة 2014.

مصطفى بن بلادة

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 23 جمادى الأولى عام 1435 الموافق 25 مارس سنة 2014 ، يجعل منهج الكشف عن العوامل الملونة في اللحوم ومنتجات اللحوم عن طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 13-312 المؤرخ في 5 ذي القعدة عام 1435 الموافق 11 سبتمبر سنة 2013 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

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

الملحق

منهج الكشف عن العوامل الملونة في اللحوم ومنتجات اللحوم من طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة

1 - مجال التطبيق

يحدد هذا المنهج تقنية للكشف عن العوامل الملونة الصناعية القابلة للذوبان في الماء، في اللحوم ومنتجات اللحوم عن طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة.

يمكن الكشف عن العوامل الملونة الآتية بواسطة هذا المنهج :

تارترازين

أصفر الكينولين

أصفر برتقالي FCF

أرجواني

أحمر وردي 4R

إيريتروزين

أزرق بري V

أزرق نيلي

أسود لامع PN

أسود 7984

أخضر المالاكيت FCF

أزرق VRS

2 - مصطلحات وتعريف :

لاحتياجات هذا المنهج، يطبق التعريف الآتي :

كشف العوامل الملونة

يتم الكشف عن وجود أو غياب العوامل الملونة وفقا للتقنية المبينة في هذا المنهج.

3 - المبدأ

تستخلص العوامل الملونة من العينة المأخوذة للتجربة بالماء الساخن وتكثف على مسحوق البوليأמיד. تصفى العوامل الملونة المستخلصة عن طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على العمود وتفصل الملونات عن العمود. يتم الكشف عن العوامل الملونة عن طريق الاستشراب (الكروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة.

4 - الكواشف

إلا في حالة وجود تعليمات مخالفة، تستعمل فقط الكواشف ذات طبيعة تحليلية معترف بها.

1.4 الماء، أن يكون على الأقل من النوعية الثالثة،

2.4 إيثير البترول، يكون مجال غليانه من 40°م إلى 60°م،

3.4 الميثانول،

4.4 الأمونياك، محلول بـ25%، $P_{20} = 0,910$ غ/ملل،

5.4 حمض الأسيتيك، الكتلة الحجمية 100%، $P_{20} = 1,050$ غ/ملل،

6.4 سترات ثلاثي الصوديوم ثنائي الإماهة،

7.4 بروبان - 1 - ول،

8.4 أسيتات الإيثيل،

9.4 2 - ميثيل - 2 - بروبانول،

10.4 حمض بروبيونيك،

11.4 محلول الفصل للاستشراب (الكروماتوغرافيا) على العمود

يمزج 95 حجم الميثانول (3.4) مع 5 أحجام من محلول الأمونياك (4.4)،

12.4 حمض الأسيتيك، محلول بـ50% في الميثانول.

يمزج حجم واحد من حمض الأسيتيك (5.4) مع حجم واحد من الميثانول (3.4)،

13.4 مسحوق البوليأמיד، يتراوح حجم جزئياته من 0,05 ملم إلى 0,16 ملم،

14.4 رمل ذو حبيبات دقيقة، مغسول بحمض الكلور هيدريك المعدل والمكلس.

15.4 الملونات المعيارية المرجعية

من الممكن أن تتغير نقاوة الملونات المعيارية، لذا من الضروري التحقق من نقاوة الملونات المستعملة كمعيارية.

ملاحظة : يمكن أن تستعمل كمعيارية، الملونات الغذائية المعتمدة.

16.4 المحاليل المعيارية المرجعية من أجل الاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة

تشكل بالماء محاليل منفصلة لكل الملونات المعيارية المرجعية (4.15) بتركيز اللون المعياري 1 غ/ل بالتقريب.

تحضر محاليل الأزرق النيلي في يوم استعمالها. يمكن الاحتفاظ بالمحاليل الأخرى لمدة تساوي على الأقل ثلاثة أشهر عندما تخزن في الظلام (تحفظ محاليل الايريتروزين لشهر واحد).

قطره 30 ملم تقريبا، قطر ثقب المرشح من 40 ميكرومتر إلى 100 ميكرومتر.

يوضع السلك الزجاجي في العمود ويضاف 1 غ إلى 2 غ من الرمل (14.4).

8.5 إنشاء بلاستيكي، بغطاء، سعته 10 ملل بالتقريب.

9.5 صفائح الاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة، مغطاة بطبقة من مسحوق سيليلوزي سمكها 0,10 ملم أو ما يعادل ذلك. يمكن استعمال الصفائح الجاهزة.

10.5 ماصة ميكرومترية، سعته حوالي 5 ميكرو لتر.

11.5 جهاز قياس العامل الهيدروجيني، بتدقيق 0,1 وحدة من العامل الهيدروجيني (PH) بالتقريب.

6 - اقتطاع العينة

من الضروري أن يتلقى المخبر عينة مثالية لم تتلف أو تتغير أثناء النقل أو التخزين.

تؤخذ عينة مثالية تزن على الأقل 200 غ، تحفظ العينة بحيث يمنع كل تلف أو تغيير في المحتوى.

7 - تحضير العينة للتجربة

تجانس العينة بواسطة الجهاز المناسب (1.5). مع الحرص على ألا ترتفع درجة حرارة مادة العينة عن 25° م. إذا ما استعمل القاطع، يجب أن تمرر العينة مرتين على الأقل في الجهاز.

يملأ الإناء المناسب والمانع للهواء، بالعينة المحضرة، يغلق الإناء ويحفظ بطريقة يتفادى بها أي تلف أو تغيير في تركيبة العينة. تحلل العينة بمجرد سماح الشروط التجريبية بذلك، لكن دائما في ظرف 24 ساعة بعد المجانسة.

8 - طريقة العمل

ملاحظات :

1 - إذا كانت العينة تحتوي على اللون النيلي، يجب ألا تتجاوز درجة الحرارة في أي لحظة من التحليل 35° م. يتحلل الأزرق النيلي جزئيا في محلول الكروماتوغرافي I، لذا يجب أن يستعمل المحلول II.

2 - الإيريتروزين حساس للضوء وعند انقطاع التحليل يجب حفظ المحاليل والصفائح في الظلام. ينطبق هذا أيضا على النيلي.

17.4 محلول الفصل للاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة : محلول I

يوزن بتقريب 0,1 غ، 25 غ من سيترات ثلاثي الصوديوم ثنائي الإماهة (6.4) في حوجلة ذات خط معلم 1000 ملل. يذوب في الماء ويخفف المحلول حتى خط المعلم ويمزج.

يمزج 80 حجم من محلول السيترات مع 20 حجم من محلول الأمونيأك المخفف (4.4) و 12 حجم من الميثانول (4.3).

يوصى باستعمال محلول الاستشراب (الكروماتوغرافيا) II (18.4)، لتفادي أو لتقليل الاضطرابات الناجمة عن السافلور أو الزعفران.

18.4 محلول الفصل للاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة : محلول II

تمزج 6 أحجام من بروبان - 1 - ول (7.4) مع حجم واحد من أسيتات الإيثيل (8.4) و 3 أحجام من الماء.

19.4 محلول الفصل للاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة : محلول III

يمزج 50 حجم من 2 - ميثيل - 2 - بروبانول (9.4) مع 12 حجم من حمض برويونيوك (10.4) و 38 حجم من الماء.

5 - التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر، لا سيما الأجهزة الآتية :

1.5 جهاز ميكانيكي أو كهربائي قادر على مجانسة عينة المخبر

وهو يضم آلة قطع دورانية ذات سرعة عالية وقاطع مجهز بصفحة ذات فتوحات قطرها أقل أو يساوي 4 ملم.

2.5 أنابيب الطرد المركزي، من زجاج، سعته 75 ملل.

3.5 حوجلات مسطحة القاع، بسداة من مصقول، زجاج، سعته 250 ملل.

4.5 حوجلات دائرية القاع، مصقولة، سعته 100 ملل.

5.5 جهاز الطرد المركزي، يعمل بتسارع نصف قطري حوالي 2000 ج (الجابية في سرعة الدوران).

6.5 مبخر دوراني

7.5 مموذ الاستشراب (كروماتوغرافيا)، من زجاج، مجهز بمرشح زجاجي وبحنفية، طوله 20 سم،

1.8 اقتطاع العينة

يوزن بتقريب 0,1 غ، 5 غ من عينة التجربة المحضرة (7) داخل أنبوب الطرد المركزي (2.5).

بالنسبة للعينات الدسمة يجرى ذلك طبقا لـ (2.8).
بالنسبة للعينات غير الدسمة يجرى ذلك طبقا لـ (3.8).

2.8 العينات الدسمة

يضاف حوالي 20 ملل من إيثير البترول (2.4) داخل أنبوب الطرد المركزي ويمزج بقضيب زجاجي ويرسب إيثير البترول.

تكرر هذه العملية 3 مرات.

3.8 العينات غير الدسمة

يضاف 25 ملل من الماء المغلي، (8) ويمزج. يضاف 25 ملل من محلول الفصل (11.4).

يتم التأكد من أن العامل الهيدروجيني (pH) مساو لـ $9 \pm 0,5$ وهذا باستعمال جهاز قياس العامل الهيدروجيني (11.5). إذا لم يكن كذلك يتم تعديله بواسطة حمض الأسيتيك (5.4) أو بالأمونياك المخفف (4.4)،

يمزج جيدا. توضع العينة لتبرد داخل مجمد لمدة 15 دقيقة (لمنع التغير).

تخضع العينة للطرد المركزي (5.5) لمدة 10 دقائق بتسارع نصف قطري حوالي 2000 ج،

يرسب المحلول الصافي في حوجلة مسطحة القاع (3.5). تستعمل حوجة دائرية القاع (5.4) للأزرق النيلي.

يضاف 5 ملل من الماء إلى أنبوب الطرد المركزي المحتوي على الراسب. يمزج ويضاف 10 ملل من محلول الفصل (11.4). يمزج ويخضع للطرد المركزي كما هو مبين أعلاه.

تكرر العملية حتى يستخلص اللون بالكامل من العينة وتجمع كل المستخلصات.

للتخلص من الميثانول، يبخر المستخلص المتحصل عليه فوق حمام مائي بحيث يكون على ارتفاع 25 ملل. بالنسبة للنيلي، تستعمل الحوجة الدائرية القاع (4.5) والمبخر الدوراني (6.5) بدرجة حرارة 35 °م.

يضاف 25 ملل من الماء المغلي (8) ثم يمزج.

4.8 تحويل الملونات على مسحوق البوليأمايد

يعدل العامل الهيدروجيني (pH) ما بين 4 و 5 باستعمال حمض الأسيتيك (5.4) أو الأمونياك المخفف (4.4).

يضاف 1 غ من مسحوق البوليأمايد (13.4) إلى المحلول الفاتر (8). يرج بشدة لدقيقة واحدة. يترك المسحوق ليتسب.

يتم التأكد من عدم بقاء اللون داخل المحلول. إذا كان المحلول ملون، يضاف قليل من مسحوق البوليأمايد ويرج بشدة.

ملاحظة: بعض الملونات الطبيعية لا يتم تكثيفها كليا بمسحوق البوليأمايد مما يترك المحلول ملون بالرغم من التكثيف الكلي لكافة الملونات الاصطناعية. بصفة عامة يمكن البت في وجود هذه الملونات الطبيعية أم لا، حسب نوعية العينة.

يرج ويسكب المحلول الفاتر المعلق في عمود الاستشراب (كروماتوغرافيا) (7.5).

تشطف الحوجة المسطحة القاع بثلاثة أحجام من الماء الساخن ذات 10 ملل للوحدة (8) وتسكب أحجام الفصل الواحدة تلو الأخرى في العمود. يغسل العمود من جديد 3 مرات بأحجام من الماء الساخن سعتها 10 ملل (8)، لإتمام العملية يغسل 3 مرات بثلاثة أحجام من الميثانول (3.4) ذات 5 ملل.

إذا فصلت الملونات الطبيعية، يواصل غسل العمود بالميثانول (3.4) حتى يصبح الميثانول عديم اللون.

5.8 فصل وتركيز الملونات المعزولة

توضع حوجة دائرية القاع (4.5) تحت العمود وتفصل الملونات من مسحوق البوليأمايد باستعمال كميات ذات 5 ملل من محلول الفصل (11.4)، معدل تدفقه 2 ملل/دقيقة، حتى يصبح البوليأمايد عديم اللون.

يبخر ناتج الفصل حتى يجف تماما بواسطة مبخر (6.5) عند درجة حرارة 35 °م على الأكثر (8).

يضاف 1 ملل أو 2 ملل من محلول الفصل (11.4) بحسب كمية وعدد الملونات، ويذوب الراسب. يسكب المحلول الملون في إناء بلاستيكي (8.5).

6.8 العزل بالاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة**1.6.8 صفائح معيارية مرجعية**

تحضر ثلاث صفائح الاستشراب (كروماتوغرافيا) على الطبقة الرقيقة معيارية مرجعية. بواسطة ماصة ميكرومترية (10.5)، توضع على كل صفيحة (9.5) قطرة بحوالي 5 ميكرو لتر (قطرها > 5 ملم) من كل محلول معياري (16.4). تترك هاته لتطور كل صفيحة على انفصال بمحلول الفصل الكروماتوغرافي (17.4) و (18.4)

و19.4) وداخل حوض غير مشبع حتى تصبح قمة المذيب على بعد حوالي 10 سم إلى 12 سم من خط البدء. تسحب الصفائح من الحوض وتجفف في الهواء تحت غطاء الحماية. تحفظ الصفائح في الظلام. باستثناء النيلي، تبقى القطرات ثابتة لعدة سنوات.

2.6.8 العينات

بواسطة ماصة ميكرومترية (10.5)، توضع على صفيحة الاستشراف (كروماتوغرافيتا) على الطبقة الرقيقة (9.5) كمية مرئية من محلول العينة (5.8). يجفف بواسطة مجفف الشعر. بالنسبة للنيلي يجفف بالهواء.

تطور الصفيحة داخل حوض غير مشبع ارتفاعه حوالي 10 سم إلى 12 سم باستعمال محاليل الاستشراف (كروماتوغرافيا) المناسبة (17.4 أو 18.4 أو 19.4)، أي المحلول الذي يسمح بالحصول على أحسن فصل للملونات العينة (1). يستحسن في بعض الحالات تحضير صفيحة ثانية كعينة وتطويرها في أحد محاليل الفصل أو الآخر للحصول على أحسن فصل ممكن.

تسحب الصفيحة من الحوض وتجفف بالهواء تحت غطاء الحماية.

تقارن قطرات العينات مع الصفيحة المعيارية المرجعية المناسبة (1.6.8).

في حالة ما إذا كانت الملونات ممزوجة، يوصى باستعمال كميات مختلفة من محاليل العينات، لأن الملونات الموجودة يمكن أن تكون ذات تراكيز مختلفة.

بصفة عامة، فإن النواتج المتبقية سببها التطهير غير المناسب. وإذا كانت هذه هي الحالة فيكثف الملون من جديد بواسطة المكثف ويغسل بالماء الساخن ويتم التخلص من المكثف كما هو مبين أعلاه.

7.8 الإثبات

يتم إثبات هوية الملونات بواسطة عملية الاستشراف (كروماتوغرافيا) للمركز (2.6.8) عندما تمزج المحاليل المرجعية للملونات المعروفة بالكروماتوغرام الأول.

في حالة الشك، يعزل الملون من الصفيحة بمحلول معتدل (ماء أو الإيثانول أو محلول أسيتات الأمونيوم 0.2 غ/ل) وحمض (حمض الكلور هيدريك 0.1 مول/ل) ومحلول أساسي (محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 مول/ل) وتقارن أطيف امتصاص الملون بالمعيار. يرجع إلى أطيف امتصاص العوامل الملونة المذكورة في (1).

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التجارة

المديرية العامة للرقابة الاقتصادية
و قمع الغش

مديرية مخابر التجارب
و تحاليل الجودة

المناهج الرسمية للتحاليل الفيزيوكيميائية المتعلقة

بالمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي



الفهرس

01	1. قرار مؤرخ في 29 مايو سنة 2011، يجعل منهج تحضير العينة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 64 - 2011)
03	2. قرار مؤرخ في 29 مايو سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر التصبين للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 64 - 2011)
05	3. قرار مؤرخ في 29 مايو سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر البيروكسيد للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 64 - 2011)
10	4. قرار مؤرخ في 27 يونيو سنة 2011، يجعل منهج تحديد نسبة الماء و المواد المتطايرة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 65 - 2012)
13	5. قرار مؤرخ في 27 يونيو سنة 2011، يجعل منهج تحديد نسبة الملوثات غير القابلة للذوبان في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 65 - 2012)
15	6. قرار مؤرخ في 27 يونيو سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر إنكسار الضوء للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 65 - 2012)
19	7. قرار مؤرخ في 3 غشت سنة 2011، يجعل منهج تحديد كمية كلوريد الصوديوم في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 66 - 2012)
21	8. قرار مؤرخ في 3 غشت سنة 2011، يجعل منهج الكشف السريع عن وجود مضاد أكسجين واحد في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 66 - 2012)
23	9. قرار مؤرخ في 3 غشت سنة 2011، يجعل منهج تحديد الكثافة النسبية في 20 °م للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 66 - 2012)
25	10. قرار مؤرخ في 21 غشت سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر الحمض و الحموضة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 68 - 2012)
30	11. قرار مؤرخ في 21 غشت سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر اليود للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا. (ج ر عدد 09 - 2013)

قرار مؤرخ في 26 جمادى الثانية عام 1432 الموافق 29 مايو سنة 2011، يجعل منهج تحضير العينة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية للزبدة و كفيات وضعها للاستهلاك،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحضير العينة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحضير العينة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار. كما 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 26 جمادى الثانية عام 1432 الموافق 29 مايو سنة 2011.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحضير العينة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي

1. المبدأ :

مجانسة المادة الدسمة عن طريق الرّجّ، تجعل سائلة عن طريق التسخين في درجة حرارة مناسبة إذا اقتضى الأمر. وإذا دعت الضرورة تفصل المواد غير القابلة للذوبان عن طريق الترشيح والتخلص من الماء بالتجفيف بواسطة سلفات الصوديوم المجفف.

2. الكواشف

سلفات الصوديوم المجفف

3. التجهيزات

1. 3. مجفف ذو تسخين كهربائي، معدل.

2. 3. قمع الترشيح، مزود بتسخين،

4. طريقة العمل

1. 4. المجانسة والترشيح

1. 1. 4. عينة سائلة، شفافة وبدون ترسبات

جعل عينة المخبر أكثر مجانسة ممكنة عن طريق رج الإناء وهو مغلق.

2. 1. 4. عينة سائلة، مكبرة أو تحتوي على ترسبات

1. 2. 1. 4 من أجل تحديد نسبة أي نوع من الملوثات المتطايرة و/أو غير القابلة للذوبان، يرج الإناء الذي يحتوي على العينة للمخبر بقوة إلى غاية انفصال كل الترسيبات عن جدران الإناء وتوزعها بانتظام في الزيت. التحقق من عدم بقاء الترسيبات على جدران الإناء. في حالة بقاءها، تفصل كلياً (يفتح الإناء إذا اقتضى الأمر) وتدمج بعناية مع كل الزيت.

2. 2. 1. 4. لأي تحديدات أخرى، يدخل الإناء الذي

يحتوي على العينة للمخبر في المجفف (1. 3) مضبوطاً في 50° م ويترك حتى تبلغ درجة حرارة العينة درجة

حرارة المجفف ونواصل كما هو موضح في (1. 1. 4). في حالة ما إذا بقي الخليط غير شفاف بعد التسخين والرج، يرشح الزيت بالعمل داخل المجفف مضبوط في درجة حرارة 50° م أو بواسطة قمع الترشيح مزود بتسخين (2. 3). تجنب البقاء في المجفف أطول من اللازم بطريقة تجنب كل تغيير في المواد الدسمة بالأكسدة أو بلمرة (تكتيف). يجب أن تكون الرشاحة المتحصل عليها شفافة.

3. 1. 4. عينة كثيفة

1. 3. 1. 4. لأي تحديد نسبة أي نوع من الملوثات المتطايرة و/أو غير قابلة للذوبان، وإجراء التحديدات المتعلقة بحالة أكسدة المواد الدسمة، تسخن العينة للمخبر بحذر حتى تصبح سائلة وخلطها بقوة حتى تصبح أكثر مجانسة ممكنة.

2. 3. 1. 4. لأي تحديدات أخرى، تذوب العينة للمخبر بتركها في المجفف (1. 3) مضبوطاً في درجة حرارة أعلى بـ 10° م من درجة حرارة انصهار المادة الدسمة المعنية. في حالة ما إذا أصبحت العينة شفافة كلياً بعد التسخين، نقوم بما هو مبين في (1. 1. 4). إذا كانت عكرة أو تحتوي على ترسب، ترشح في درجة الحرارة المقررة والعمل داخل المجفف أو بواسطة قمع الترشيح المزود بتسخين (2. 3).

يجب أن تكون الرشاحة المتحصل عليها شفافة كلياً.

2. 4. التجفيف

في حالة بقاء الماء في العينة المجانسة، (خاصة في حالة الزيوت الحامضة، الأحماض الدسمة للمواد الدسمة الكثيفة) يجب من أجل التحديدات التي تتأثر نتائجها بوجود الماء (مؤشر اليود مثلاً) أن تجفف مسبقاً بأخذ كل الاحتياطات اللازمة من أجل تجنب أكسدتها.

من أجل ذلك، تترك العينة أقل وقت ممكن في المجفف (1. 3) مضبوط في درجة حرارة أعلى بـ 10° م على الأقل من درجة حرارة الانصهار ومن المستحسن تحت الأوزوت جزء من العينة المجانسة (1. 1. 4)، (1. 4. 2) أو (3. 1. 4) (حسب الحالة)، بعد إضافة سلفات الصوديوم المجفف بمقدار 1 إلى 2 غ لـ 10 غ من المادة الدسمة.

يجب عدم التجفيف في درجة حرارة 50° م.

ملاحظة :

يفقد سلفات الصوديوم خاصيته كعامل مجفف في درجة حرارة تتعدى 32,4° م. يمكن أن يكون إذن التجفيف

الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل والمتمّم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد مؤشر التصبين للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد مؤشر التصبين للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار.

كما 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 26 جمادى الثانية عام 1432 الموافق 29 مايو سنة 2011.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج تحديد مؤشر التصبين للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي

يحدد هذا المنهج تقنية لتحديد مؤشر التصبين للأجسام الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي. مؤشر التصبين هو ميزة الأحماض الدسمة الحرة والمؤسّرة الموجودة في العينة التي أجري عليها التحليل.

1 . المصطلحات والتعريف :

لتطلبات هذا المنهج، يطبق المصطلح والتعريف الآتي :

مؤشر التصبين : عدد الميليغرامات من هيدروكسيد البوتاسيوم اللازم لتصبين 1 غ من مادة دسمة في الشروط المعينة في هذا المنهج.

2 . المبدأ :

غليان ارتدادي لعينة مع حلول ايتانوليك لهيدروكسيد البوتاسيوم ثم معايرة فائض هيدروكسيد البوتاسيوم بواسطة محلول حمض الكلوريدريك المعير.

3 . الكواشف :

يستعمل فقط كواشف ذات نوعية معترف بها وماء مقطر أو ماء ذو نقاوة مكافئة على الأقل.

تحت ضغط منخفض ضروريا. بالنسبة للمواد الدسمة التي من الواجب تجفيفها في درجة حرارة أعلى من 50° م يجب أن تحلل في مذيب ثم تجفف.

ترج العينة المجففة بقوة مع سلفات الصوديوم المجفف ثم يرشح. إذا تجمدت المادة الدسمة مع برودها، نعمل داخل مجفف أو بواسطة قمع الترشيح مزود بتسخين (3 . 2) في درجة حرارة مناسبة التي يجب ألا تتعدى 50° م.

5 . الحفظ : يجب حفظ العينات في ظروف مناسبة بالأخذ بعين الاعتبار طبيعة كل عينة معنية والتجارب المراد إجراؤها.



قرار مؤرخ في 26 جمادى الثانية عام 1432 الموافق 29 مايو سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر التصبين للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 – 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 والمتمّم،

– 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 والمتعلق بتقييم المطابقة،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالموصفات التقنية للزبدة و كفاءات وضعها للاستهلاك،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90 – 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410

4. 4 **قطارة زجاجية** سعتها 50 ملل، مدرج بـ 0,1 ملل أو قطارة زجاجية أوتوماتيكية.

4. 5 **ماصة**، سعتها 25 ملل أو **ماصة أوتوماتيكية**.

4. 6 **ميزان تحليل**

5. **أخذ العينة**

من المهم أن يستقبل المخبر عينة نموذجية، لم تتعرض للتلف أو التغير خلال النقل أو التخزين.

6. **تحضير العينة للتجربة**

تخلط العينات للتجربة وترشح بعناية إذا وجدت شوائب مرئية.

7. **طريقة العمل**

7. 1 **العينة المأخوذة للتجربة**

توزن، بتقريب 5 ملغ، حوالي 2 غ من العينة للتجربة (المادة 6) في حوجة مخروطية (4 . 1)

حددت العينة المأخوذة للتجربة بـ 2 غ على أساس مؤشر تصبين من 170 إلى 200. بالنسبة لمؤشرات تصبين أخرى، من الملائم تغيير الكتلة بطريقة يعدل فيها حوالي النصف من المحلول الايثانولي لهيدروكسيد البوتاسيوم. تبين التوصيات المتعلقة بكتلة العينة المأخوذة للتجربة في الجدول 1.

الجدول 1 : كتلة العينة المأخوذة للتجربة

مؤشر التصبين المحتمل	كتلة العينة المأخوذة للتجربة
150 إلى 200	2,2 غ إلى 1,8 غ
200 إلى 250	1,7 غ إلى 1,4 غ
250 إلى 300	1,3 غ إلى 1,2 غ
أكبر من 300	من 1,1 غ إلى 1,0 غ

7. 2 **التحديد**

7. 2. 1 يضاف للعينة المأخوذة للتجربة، بواسطة الماصة (4 . 5)، 25 ملل من محلول إيثانولي لهيدروكسيد البوتاسيوم (3 . 1) وبعض المعدلات للغليان (3 . 5) يوصل المبرد الارتدادي (4 . 2) بالحوجة، توضع الحوجة فوق جهاز التسخين (4 . 3) وتترك للغليان ببطء لمدة 60 دقيقة مع الرج من حين إلى آخر،

3. 1 هيدروكسيد البوتاسيوم، محلول (KOH) c = 0,5 مول/ل في الايثانول لـ 95% (نسبة حجمية).

يجب أن يكون هذا المحلول غير ملون أو أصفر قشبي ويمكن الحصول على محلول ثابت وغير ملون حسب إحدى طرق العمل الآتية :

أ) - يغلى بارتداد 1 ل من الايثانول مع 8 غ من هيدروكسيد البوتاسيوم و 5 غ من قطع الألمنيوم لمدة ساعة واحدة، ثم يقطر هذا المستحضر فوراً. تذوب في المحلول المقطر، كمية هيدروكسيد البوتاسيوم المطلوبة (35 غ بالتقريب). ويترك للاستراحة لعدة أيام، ثم يصفى السائل الفاتح اللون الذي يطفو في قارورة زجاجية داكنة لفصله من كربونات البوتاسيوم المترسبة.

ب) - يضاف 4 غ من ثلاثي بيتو أكسيد الألمنيوم إلى 1 لتر من الإيثانول ويترك الخليط للاستراحة لعدة أيام.

يصفى السائل الذي يطفو وتذوب في هذا السائل الكمية المطلوبة من هيدروكسيد البوتاسيوم. ويترك للاستراحة لمدة أيام ثم يصفى السائل الفاتح الذي يطفو في قارورة زجاجية داكنة لفصله من كربونات البوتاسيوم المترسبة.

3. 2 **حمض الكلوريدريك**، محلول معيّر (HCL) c = 0,5 مول/ل

3. 3 **فينول فتالين**، محلول (p = 0,1 غ / 100 ملل) في الايثانول بنسبة 95% (نسبة حجمية).

3. 4 **أزرق الألكلين 6b**، محلول (p = 2,5 غ / 100 ملل) في الايثانول بنسبة 95% (نسبة حجمية).

3. 5 **معدلات الغليان**

4. **الأجهزة :**

أجهزة عادية للمخبر، خاصة ما يأتي :

4. 1 **حوجة مخروطية** سعتها 250 ملل من زجاج مقاوم للقلويات (alcalis) ذات عنق مروض.

4. 2 **مبرد ارتدادي** ذو صقل زجاجي متكيف مع الحوجة المخروطية (4 . 1).

4. 3 **جهاز تسخين** (على سبيل المثال حمام مائي، صفيحة كهربائية للتسخين، أو كل جهاز آخر مناسب للتسخين).

عدم استعمال شعلة نار مكشوفة.

10 . قابلية إعادة التجربة :

يجب أن لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتين لتجربتين منفردتين، المتحصل عليهما بواسطة نفس المنهج على مادة مماثلة خاضعة للتجربة في مخابر مختلفة من طرف محللين مختلفين باستعمال تجهيزات مختلفة، حد قابلية التجربة بين المخابر إلا في 5% من الحالات وما فوق.



قرار مؤرخ في 26 جمادى الثانية عام 1432 الموافق 29 مايو سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر البيروكسيد للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية للزبدة و كيفيات وضعها للاستهلاك،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد مؤشر البيروكسيد للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

ما عدا بالنسبة للأجسام الدسمة ذات نقطة انصهار عالية، صعوبة التصبين والتي يجب أن تكون مدة انصهارها ساعتين (2).

2 . 2 . 7 يضاف إلى المحلول الساخن، من 0,5 إلى 1 ملل من محلول فينول فتاليين (3 . 3) ويعاير بحمض الكلوريدريك (3 . 2) إلى غاية اختفاء اللون الوردي للمؤشر. إذا كان المحلول ملونا جدا، يستعمل 0,5 ملل إلى 1 ملل من محلول أزرق الألكلين (6b) (3 . 4).

3 . 7 التجربة على بياض

تجري تجربة على بياض باتخاذ نفس طريقة العمل كما هو الحال في (7 . 2)، باستعمال كذلك 25,0 ملل من المحلول الإيتانولي لهيدروكسيد البوتاسيوم (3 . 1) لكن بإهمال العينة المأخوذة للتجربة.

8 . التعبير من النتائج :

يساوي مؤشر التصبين إلى :

$$ع ت = \frac{(ح - 0ح) \times 56,1}{ك}$$

حيث :

ح0 : هو الحجم المقدر بالليلترات لحمض الكلوريدريك (3 . 2) المستعمل للتجربة على بياض،

ح1 : هو الحجم المقدر بالليلترات لحمض الكلوريدريك (3 . 2) المستعمل للتحديد،

ت : هو التركيز الدقيق لحمض الكلوريدريك (2,3)،

ك : هي الكتلة بالغرامات للعينة المأخوذة للتجربة (1 . 7)،

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للتحديد، إذا توفرت شروط التكرارية (9 . 2)،

تعطى النتيجة على شكل عدد طبيعي.

9 . التكرارية :

يجب أن لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتين منفردتين، منفصلتين، المتحصل عليهما بواسطة نفس المنهج على مادة مماثلة في نفس المخبر من طرف نفس المحلل باستعمال نفس التجهيزات في مجال زمني قصير، حد التكرارية إلا في 5% من الحالات وما فوق.

بالعين المجردة اليود المحرر من البيروكسيدات، بواسطة كاشف النشاء والمحلول المرجعي من ثيو سولفات الصوديوم. وتحدد نهاية المعايرة بالعين المجردة.

3 . الكواشف :

ما عدا تعليمات مخالفة، تستعمل فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها. يجب أن تكون جميع الكواشف خالية من الأكسجين المذاب.

3 . 1 ماء، منزوع الأملاح المعدنية، مغلى ومبرد في 20° م.

3 . 2 حمض الأستيك البارد، جزء كتلي، 100%، منزوع الغاز في وعاء ذي موجات فوق صوتية تحت الفراغ أو ينقى تحت تيار من الغاز العاطل نقي وجاف (ثاني أكسيد الكربون أو الأزوت).

3 . 3 إيزو - أوكتان، منزوع الغاز في وعاء ذي موجات فوق صوتية تحت فراغ أو ينقى تحت تيار غازي عاطل، نقي وجاف (ثاني أكسيد الكربون والأزوت).

3 . 4 خليط حمض الأستيك البارد / إيزو أكتان، يحضر بخلط 60 ملل من حمض الأستيك البارد و 40 ملل من إيزو أو كتان (جزء حجمي لحمض الأستيك البارد كثافته $p = 60$ ملل / 100 مل، جزء حجمي لإيزو - أوكتان كثافته $p = 40$ ملل / 100 مل).

ينزع الغاز من الخليط في وعاء ذو موجات فوق صوتية في الفراغ أو ينقى تحت تيار من الغاز العاطل النقي والجاف (ثاني أكسيد الكربون أو الأزوت).

3 . 5 إيدور البوتاسيوم، خال من اليود واليودات.

3 . 6 محلول إيدور البوتاسيوم المشبع، التركيز الكتلي = 175 غ / 100 ملل. يذوب حوالي 14 غ من إيدور البوتاسيوم في حوالي 8 غ من الماء الموضوع للغليان حديثا والمعاد إلى درجة حرارة المحيط.

الحرص على تثبيت المحلول في الحالة المشبعة (بلورات غير مذابة). يحفظ المحلول بعيدا عن الضوء ويحضر محلولاً جديداً كل يوم. يراقب المحلول بالتجربة التالية : يضاف قطرتين من محلول النشاء إلى 0,5 ملل من إيدور البوتاسيوم في 30 ملل من محلول حمض الأستيك البارد / إيزو - أوكتان. إذا كان تشكل اللون الأزرق يستلزم أكثر من قطرة واحدة من المحلول المرجعي لثيو سولفات الصوديوم 0,1 مول / ل، يستبعد محلول إيدور البوتاسيوم.

المادة 2 : من أجل تحديد مؤشر البيروكسيد للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 26 جمادى الثانية عام 1432 الموافق 29 مايو سنة 2011.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد مؤشر البيروكسيد للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي
(تحديد بنقطة وقف إيودومتري)

1 . التعريف والمصطلحات :

لتطلبات هذا المنهج، يطبق المصطلح والتعريف التاليان :

مؤشر البيروكسيد (IP)

هو كمية المواد في العينة، يعبر عنه بكمية الأكسجين النشط الذي يؤكسد إيودور البوتاسيوم في الشروط المحددة في هذا المنهج.

ملاحظة

يعبر عن مؤشر البيروكسيد عموماً بالجزء من الألف المعادل للأكسجين النشط في الكيلوغرام من الزيت، لكن يمكن كذلك أن نعبر عنه في نظام الوحدة الدولية بالميليمول من الأكسجين النشط في الكيلوغرام من الزيت. تمثل القيمة بالميليمول من الأكسجين النشط في الكيلوغرام نصف القيمة المعبر عنها بالجزء من الألف المعادل للأكسجين النشط في الكيلوغرام. مؤشر البيروكسيد (بجزء من الألف المعادل للأكسجين النشط في الكيلوغرام) المضروب في الكتلة المكافئة للأكسجين النشط (تساوي 8) يساوي كمية الأكسجين بالميليجرامات في كيلوغرام من الزيت.

2 . المبدأ :

تذوب عينة التجربة في إيزو أوكتان وحمض الأستيك البارد، ثم يضاف إيودور البوتاسيوم. يحدد

7.3 المحلول المرجعي لثيوسولفات الصوديوم

نظاميته 0,1

($Na_2S_2O_3$) $c = 0,1$ مول/ل.

من أجل تحضير هذا المحلول، يستعمل فقط الماء الموضوع حديثا للغليان، ينقى بالأزوت إذا كان ممكنا. يمكن استعمال هذا المحلول لمدة شهرا واحدا ويحفظ في قارورة زجاجية داكنة.

8.3 محلول مرجعي من ثيوسولفات الصوديوم

0,01 ن

($Na_2S_2O_3$) $c = 0,01$ مول/ل (2 . 7).

يجب تحضير هذا المحلول حديثا انطلاقا من المحلول المرجعي لـ 0,1 مول/ل من ثيوسولفات الصوديوم المخضر مسبقا، أو يحدد عياره كل يوم. تبين التجربة بأن الاستقرار محدود وله علاقة مع قيمة العامل الهيدروجيني (PH) وكمية ثاني أكسيد الكربون الحر. يستعمل فقط الماء الموضوع حديثا للغليان وينقى بالأزوت إذا كان ممكنا.

9.3 محلول النشاء، التركيز الكلي = 1 غ /

100 ملل.

يخلط 0,5 غ من النشاء في كمية قليلة من الماء البارد. يضاف هذا الخليط إلى 50 ملل من الماء المغلي مع التحريك، يترك ليغلي بضع ثوان ثم يترك مباشرة ليبرد.

يجب تحضير محلول جديد كل يوم.

وينصح استعمال نشاء البطاطا بالنسبة لقياس اليود بما أنه يسمح بالحصول على أزرق داكن جدا. يمكن استعمال كواشف مكافئة.

10.3 معيار ايودور البوتاسيوم (KIO_3)، مادة

مرجعية.

11.3 حمض الكلوريدريك (HCL) $c = 4$ مول/ل.

4. التجهيزات

التجهيزات العادية للمخبر خاصة ما يلي :

1.4 أرلن ماير، سعته 250 ملل، ذو عنق مصقول

مزود بسدادة زجاجية مصقولة.

2.4 قنينة، سعته 10 ملل أو 25 ملل، مدرجة كل

0,05 ملل على الأقل وتكون من الأفضل تجهزة بنظام

وضع الصفر أوتوماتيكيا.

3.4 وحدة المعايرة يدويا أو أوتوماتيكيا، سعته،

20 ملل ذات تحديد تلقائي يقدر على الأقل بـ 10 ميكرو

لتر وبتدقيق $\pm 0,15\%$ (على سبيل المثال قنينة

بمكبس).

4.4 ماصات، ذات 0,5 ملل، 1 ملل، 10 ملل (أو

ماصات أوتوماتيكية).

4.5 مخبر مدرج، سعته 50 ملل و 100 ملل،

4.6 ميزان تحليلي، القراءة بتقريب 0,001 غ،

7.4 رجاج مغناطيسي، مجهز بقضيب ممغنط

طوله (2,5 سم) و صفحة التسخين.

4.8 حوالة مدرجة، ذات 1000 ملل.

4.9 حوالة مدرجة، ذات 250 ملل.

4.10 حوالة مدرجة، ذات 500 ملل.

4.11 فرن ذو موجات صغيرة جدا (micro-onde)،

يمكن استعمال فرن ذو موجات صغيرة جدا لإذابة العينات الصلبة سريعا وبسهولة. لا يحدث استعمال فرن ذو موجات صغيرة جدا ارتفاع مؤشر البيروكسيد في حالة استعماله بحذر وبطريقة صحيحة. يجب أن تراقب الظروف المكيفة بتجارب مسبقة.

5. اقتطاع العينات

يجب أن تكون العينة قد أرسلت إلى المخبر، يشترط أن تكون العينة غير فاسدة وغير متغيرة أثناء النقل أو التخزين.

6. تحضير العينة للتجربة

يجب أن تعطى الأولوية لاقتطاع عينة التجربة من أجل تحديد مؤشر البيروكسيد الذي يجب تحديده في الحين.

من الأفضل مجانسة العينة بدون تسخين وبعيدا عن الهواء. ويجب تجنب أشعة الشمس المباشرة. تسخن بحذر العينات الصلبة في 10° م فوق نقطة انصهارها. يجب ترشيح العينات التي تحتوي على ملوثات مرئية.

بالنسبة لبعض المنتجات، يمكن أن تكون الكمية المستخلصة من الجسم الدسم أو الزيت أصغر من 5 غ حيث أن مؤشر البيروكسيد يكون أكثر من 30 جزء من الألف المعادل من الأكسجين النشط في الكيلوغرام. في هاته الحالات، يستحب أن يختار المستعمل عينة صغيرة جدا للتجربة.

7. طريقة العمل

1.7 عموميات

تتبع جميع المراحل في ضوء النهار المنتشر أو الضوء الاصطناعي. تجنب كل تعرض مباشر إلى أشعة الشمس. الحرص على أن تكون جميع الأوعية خالية من المركبات المؤكسدة والمرجعة.

ك $\text{KIO}_3 \times 6 \times 1000 \times \text{PKIO}_3$
ت STAND =

ك $\text{KIO}_3 \times 2 \times \text{ح} \times 3 \times \text{ت} \times 100 \times \text{thio}$

حيث :

ك KIO_3 : هي كتلة إيدوات البوتاسيوم
بالغرامات.

6 : الكتلة المعادلة للمعيار (1 مول من ك $\text{KIO}_3 = 3$
مول من I_2).

ح 1 : حجم محلول إيدوات البوتاسيوم المستعمل
لتحديد العيار (5 ملل أو 10 ملل).

ح 2 : الحجم الكلي من محلول إيدوات البوتاسيوم،
بالملييلترات (250 ملل أو 500 ملل).

ح 3 : حجم المحلول المعياري لثيوسولفات الصوديوم
0,01 ن المستعمل لتحديد بالملييلترات.

PKIO_3 = التركيز الكتلي لأيدوات البوتاسيوم
بالغرامات لـ 100 غ.

ك KIO_3 : الكتلة المولية لأيدوات البوتاسيوم (214
غ / مول).

ت THIO = تركيز المحلول المرجعي لثيوسولفات
الصوديوم 0,01 ن بالمولات في اللتر (= 0,01).

3 . 7 تحديد مؤشر البيروكسيد

3 . 7 . 1 ينقى بعناية الأزلن ماير (4 . 1) المنظف
مسبقا بعناية بتيار من الأزوت أو ثاني أكسيد
الكربون : يوزن بتقريب 1 ملغ.

أ) العينة المأخوذة للتجربة لـ $0,1 \pm 5,0$ غ بالنسبة
لمؤشرات البيروكسيد المتوقعة بين 1 و 30، أو

ب) العينة المأخوذة للتجربة لـ $0,1 \pm 10,0$ غ
بالنسبة لمؤشرات البيروكسيد المتوقعة بين 0 و 1.

يغسل الأزلن ماير قبل الاستعمال بمحلول حمض
الأستيك البارد / إيزو - أوكتان (3 . 4) لكي لا يحتوي
على أي مادة مؤكسدة أو مرجعة.

3 . 7 . 2 تذوب العينة المأخوذة للتجربة في
50 ملل من محلول حمض الأستيك البارد / إيزو -
أوكتان مع التحريك بلطف.

بالنسبة للمواد الدسمة ذات نقطة انصهار عالية
(الدسم الصلبة والحيوانية)، يضاف بعناية 20 ملل من
إيزو - أوكتان (3 . 3) إلى الدسم المذابة مع التحريك

تحفظ المحاليل المرجعية من ثيوسولفات الصوديوم
في قارورات زجاجية داكنة.

7 . 2 تخضير وتحديد المحلول المرجعي لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن

7 . 2 . 1 تخضير المحلول المرجعي لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن

يسكب 100 ملل من المحلول المعياري لثيوسولفات
الصوديوم 0,1 ن (3 . 7) في حوجلة مدرجة سعتها 1000
ملل (4 . 8) بواسطة ماصة (4 . 4). يكمل الحجم بالماء
الموضوع حديثا للغليان (3 . 1) حتى خط التدرج بعد
عملية المجانسة، يسكب المحلول المعياري من ثيوسولفات
الصوديوم 0,01 ن المتحصل عليه في قنينة زجاجية
داكنة.

يحضر كل يوم محلول معياري حديث من
ثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن انطلاقا من المحلول
المعياري لثيوسولفات الصوديوم 0,1 ن المحضر مسبقا
أو يحدد المعايير. تبين التجربة أن الاستقرار محدود
وله علاقة مع قيمة العامل الهيدروجيني (PH) وكمية
ثاني أكسيد الكربون الحر. يستعمل فقط الماء
الموضوع حديثا للغليان، ينقى بالأزوت إذا كان ممكنا.

7 . 2 . 2 تحديد عيار المحلول المعياري لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن (تحديد العامل)

يوزن بتقريب 0,001 ملغ، 0,27 غ إلى 0,33 غ من
إيدوات البوتاسيوم (KIO_3) في حوجلة مدرجة (250 ملل
أو 500 ملل) (4 . 9 أو 4 . 10)، ثم تملأ بالماء الموضوع
حديثا للغليان حتى خط التدرج (3 . 1)، ثم تبرد في
درجة حرارة المحيط.

تنقل بواسطة الماصة (4 . 4)، 5 ملل أو 10 ملل من
هذا المحلول من إيدوات البوتاسيوم إلى الأزلن ماير
سعته 250 ملل (4 . 1). يضاف 60 ملل من الماء الموضوع
حديثا للغليان، 5 ملل من HCL (4 مول/ل) (3 . 11)
و 25 ملغ إلى 50 ملغ من أيودور البوتاسيوم (3 . 5) أو
0,5 ملل من المحلول المشبع من البوتاسيوم (3 . 6).

يعاير هذا المحلول باستعمال طريقة قياس اليود
(مرئي) لتحديد عامل المحلول المرجعي لثيوسولفات
الصوديوم 0,01 ن (7 . 2 . 1).

يحسب التركيز الصحيح ت STAND للمحلول
المعياري لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن حسب المعادلة
التالية :

ح : حجم المحلول المعياري لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن المستعمل للتجربة على بياض بالملييلترات.
ت STAND : التركيز الصحيح لمحلول ثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن المحدد حسب 2.7 بالمول في اللتر.
ثio : التركيز المقرب لمحلول ثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن بالمولات في اللتر (= 0,01).
ك : كتلة العينة المأخوذة للتجربة بالغرامات.
يجب أن نُؤشر إلى نتائج التحديد بالتقريب العشري.



بلطف ثم يضاف مباشرة 30 ملل من حمض الأسيتيك البارد (3 . 2). إذا أقتضى الأمر تسخن العينة أيضا بعد التخفيف.

7 . 3 . 3 يضاف 0,5 ملل من المحلول المشبع من ايودور البوتاسيوم (3 . 6)، يسد الأرن ماير ثم يخطط برجاج مغنطيسي (4 . 7) مع تجنب تشكل دوامة كبيرة أو الرج باليد بدون دخول الهواء لمدة 60 ثانية بالضبط (استعمال جهاز قياس الزمن بتدقيق ± 1 ثانية).

7 . 3 . 4 تفتح الحوجلة المخروطية ويضاف مباشرة 100 ملل من الماء غير المعدن، تغسل السداة الزجاجية المصقولة وترج.

7 . 3 . 5 يعاير مباشرة اليود المحرر بمحلول معياري لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن (3 . 8) للانتقال من اللون الأصفر البرتقالي إلى الأصفر الباهت، يضاف إذن 0,5 ملل من محلول النشاء (3 . 9). مواصلة المعايرة للانتقال من اللون البنفسجي حتى غيابه. توقف المعايرة عند بدأ غياب لون المحلول لمدة 30 ثانية.

ملاحظة 1 : مرحلة المعايرة هي المرحلة الدنيا. يجب انتظار 15 إلى 30 ثانية لرؤية تغير اللون مع المحلول المرجعي لثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن (3 . 8).

ملاحظة 2 : يمكن إضافة محلول النشاء في بداية المعايرة بالنسبة لمؤشرات البيروكسيد الأقل من 1.

7 . 3 . 6 في المقابل، يجب استعمال حجم من محلول ثيوسولفات 0,01 ن أصغر أو يساوي 0,1 ملل في التجربة على بياض. إذا كانت التجربة على بياض تحتاج إلى حجم كبير، يعوض المحلول المشبع من إيودور البوتاسيوم لأنه يمكن أن يكون غير موافق.

8 . الحساب والتعبير من النتائج :

يحسب مؤشر البيروكسيد (IP) بجزء من الألف المعادل من الأكسجين النشط في كيلوغرام بواسطة الصيغة التالية :

$$IP = \frac{(C - 0,01) \times \text{thio} \times \text{ت STAND} \times 1000}{K}$$

حيث :

ح : هو حجم المحلول المعياري من ثيوسولفات الصوديوم 0,01 ن المستعمل لتحديد بالملييلترات.

قرارات، مقررات، آراء

- 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 والمتعلق بتقييم المطابقة،

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 25 رجب عام 1432 الموافق 27 يونيو سنة 2011، يجعل منهج تحديد نسبة الماء والمواد المتطايرة للمواد الدسمة ذات الاصل الحيواني والنباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

يطبق المنهج ب فقط على المواد الدسمة الغير الجففة ذات عامل الحموضة أصغر من 4. يجب أن لا تحلل زيوت اللوريك حسب هذا المنهج في أي حالة من الحالات.

2. التعريف :

نسبة الماء و المواد المتطايرة: هي فقد من كتلة المنتج يتعرض له هذا الأخير عند التسخين في 103° م ± 2 ° م في شروط هذا المنهج و نعبر عنها بالنسبة المئوية للكتلة.

3. المبدأ :

تسخن العينة المأخوذة للتجربة في 103° م ± 2 ° م إلى غاية إزالة الماء و المواد المتطايرة نهائيا وتحديد الكتلة المفقودة.

4. المنهج 1

1.4 التجهيزات :

أجهزة عادية للمخبر، لاسيما :

1.1.4 ميزان تحليلي.

2.1.4 وعاء التبخير من خزف أو زجاج، ذو جوف مسطح، يتراوح قطره من 80 إلى 90 ملم وعمقه حوالي 30 ملم.

3.1.4 مقياس درجة الحرارة، مدرج طول حواله 100 مم ومزود بخزان من الزئبق متين وغرفة ضغط في الجهة العلوية.

4.1.4 حمام رملي، أو صفيحة تسخين.

5.1.4 جهاز نازع للرطوبة، مزود بعامل مجفف.

2.4 طريقة العمل

1.2.4 تحضير العينة للتجربة :

تحضر العينة للتجربة طبقا للمنهج الرسمي.

2.2.4 العينة المأخوذة للتجربة :

توزن بتقريب 0,001 غ حوالي 20 غ من العينة (2.4.1) في وعاء التبخير (2.4.1.4) المجفف والموزون مسبقا مع مقياس درجة الحرارة.

3.2.4 التحديد :

يسخن وعاء التبخير الذي يحتوي على العينة المأخوذة للتجربة (2.4.2) فوق حمام رملي أو فوق صفيحة التسخين (4.1.4). ملاحظة درجة حرارة المنتج ذو حوالي 10° م / دقيقة حتى تصل إلى مايقرب 90° م وذلك بالتحريك المستمر بواسطة مقياس درجة الحرارة.

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالموصفات التقنية للزبدة و كفاءات وضعها للاستهلاك،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الماء و المواد المتطايرة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الماء و المواد المتطايرة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 25 رجب عام 1432 الموافق 27 يونيو سنة 2011.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج تحضير نسبة الماء و المواد المتطايرة للمواد الدسمة

ذات الأصل الحيواني و النباتي

1. منهج التحديد :

هناك منهجان للتحديد، عن طريق التجفيف، لنسبة الماء و المواد المتبخرة للمواد الدسمة ذات أصل حيواني أو نباتي و هما مابينان كمايلي :

- **المنهج أ،** استعمال حمام رملي أو صفيحة التسخين،

- **المنهج ب،** استعمال فرن التجفيف.

يطبق المنهج أ على كل المواد الدسمة.

3.2.5 التحديد :

يوضع الوعاء الذي يحتوي على العينة المأخوذة للتجربة (2.2.5) لمدة ساعة في جهاز التجفيف (3.1.5) المضبوط في 103°م. يترك ليبرد في الجهاز النازع للرطوبة (4.1.5) حتى يصل إلى درجة حرارة المحيط ويوزن بتقريب 0,001 غ.

تكرر عمليات التسخين، التبريد والوزن لكن بفترات متتالية في جهاز التجفيف لمدة 30 دقيقة لكل واحدة، حتى لا يتجاوز الفقد في الكتلة بين وزنين متتاليين 2 أو 4 ملغ، حسب كتلة العينة المأخوذة للتجربة.

ملاحظة :

يشير ارتفاع كتلة العينة المأخوذة للتجربة بعد تكرير التسخين إلى حدوث أكسدة ذاتية للمادة الدسمة. في هذه الحالة، تؤخذ لحساب النتيجة كتلة الحد الأدنى المتحصل عليها أو يستعمل من الأفضل المنهج أ.

4.2.5 عدد التحديدات :

يجرى تحديدان على العينات المأخوذة للتجربة المقطعة من نفس العينة للتجربة (1.2.5).

6 . التعبير على النتائج :

يعبر عن نسبة الماء والمواد المتبخرة، بنسبة مئوية للكتلة وتساهي :

$$\frac{K_1 - K_2}{100 \times K_1} \times 100$$

حيث :

K_0 : هي الكتلة بالغرامات، لوعاء التبخير (2.1.4) ومقياس درجة الحرارة (3.1.4) أو للوعاء الزجاجي (2.1.5).

K_1 : هي الكتلة بالغرامات، لوعاء التبخير ومقياس درجة الحرارة والعينة المأخوذة للتجربة (2.2.4)، أو للوعاء والعينة المأخوذة للتجربة (2.2.5) قبل التسخين.

K_2 : هي الكتلة بالغرامات، لوعاء التبخير ومقياس درجة الحرارة والراسب (3.2.4)، أو للوعاء الراسب (3.2.5) بعد التسخين.

ملاحظة : في حالة المنهج ب، يعوض وعاء التبخير (2.1.4) بالوعاء الزجاجي (2.1.5).

تخفيض سرعة ارتفاع درجة الحرارة بملاحظة سرعة انبعاث فقاعات البخار التي تتحرر من قاع وعاء التبخير وتترك درجة الحرارة ترتفع حتى تصل إلى 103°م ± 2°م. عدم تجاوز 105°م. يستمر التحريك بكشط قاع وعاء التبخير إلى حين انقطاع أي انبعاث للفقاعات.

للتأكد من أن كل الماء قد تبخر، يكرر التسخين عدة مرات في درجة حرارة 103°م ± 2°م وذلك للتبريد في درجة حرارة 95°م بين مراحل التسخين.

يترك بعد ذلك وعاء التبخير ليبرد مع مقياس درجة الحرارة في الجهاز نازع للرطوبة (5.1.4) حتى تصل إلى درجة حرارة المحيط ويوزن بتقريب 0,001 غ. تكرر هذه العمليات حتى لا يتجاوز الفرق بين نتائج وزنين متتاليين 2 ملغ.

4.2.4 عدد التحديدات :

يجرى تحديدان على عينات مأخوذة للتجربة مقطعة من نفس العينة للتجربة (1.2.4).

5 . المنهج ب**1.5 التجهيزات :**

أجهزة عادية للمخبر.

1.1.5 ميزان تحليلي.

2.1.5 وعاء زجاجي، ذو قاعدة مسطحة، قطره حوالي 50 ملم وارتفاعه 30 ملم.

3.1.5 جهاز تجفيف ذو تسخين كهربائي، يمكن ضبطه في 103°م ± 2°م.

4.1.5 جهاز نازع للرطوبة، مزود بعامل مجفف فعال.

2.5 طريقة العمل**1.2.5 تحضير العينة للتجربة :**

تحضر العينة للتجربة طبقا للمنهج الرسمي.

2.2.5 العينة المأخوذة للتجربة :

توزن بتقريب 0,001 غ، حوالي 5 أو 10 غ من العينة للتجربة (1.2.5)، حسب النسبة المفترضة للماء والمواد المتطايرة، في الوعاء (2.1.5)، المجفف والموزون فارغا مسبقا.

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للتحديد إذا توفر شرط التكرارية (7).

تعطى النتائج بعددين بعد الفاصلة.

7. التكرارية :

يجب أن لا يتجاوز الفرق بين نتائج تحديدين أجرياً في آن واحد أو بسرعة الواحد تلو الآخر من طرف نفس المحلل، 0,05 غ من الماء و المواد المتبخرة لـ 100 غ من العينة.



قرار مؤرخ في 25 رجب عام 1432 الموافق 27 يونيو سنة 2011، يجعل منهج تحديد نسبة الملوثات غير القابلة للذوبان في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجبارياً.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 – 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية للزبدة و كفاءات وضعها للاستهلاك،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقاً 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 الملوثات غير القابلة للذوبان في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجبارياً.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الملوثات غير القابلة للذوبان في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 25 رجب عام 1432 الموافق 27 يونيو سنة 2011.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد نسبة الملوثات غير القابلة للذوبان في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي

1. التعريف :

نسبة الملوثات غير القابلة للذوبان :

كمية الغبار والمواد الغريبة الأخرى غير القابلة للذوبان في ن – هكزان أو إثير البترول، في الشروط المحددة في هذا المنهج.

يعبر عن نسبة الملوثات بالنسبة المئوية للكتلة.

تشمل هذه الملوثات، ملوثات ميكانيكية، مواد معدنية، هيدرات الكربون، مواد آزوتية، مختلف المواد الصمغية، صابونات الكالسيوم، الأحماض الدسمة المؤكسدة، لاكتون الأحماض الدسمة و (جزئياً) الصابونات القاعدية، هيدروكسيد الأحماض الدسمة والغليسيريد التابعة لها.

2. المبدأ :

معالجة العينة المأخوذة للتجربة بفائض من ن – هكزان أو إثير البترول ثم يرشح المحلول المتحصل عليه. تغسل المصفاة والراسب بواسطة نفس المذيب. يجفف في 103 ° م ± 2 ° م ثم وزن.

3 . الكواشف :

تستعمل فقط الكواشف ذات نوعية تحليلية معروفة.

3.1 ن- هكزان أو في حالة عدم توفره، إثير البترول ذو مجال التقطير بين 30° م و 60° م ومؤشر البروم أقل من 1.

لا يجب أن يكون الراسب عند التبخر التام بالنسبة للمذيبين، أكبر من 0,002 غ لـ 100 ملل.

3.2 kieselguhr، منقى، محروق، يفقد الكتلة بنسبة 0,2 %، في 900° م (حتى الاحمرار).

4 . التجهيزات :

الأجهزة المتداولة في المخبر، لا سيما :

4.1 ميزان تحليلي، دقيق $\pm 0,001$ غ بالتقريب.

4.2 مجفف بالتسخين الكهربائي، يمكن ضبطه في 103° م ± 2 ° م.

4.3 حوالة مخروطية، سعتها 250 ملل مزودة بسداة من زجاج دائرية.

4.4 جهاز تنشيف، مزود بعامل مجفف فعال.

4.5 ورق ترشيح بدون رماد (نسبة عليا من الرماد تقدر بـ 0,01 % من الكتلة)، مؤشر الحصر بـ 98 % بالكتلة، للجزئيات التي أبعادها أكبر من 2,5 ميكرومتر، أو مصفاة من الليف الزجاجي قطرها يعادل 120 مم، وكذلك وعاء معدني (من الأفضل ألنيوم) أو زجاجي مزود بغطاء ملائم (متغير في 6,4 لجميع المواد، ما عدا الزيوت الحامضة).

4.6 بؤرة مرشحة، من زجاج، نوعية P16 (فتحة المسامات من 10 إلى 16 ميكرومتر)، قطرها 40 مم وسعتها 50 ملل، وحوالة للترشيح (متغيرة في 4,5 تشمل المواد الحامضة).

4.7 جهاز تخمين، ذو تسخين كهربائي، يمكن أن يعمل في 103° م ± 2 ° م.

5 . اقتطاع العينة :

من الضروري أن يتلقى المخبر عينة ممثلة حقيقية، غير متلفة ولا متغيرة أثناء النقل والتخزين.

6 . تحضير العينة للتجربة :

يجري اقتطاع العينة في الشروط الملائمة.

7 . طريقة العمل :

1.7 العينة المأخوذة للتجربة :

توزن بتقريب 0,01 غ، حوالي 20 غ من العينة المأخوذة للتجربة في حوالة مخروطية (4.3).

2.7 التحديد :

7.2.1 يجفف إما ورق الترشيح، الوعاء وغطاؤه أو البؤرة المرشحة (4.6) في المجفف (4.2) مضبوط في 103° م. يترك ليبرد في جهاز التنشيف (4.4) ويوزن بتقريب 0,001 غ.

7.2.2 يضاف 200 ملل من ن - هكزان أو إثير البترول (3.1) في الحوالة التي تحتوي على العينة المأخوذة للتجربة (1.7) تغلق الحوالة وترج.

بالنسبة لزيت الخروع، يمكن زيادة كمية المذيب لكي تسهل العملية وقد يكون من الضروري استعمال حوالة سعتها أكبر.

تترك في درجة حرارة مقاربة لـ 20° م لمدة تقارب 30 ثانية.

7.2.3 ترشح فوق ورقة الترشيح موضوعة داخل قمع ملائم، أو فوق البؤرة المرشحة باستعمال، إذا اقتضى الأمر، امتصاص خفيف.

تغسل ورقة الترشيح أو البؤرة المرشحة بسكب كميات صغيرة من نفس المذيب كما في (7.2.2) لكن بالكمية اللازمة لكي تكون الرشاحة الأخيرة خالية من المواد الدسمة. يسخن المذيب، إذا اقتضى الأمر، حتى درجة حرارة قصوى بـ 60° م حتى تذوب جميع المواد الدسمة الصلبة فوق ورق الترشيح.

7.2.4 إذا استعملنا ورق الترشيح، ننزعه من القمع، ونضعه فوق الوعاء، يترك ليتبخر في الهواء الجزء الأكبر للمذيب الباقي فوق ورق الترشيح وينتهي التبخر في المجفف المضبوط في 103° م. يخرج من المجفف، يغلق الوعاء بغطائه : يترك يبرد في جهاز التنشيف (4.4) ويوزن بتقريب 0,001 غ.

ك2 : هي كتلة الوعاء وغطائه وورق الترشيح يحتوي على الراسب (7 . 2 . 1) أو بؤرة الترشيح والراسب (7 . 2 . 5) بالغرام.

تعطى النتيجة بعددين بعد الفاصلة.

9 . التكرارية :

لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتي تجربتين فرديتين مستقلتين، و المتحصل عليهما بواسطة نفس المنهج على مادة مماثلة خاضعة للتجربة بنفس التجهيزات في فاصل زمني قصير إلا في 5 % من الحالات على الأكثر قيمة 0,01 غ من الملوثات في 100 غ من عينة لا تحتوي على أكثر من 0,10 % (بالكتلة) من الملوثات غير القابلة للذوبان.

10 . إمادة التجربة :

لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتي تجربتين فرديتين، المتحصل عليهما بواسطة نفس المنهج على مادة مماثلة خاضعة للتجربة في عدة مخابر من طرف عدة محللين يستعملون تجهيزات مختلفة، إلا في 5 % من الحالات على الأكثر قيمة 0,06 غ من الملوثات في 100 غ من عينة لا تحتوي على أكثر من 0,10 % (بالكتلة) من الملوثات غير القابلة للذوبان.



قرار مؤرخ في 25 رجب عام 1432 الموافق 27 يونيو سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر انكسار الضوء للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

5.2.7 إذا استعملنا البؤرة المرشحة، يترك ليتبخر في الهواء الجزء الأكبر من المذيب الباقي فوق هذه الأخيرة و تنهى العملية في المجفف المضبوط في 103°م. يخرج من المجفف، يترك ليبرد في جهاز التنشيف (4.6) و يوزن بتقريب 0,001 غ.

6.2.7 إذا أردنا تحديد نسبة الملوثات العضوية، من الضروري استعمال ورق الترشيح بدون رماد، مجفف و موزون سابقا. في هذه الحالة، يجب أن يحرق ورق الترشيح الذي يحتوي على الملوثات غير القابلة للذوبان و يجب أن تطرح كتلة الرماد المتحصل عليها من كتلة الملوثات غير القابلة للذوبان.

يجب أن تحسب نسبة الملوثات العضوية، المعبر عنها بالنسبة المئوية للكتلة، بضرب فرق الكتلة في 100 / ك0، حيث ك0 هي كتلة العينة المأخوذة للتجربة بالغرام.

7.2.7 إذا قمنا بتحليل الزيوت الحامضة، نملأ بؤرة الترشيح بـ kieselguhr (2.3) كالتالي. نحضر مزيج بـ 2 غ من kieselguhr وحوالي 30 ملل من إثير البترول (1.3) في بيشر من زجاج سعته 100 ملل. يسكب المزيج في بؤرة الترشيح، تحت ضغط منخفض، للحصول على طبقة من kieselguhr فوق مصفاة من الزجاج.

تجفف بؤرة الترشيح الزجاجية المحضرة في المجفف (2.4) مضبوط في 103°م، لمدة ساعة. يترك ليبرد في جهاز التنشيف (4.4) و يوزن بتقريب 0,001 غ.

8 . التعبير من النتائج :

يعبر عن نسبة الملوثات غير القابلة للذوبان بالنسبة المئوية للكتلة، وتساوي :

$$w = \frac{K_2 - K_1}{K_0} \times 100$$

حيث :

ك0 : هي كتلة العينة المأخوذة للتجربة (1.7) بالغرام.

ك1 : هي كتلة الوعاء وغطائه وورق الترشيح أو بؤرة الترشيح (7 . 1) بالغرام.

يتغير مؤشر انكسار الضوء لمادة ما مع طول موجة الضوء الوارد و مع درجة الحرارة.

يرمز لمؤشر انكسار الضوء بـ n حيث أن n هي درجة الحرارة المثوية.

2. المبدأ :

قياس مؤشر انكسار الضوء للعينات السائلة بواسطة جهاز ملائم لقياس الانكسار في درجة حرارة ثابتة.

3. الكواشف :

3.1 α بروموناتالين، أو لورات الإثيل ذو جودة تتلاءم مع جهاز قياس مؤشر الانكسار و ذو مؤشر انكسار معروف.

$CH_3(CH_2)_4$ في $20^\circ C$ (نط 1,4119)

3.2 ثلاثي كلورو الإثيلان، أو مذيبات أخرى كالهكزان، إثير البترول أسيتون، تولوان، لتنظيف موشور جهاز قياس الانكسار.

4. التجهيزات :

الأجهزة المتداولة في المخبر، لا سيما :

4.1 جهاز قياس الانكسار، نوع ABBE مثلا، قابل لتحديد مؤشر الانكسار بتقريب $\pm 0,0001$ بين n ط = 1,3000 و n ط = 1,7000.

يجب أن يضبط جهاز قياس الانكسار بحيث يعطي للماء المقطر في درجة حرارة $20^\circ C$ مؤشر يقدر بـ 1,3330.

4.2 مصدر الضوء : مصباح ببخار الصوديوم.

يمكن استعمال الضوء الأبيض إذا كان جهاز قياس الانكسار مزودا بنظام تعويض لا صبغي.

صفحة زجاجية ذات مؤشر انكسار معروف.

4.3 حمام مائي : يمكن ضبطه في درجة الحرارة التي تجرى فيها القياسات (حالة العينات الصلبة).

5. اقتطاع العينة :

يجرى اقتطاع العينة في الشروط الملائمة.

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية للزبدة و كفاءات وضعها للاستهلاك،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد مؤشر انكسار الضوء للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد مؤشر انكسار الضوء للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 25 رجب عام 1432 الموافق 27 يونيو سنة 2011.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد مؤشر انكسار الضوء للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي

1. التعريف :

مؤشر انكسار الضوء لمادة ما هو نسبة سرعة الضوء في طول موجة محددة في الفراغ على سرعته في المادة.

تستعمل تطبيقا، سرعة الضوء في الهواء بدل سرعته في الفراغ و طول الموجة المختارة، باستثناء التعليمات، هي معدل خطوط الطيف ط للصوديوم (589,6 نانومتر).

6 . طريقة العمل :**1.6 تحضير العينة للتجربة :**

تحضر عينة التجربة طبقا للمنهج الرسمي.

يجب أن يحدد مؤشر الانكسار على المادة الدسمة مجففة كليا ومرشحة.

في حالة عينة صلبة، تنقل العينة المحضرة في وعاء مناسب ثم يوضع في حمام مائي (4 . 5) مضبوط في درجة حرارة التي تجرى فيها القياسات. تترك لوقت كاف حتى تستقر درجة حرارة العينة.

2.6 ضبط الجهاز :

التحقق من أن جهاز قياس الانكسار (4 . 1) مضبوط و ذلك بقياس مؤشر انكسار الصفيحة الزجاجية (4 . 3) طبقا لتعليمات الصانع أو بقياس مؤشر انكسار α بروموناقتالين أو لورات الإثيل (3 . 1).

3.6 التحديد :

يقاس مؤشر انكسار العينة في درجات الحرارة الآتية :

(أ) 20° م للمواد الدسمة السائلة كليا في هذه الدرجة من الحرارة،

(ب) 40° م للمواد الدسمة الذائبة كليا في هذه الدرجة من الحرارة،

(ج) 50° م للمواد الدسمة الذائبة كليا في هذه الدرجة من الحرارة و ليس في 40° م،

(د) 60° م للمواد الدسمة الذائبة كليا في هذه الدرجة من الحرارة و ليس في 50° م،

(هـ) 80° م أو أعلى للمواد الدسمة الأخرى المهدرجة كليا أو الشموع.

تثبت درجة حرارة موشور جهاز قياس الانكسار في القيمة الثابتة اللازمة بواسطة جريان الماء الموفر من طرف الحمام المائي (4 . 4) مضبوط في 0,1° م تقريبا.

مراقبة درجة حرارة الماء الصادر من جهاز قياس الانكسار باستعمال مقياس درجة الحرارة ذي دقة ملائمة. مباشرة قبل القياس، ينزل الطرف المتحرك للموشور في وضع أفقي.

يمسح سطح الموشور في البداية بواسطة منشفة ناعمة، ثم بقطن مندوف مبلل ببعض قطرات من المحلل (3 . 2).

تجرى القياسات طبقا للتعليمات العملية للجهاز المستعمل.

قراءة مؤشر الانكسار بتقريب 0,0001 بالقيمة المطلقة وتسجل درجة حرارة موشور الجهاز.

مباشرة بعد القياسات، يمسح سطح الموشور بواسطة منشفة ناعمة ثم بقطن مندوف مبلل ببعض قطرات المحلل (3 . 2).

يقاس مؤشر الانكسار مرتين و يحسب المعدل الجبري للقياسات الثلاثة.

4.6 عدد التحديدات :

يجرى تحديدان على عينتين مقتطعتين للتجربة مأخوذتين من نفس عينة التجربة.

7 . التعبير من النتائج :**1.7 طريقة الحساب والصيغ :**

إذا كان الفرق بين درجة حرارة القياس d_1 ودرجة الحرارة المرجعية d أقل من 3° م، يعطي مؤشر الانكسار n في درجة الحرارة المرجعية بالصيغة الآتية :

$$أ) \text{ إذا كان } d_1 < d$$

$$n \text{ ط } d = n \text{ ط } d_1 + (d - d_1) \text{ ع}$$

$$ب) \text{ إذا كان } d_1 > d$$

$$n \text{ ط } d = n \text{ ط } d_1 + (d - d_1) \text{ ع}$$

حيث :

d_1 درجة حرارة القياس.

d درجة الحرارة المرجعية.

ع هو عامل التصحيح، مرتبط بدرجة الحرارة، يساوي 0,00035 لـ $d = 20^\circ \text{ م}$ ، للزيوت،

0,00036 لـ $d = 40^\circ \text{ م}$ ، $d = 50^\circ \text{ م}$ ، $d = 60^\circ \text{ م}$ للدهون الكثيفة و خليط الأحماض الدسمة.

0,00037 لـ $d = 80^\circ \text{ م}$ أو أعلى، للشموع.

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للقيم المتحصل عليها في التحديدات (5 . 4) إذا توفرت شروط التكرارية (6 . 2)،

تسجل النتيجة بتكميل العدد إلى أربعة أرقام بعد الفاصلة.

ملاحظة :

عند التعبير عن النتائج، يجب الأخذ بعين الاعتبار بأن وجود الأحماض الدسمة الحرة يخفف بشدة مؤشر الانكسار.

إذا كان مؤشر انكسار الحمض يساوي 2، تضاف 0,000045 لكل وحدة مؤشر الحمض.

2.7 التكرارية :

يجب أن لا يتعدى الفرق بين القيمتين المتحصل عليهما في التحديدين (4.5) المنجزين بسرعة الواحد تلو الآخر من طرف نفس المحلل 0,0002 وحدة مؤشر الانكسار و إلا تعاد التحديدات.



وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 3 رمضان عام 1432 الموافق 3 غشت سنة 2011، يجعل منهج تحديد كمية كلوريد الصوديوم في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالموصفات التقنية للزبدة و كيفيات وضعها للاستهلاك،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد كمية كلوريد الصوديوم في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد كمية كلوريد الصوديوم في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي ، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار .

2.5 تجربة على البياض

قيام بتجربة على بياض باستعمال نفس الكواشف في نفس النسب و بمتابعة نفس طريقة العمل المبينة في الفقرة (3.5) باستثناء العينة.

3.5 المعايير

توزن بتقريب 0,01غ، حوالي 5غ من العينة داخل أرلن ماير. يضاف بحذر 100 ملل من الماء المقطر المغلي.

يترك ليترتاح لمدة 5 إلى 10 دقائق، مع الرج من وقت إلى آخر، حتى تصل درجة حرارة الخليط من 50 إلى 55°م (رجة المعايير). يضاف 2 ملل من محلول كرومات البوتاسيوم (2.3).

تخلط مع الرج. و بمواصلة الرج، تعابر بمحلول نترات الفضة (1.3) حتى استمرار تغير اللون إلى أحمر أجوري لمدة ثلاثين ثانية (30 ثا).

6. التعبير من النتائج

تعطى كمية كلوريد الصوديوم (معبر عنها بالنسبة المئوية ك/ك : NaCl بالصيغة الآتية :

$$\frac{5,85 (C - 0C)}{0C}$$

حيث :

0C : هو الحجم، بالملييلتر، لمحلول نترات الفضة المستعمل في التجربة على البياض.

1C : هو الحجم، بالملييلتر، لمحلول نترات الفضة المستعمل في أخذ العينة.

ن : هي نظامية محلول نترات الفضة.

ك0 : هي الكتلة، بالغرام، المستعملة في أخذ عينة التجربة.

تكمل النتيجة إلى 0,01 % بالتقريب.

7. التكرارية

يجب أن لا يتجاوز الفرق بين نتائج تحديدين متقابلين (نتائج محصل عليها في نفس الوقت أو بصفة سريعة الواحدة تلوى الأخرى من طرف نفس المحلل)، 0,02غ من كلوريد الصوديوم في 100غ من المنتج.

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 3 رمضان عام 1432 الموافق 3 غشت سنة 2011.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد كمية كلوريد الصوديوم

في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي

1. الموضوع و مجال التطبيق

يطبق منهج تحديد كمية كلوريد الصوديوم على جميع أنواع المرغرين.

2. المبدأ

بعد إذابة المرغرين بإضافة الماء المغلي، يعابر كلوريد الخليط بمحلول معاير بنترات الفضة، بوجود كرومات البوتاسيوم ككاشف، حسب طريقة مور.

3. الكواشف

يجب أن تكون الكواشف المستعملة ذات نوعية تحليلية معترف بها.

1.3 محلول معاير بنترات الفضة، 0,1 نظامية.

2.3 محلول كرومات البوتاسيوم بـ 5 % (ك/ح) في الماء المقطر.

4. التجهيزات

1.4 ميزان تحليلي.

2.4 أرلن ماير، سعته 250 ملل.

3.4 أنبوب زجاجي مدرج بعشرملييلتر (10/1).

5. طريقة العمل

1.5 تحضير العينة

تلين العينة بتسخينها في حمام مائي داخل إناء مغلق في أقل درجة حرارة ممكنة حتى لا يتفكك المستحلب.

يرج الإناء المحتوي على العينة من حين إلى آخر أثناء مرحلة التلين لمزج العينة بإتقان.

ينزع الإناء من الحمام المائي ثم يرج بشدة لفترات متعددة إلى أن تبرد العينة و تأخذ صلابة قشدة كثيفة.

يمكن استعمال آلة رج ميكانيكية.

قرار مؤرخ في 3 رمضان عام 1432 الموافق 3 غشت سنة 2011، يجعل منهج الكشف السريع من وجود مضاد أكسيجين واحد في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية للزبدة و كيفيات وضعها للاستهلاك،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج الكشف السريع عن وجود مضاد أكسيجين واحد في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

المادة 2 : من أجل الكشف السريع عن وجود مضاد أكسيجين واحد في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 3 رمضان عام 1432 الموافق 3 غشت سنة 2011.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج الكشف السريع من وجود مضاد أكسيجين واحد في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي

1. التعريف :

يصف هذا المنهج التجريبي ثلاث تقنيات سريعة للكشف عن وجود أو غياب مضاد الأكسيجين في المواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي.

تطبق هذه التقنيات بالتوالي على :

البوتيل هيدروكسي أنيزول (BHA) بوتيل هيدروكسي تولوان (BHT)، الغالات. عند افتراض وجود مضاد أكسيجين واحد منها والمعروف مسبقا.

2 - منهج الكشف من البوتيل هيدروكسي أنيزول (BHA)

1.2 المبدأ :

بعد الذوبان المتوقع للعينة المقتطعة في الهكزان، يستخرج البوتيل هيدروكسي أنيزول (BHA) بواسطة محلول إثنانولي ويتكون مركب أزرق اللون مع ثنائي كلورو - 2، 6 خماسي بنزوكينون - 4 كلورو إيميد بوجود البوراكس.

2.2 الكواشف :

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية وأن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا أو ذا نقاوة مكافئة.

1.2.2 ن-هكزان.

2.2.2 إيثانول، محلول لـ 30 % (ح/ح).

3.2.2 ثنائي كلورو - 2، 6 خماسي بنزوكينون -

4 كلورو إيميد.

4.2.2 بوراكس (رباعي بورات الصوديوم)،

محلول بـ 20 غ/ل.

3.2 التجهيزات :

أنابيب الاختبار.

4.2 طريقة العمل :

1.4.2 العينة المأخوذة للتجربة

توزن بتقريب 0,5 غ في أنبوب اختبار (3,2)، 4 غ من عينة المادة الدسمة.

2.4.2 الكشف

إذا كانت المادة الدسمة كثيفة، تذوب العينة المقتطعة في 10 ملل من الهكزان (1.2.2)

يضاف 15 ملل من المحلول الإيثانولي (2.2.2)، ثم 2 ملل من محلول البوراكس (4.2.2) و بعض بلورات (بتقريب 0,05 غ) من ثنائي كلورو- 6.2 بنزوكينون - 4 كلوروإميد (3.2.2). يرج أنبوب الاختبار عدة مرات.

يتلون الطور المائي بالأزرق في مدة 10 دقائق تقريبا بوجود بوتيل هيدروكسي أنيزول (BHA).

5.2 حد الكشف :

يقارب حد الكشف 50 مغ/ كغ (جزء من المليون) من البوتيل هيدروكسي أنيزول (BHA).

3. منهج تحديد البوتيل هيدروكسي تولوان (BHT)

1.3 المبدأ :

يستخرج البوتيل هيدروكسي تولوان (BHT) بواسطة الأسيتونتريل النقي. يتكون مركب ذو لون وردي بوجود الديانيزيدين و نترت الصوديوم، الذي يستخرج بواسطة الكلوروفورم.

2.3 الكواشف :

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية و أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا أو ذا نوعية معادلة.

1.2.3 الكلوروفورم

2.2.3 أسيتونتريل

3.2.3 ديانيزيدين (ثنائي ميتوكسي-3,3، ثنائي أمينو-4، 4 ثنائي الفنيل)

يوزن 200 غ تقريبا من الديانيزيدين في حوالة مدرجة سعتها 100 ملل و يذوب في 40 ملل من الميثانول. تملأ بمحلول حمض الكلوريدريك إلى غاية خط التدرج.

يحفظ هذا المحلول لبضعة أيام بعيدا عن الضوء.

4.2.3 نترت الصوديوم، محلول لـ 3 غ/ل

5.2.3 مواد دسمة غير مؤكسدة

3.3 التجهيزات :

1.3.3 حوالات مخروطية سعتها 50 ملل مزودة بسدادات.

2.3.3 أنابيب الاختبار.

3.3.3 أنبوب اختبار سعته 10 ملل.

4.3 طريقة العمل :

1.4.3 العينة المأخوذة للتجربة :

توزن بتقريب 1 غ، في حوالة مخروطية سعتها 50 ملل

(1.3.3)، 10 غ من عينة المادة الدسمة.

2.4.3 الكشف :

يضاف إلى العينة المقتطعة، 5 ملل من الأسيتونتريل (2.2.3) بواسطة أنبوب الاختبار (3.3.3) تسد وترج بقوة. تترك لتترسب و تبرد.

يسكب السائل الذي يطفو في أنبوب الاختبار (2.3.3) ويضاف على التوالي 5 ملل من محلول الديانيزيدين (3.2.3) و 2 ملل من محلول نترت الصوديوم (4.2.3) ترج. يظهر لون برتقالي في جميع الحالات، حتى في غياب مضاد الأكسجين. يضاف إذن 2 ملل من الكلوروفورم (1.2.3) و ترج من جديد.

يكشف عن وجود البوتيل هيدروكسي تولوان (BHT) بظهور لون وردي شديد نوعا ما لطور الكلوروفورم الذي يجب مقارنته بالتجربة على البياض (3.4.3).

3.4.3 تجربة على بياض :

تقام تجربة على بياض في نفس شروط العمل لكن باستعمال مادة دسمة غير مؤكسدة (5.2.3) نلاحظ في بعض الأحيان ظهور لون طفيف، مما يجعل هذه التجربة ضرورية.

5.3 حد الكشف :

يقارب حد الكشف 10 مغ/ كغ (جزء من المليون) من بوتيل هيدروكسي تولوان (BHT).

4. منهج الكشف من الغالات :

1.4 المبدأ :

توضع العينة المأخوذة للتجربة في محلول الهكزان. يتكون مع الغالات مركب ذو لون وردي في وجود هيدروكسيد الأمونيوم المركز.

2.4 الكواشف :

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية و أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا أو ماء ذا نقاوة مكافئة.

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية للزبدة و كفاءات وضعها للاستهلاك،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد الكثافة النسبية في 20° م للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد الكثافة النسبية في 20° م للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 3 رمضان عام 1432 الموافق 3 غشت سنة 2011.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج تحديد الكثافة النسبية في 20° م

للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي

1. التعريف

تعتبر الكثافة النسبية في درجة حرارة 20° م، للزيت أو لمادة دسمة، حاصل الكتلة في الجو لحجم معين لهذا الزيت أو في درجة الحرارة د على نفس حجم الماء في 20° م، أجريت الأوزان بكتل مضبوطة بطريقة تسمح بإحداث توازن لأوزان الليتون في الهواء.

1.2.4 ن- هكزان

2.2.4 هيدروكسيد الأمونيوم المركز

3.4 التجهيزات :

حوجلة مخروطية سعتها 50 ملل.

4.4 طريقة العمل :

1.4.4 العينة المأخوذة للتجربة :

توزن بتقريب 0,5 غ في حوجلة مخروطية سعتها 50 ملل

(3.4) 5 غ من عينة المادة الدسمة.

2.4.4 الكشف :

تذوب العينة المقتطعة بواسطة 20 ملل من الهكزان (1.2.4).

يضاف 10 ملل من هيدروكسيد الأمونيوم المركز (2.2.4) وترج ببطء.

يتلون طور الأمونياك بلون وردي شديد نوعا ما في وجود الغالات. تقل شدة اللون كلما كانت الكتلة المولية للغالات أكبر.

5.4 حد الكشف :

يقارب حد الكشف 50 مغ/ كغ (جزء من المليون) من الغالات.



قرار مؤرخ في 3 رمضان عام 1432 الموافق 3 غشت سنة 2011، يجعل منهج تحديد الكثافة النسبية في 20° م للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

α هو معامل التمدد المكعبي للزجاج لدرجة حرارة معطاة و يساوي :

0.000 03 لزجاج عادي.

0.000 01 لزجاج البروسيليكات.

4. ملاحظة

مع التحفظ أن لا ينفصل السيتارين مطلقا عن الزيت أو الدسم في درجة حرارة مقربة إلى 20° م وأن كل من الزيت أو المادة الدسمة لا يحتوي على كمية مرئية من الرطوبة أو الملوثات، يمكن تحديد الكثافة النسبية في أي درجة حرارة متمركزة بين (5 ±) م°.

تحسب الكثافة النسبية في د° م انطلاقا من الرقم المتحصل عليه بإضافة إلى هذا الرقم 0.00069 لكل درجة مائوية بحيث تتعدى الحرارة الملحوظة 20° م أو بطرح 0.00069 لكل درجة مائوية بحيث الحرارة الملحوظة أقل من 20° م.

5. الكثافة النسبية لبعض الزيوت الغذائية

الكثافة النسبية

20° م / ماء 20° م

0.910 – 0.920	زيت الكولزا
0.918 – 0.923	زيت عباد الشمس
0.922 – 0.927	زيت الكرتام
0.919 – 0.925	زيت الصويا
0.914 – 0.917	زيت الفول السوداني
0.910 – 0.916	زيت الزيتون (خامة و نقية)
0.917 – 0.925	زيت الذرة
0.918 – 0.926	زيت القطن
0.915 – 0.925	زيت الجوجان

2. طريقة العمل

تعاير كما يلي، حوجلة ذات كثافة نسبية أو بكنومتر (سعتها 25 ملل على الأقل) :

تنظف و تجفف الحوجلة، ثم توزن، تملأ بماء مقطر مغلى حديثا و مبرد و تغطس في حمام مائي درجة حرارته 20° م حتى تصل إلى نفس درجة الحرارة.

إذا استعملنا حوجلة، توضع السداة بحيث يكون الأنبوب الدقيق مملوء تماما بالماء، ثم يثبت الكل في 20° م إلى غاية عدم وجود تغيير في الحجم. تمسح السداة. إذا استعملنا بكنومتر، يعدل خط مستوى السائل.

تنزع الحوجلة أو البكنومتر من الحمام، تنشف خارجيا، تترك لترتاح بعض الوقت ثم توزن.

تفرغ و تجفف الحوجلة أو البكنومتر. تملأ بالعينة من الزيت أو المادة الدسمة الموضوعة سابقا في درجة حرارة تقارب 20° م.

تثبت الحوجلة أو البكنومتر في حمام مضبوط في 20° م إلى أن تصل إلى نفس درجة الحرارة. إذا استعملنا حوجلة، توضع السداة بحيث يكون الأنبوب الدقيق مملوء تماما بالزيت أو بمادة دسمة ، ثم يحفظ الكل في درجة حرارة 20° م إلى غاية عدم وجود تغيير في الحجم.

تمسح السداة. إذا استعملنا بكنومتر، يعدل إلى الخط مستوى الزيت أو المادة الدسمة.

ينزع الجهاز من الحمام، يجفف خارجيا، يترك ليرتاح لمدة ثم يوزن. تجرى جميع الأوزان في الهواء بأثقال معدلة بطريقة تسمح بإحداث توازن لأوزان الليتون في الهواء.

3. الحساب و التعبير عن النتائج

تحسب الكثافة النسبية في د/20° م في الهواء

K_2

$$K_1 = [(1 + a) + (20 - d)]$$

حيث :

K_2 : كتلة الزيت أو المادة الدسمة، بالغرام، المستعملة للاختبار.

K_1 : كتلة الماء المستعمل في اختبار المعايرة.

d : درجة حرارة المحيط.

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 21 رمضان عام 1432 الموافق 21 غشت سنة 2011.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد مؤشر الحمض والحموضة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي

1. مجال التطبيق

يحدد هذا المنهج طريقتين بواسطة (جهاز قياس فرق الكمون وجهاز قياس المعايرة) لتحديد الأحماض الدسمة الحرة في المواد الدسمة ذات أصل حيواني ونباتي.

من المستحسن التعبير عن الأحماض بمؤشر الحموضة أو اختياريًا بالحموضة المحسوبة اصطلاحيا.

هذا المنهج مطبق على المواد الدسمة ذات أصل حيواني ونباتي ولكنها لا تطبق على الشموع.

2. تعريف

في إطار هذا المنهج، تطبق التعريفات التالية.

1.2 مؤشر الحموضة : عدد ميليغرامات هيدروكسيد البوتاسيوم اللازم لتعديل الأحماض الدسمة الحرة الموجودة في 1 غ من المادة الدسمة.

2.2 الحموضة : هي عبارة اصطلاحية للنسبة المئوية للأحماض الدسمة الحرة.

يمكن التعبير كذلك عن الحموضة حسب طبيعة المادة الدسمة، كما هو مبين في الجدول 1.

إذا كانت النتيجة تبين الحموضة فقط بدون تدقيق آخر فهو معبر عنها اصطلاحا بالنسبة المئوية لحمض الأوليك.

إذا كانت العينة تحتوي على أحماض معدنية، فيعتبر تحديدهم اصطلاحا كأحماض دسمة.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 21 رمضان عام 1432 الموافق 21 غشت سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر الحمض والحموضة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 – 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 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،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالموصفات التقنية للزبدة و كيفيات وضعها للاستهلاك،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد مؤشر الحمض والحموضة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد مؤشر الحمض والحموضة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني و النباتي، تلزم مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار.

الجدول 1

الكتلة المولية غ / مول	العبارة	طبيعة المادة الدسمة
200	حمض اللوريك	زيت الكوبرا، زيت البالميست والزيوت المشابهة
256	حمض البلمتيك	زيت البالم
338	حمض إيروسيك	زيوت بعض الصليبيات
282	حمض الأولييك	كل المواد الدسمة الأخرى

3. منهج المعايرة بواسطة جهاز قياس المعايرة

1.3 عموميّات

يتناسب هذا المنهج خاصة مع المواد الدسمة غير شديدة التلوين.

2.3 المبدأ

توضع العينة المأخوذة للتجربة في خليط من المذيبات، ثم تعاير الأحماض الدسمة الحرة الموجودة بواسطة محلول الإيثانوليك لهيدروكسيد البوتاسيوم.

3.3 الكواشف

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها وأن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا.

3.3.1 أكسيد ثنائي الإيثيل / إيثانول في 95 % (ح/ح) خليط 1 + 1 (ح/ح).

تنبيه :

أوكسيد ثنائي الإيثيليك شديد الالتهاب و يمكنه تشكيل بيروكسيدات متفجرة. يجب استعماله بأخذ احتياطات خاصة.

يعدل بالضبط أثناء الاستعمال بمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم (2.3.3) في وجود 0,3 ملل من محلول فينول فتالين (3.3.3) لـ 100 ملل من الخليط.

ملاحظة 1

في حالة عدم التمكن من استعمال أوكسيد ثنائي الإيثيليك، يمكن استعمال خليط من مذيبات مشكل من الإيثانول و التولوان. يمكن تعويض الإيثانول بالبروبانول - 2 إذا اقتضى الأمر.

محلول إيثانولي معاير (KOH) $c = 0,1$ مول / لتر، أو إن اقتضى الأمر (KOH) $c = 0,5$ مول / لتر،
يجب أن يكون التركيز الدقيق للمحلول الإيثانولي لهيدروكسيد البوتاسيوم معروفا، و التأكد منه قبل الاستعمال مباشرة. يستعمل المحلول المحضر 5 أيام قبل الاستعمال على الأقل و يرسب في قارورة زجاجية بنية و مغلقة بسدادة من المطاط.
يجب أن يكون المحلول عديم اللون أو ذا لون أصفر قشبي.

ملاحظة 2

يمكن تحضير محلول عديم اللون و ثابت من هيدروكسيد البوتاسيوم بالطريقة الآتية :

يغلى ويواصل الغليان بالتناوب (reflux) لمدة ساعة 1000 ملل من الإيثانول مع 8 غ من هيدروكسيد البوتاسيوم و 0,5 غ من قشاعة الأليمنيوم. يقطر مباشرة. يذوب في القطارة الكمية اللازمة من هيدروكسيد البوتاسيوم.

يترك ليرتاح عدة أيام و يرسب السائل الفاتح
الطافى لمرسب كربونات البوتاسيوم.

يمكن تحضير المحلول بدون تقطير بالطريقة التالية :

يُضاف لـ 1000 ملل من الإيثانول 4 ملل من بيوتيلات الألمنيوم و يترك الخليط ليرتاح بضعة أيام.

يصفى السائل الطافي و تذوب فيه الكمية اللازمة من هيدروكسيد البوتاسيوم. هذا المحلول جاهز للاستعمال.

3.3.3 فينول فتاليين، محلول من 10 غ / ل من الإيثانول 95 إلى 96 % (ح/ح) أو أزرق قاعدي، (في حالة المواد الدسمة شديدة التلوين) محلول من 20 غ/ل في الإيثانول 95 إلى 96 % (ح/ح).

4.3 التجهيزات :

الأجهزة العادية للمخبر و لا سيما :

1.4.3 میزان تحلیلی.

2.4.3 حوالة مخروطة، سعتها 250 ملل.

3.4.3 أنبوب زجاجي مزود بصنبور، سعته 10 ملل و مدرج الى 0,1 ملل.

5.3 أخذ العينة

تجرى عملية أخذ العينة للمخبر في شروط ملائمة.

- في حالة تعكر المحلول أثناء المعايرة تضاف كمية كافية من خليط المذيبات (3 . 3 . 1) لكي يعطي محلولاً شفافاً.

4.6.3 عدد التحديدات

إجراء تحديدين على نفس العينة للتجربة.

4. منهج الفرق الكموني (Potentiometrique)

هذا المنهج ذو تطبيق عام و لكنه موجه خصوصاً للمواد الدسمة الخام ذات لون قاتم لصعوبة تطبيق منهج المعايرة في هذه الحالة.

1.4.1 المبدأ

معايرة فرق الكمون للأحماض الدسمة الحرة الموجودة في العينة المأخوذة للتجربة بواسطة محلول إيزوبروبانوليك من هيدروكسيد البوتاسيوم في وسط غير مائي.

2.4 الكواشف

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها وأن يكون الماء المستعمل ماءً مقطراً.

1.2.4 ميثيل إيزوبوتيل سيتون يعدل عند الاستعمال بمحلول إيزوبروبانوليك من هيدروكسيد البوتاسيوم (2.2.4) في وجود فينول فتاليين، حتى تغير اللون إلى الوردي.

2.2.4 هيدروكسيد البوتاسيوم محلول معيار $c(KOH) = 0,1$ مول/ل أو $0,5$ مول/ل.

1.2.2.4 هيدروكسيد البوتاسيوم محلول معيار $c(KOH) = 0,1$ مول/ل في البروبانول - 2

يذوب 7 غ من هيدروكسيد البوتاسيوم على شكل أقراص في البروبانول - 2 ويتمم الحجم إلى 1000 ملل بالبروبانول 2.

2.2.2.4 هيدروكسيد البوتاسيوم، محلول معيار $c(KOH) = 0,5$ مول/ل في البروبانول - 2

تذوب 35 غ من هيدروكسيد البوتاسيوم على شكل أقراص في البروبانول - 2 ويتمم الحجم إلى 1000 ملل بالبروبانول 2.

3.2.2.4 المعايرة

يجب تحديد التركيز المضبوط للمحلول مباشرة قبل الاستعمال.

توزن بتقريب 0,0002 غ، 0,15 غ (للمحلول 1.2.2.4) أو 0,75 غ (للمحلول 2.2.2.4) من حمض البنزويك ذو نقاوة تقدر بـ 99,9 % يوضع في بيشر (4.3.2) و يذوب في 50 ملل من ميثيل إيزوبوتيسيتون (1.2.4).

6.3 طريقة العمل

1.6.3 تحضير العينة للتجربة

تحضر العينة للتجربة حسب منهج تحضير العينة.

2.6.3 العينة المأخوذة للتجربة

تقتطع عينة للتجربة حسب مؤشر الحموضة المفترض وفقاً لتعليمات الجدول 2.

الجدول 2

مؤشر الحموضة المفترض	كتلة العينة المأخوذة للتجربة غ	تقريب العينة للتجربة غ
$1 >$	20	0,05
من 1 إلى 4	10	0,02
من 4 إلى 15	2,5	0,01
من 15 إلى 75	0,5	0,001
$75 <$	0,1	0,0002

توزن العينة المأخوذة للتجربة في الحويلة المخروطية (2.4.3).

3.6.3 التحديد

تذوب العينة المأخوذة للتجربة (2.6.3) في 50 إلى 150 ملل من خليط أوكسيد ثنائي الإيثانول / إيثانول (1.3.3) المعدل مسبقاً.

تعاير مع الرج مع محلول هيدروكسيد البوتاسيوم 0,1 مول/ل (2.3.3) (أنظر ملاحظة 3) حتى تغير لون المؤشر (تلون وردي للفينول فتاليين يستمر لـ 10 ثواني على الأقل).

ملاحظة 3

1 - في حالة مؤشرات ضعيفة جداً ($1 >$) من المستحسن إمرار تيار خفيف من الأزوت في محلول التجربة.

2 - يمكن استبدال المحلول الإيثانولي المعيار بهيدروكسيد البوتاسيوم (2.3.3) بمحلول مائي من هيدروكسيد البوتاسيوم أو الصوديوم في حالة ما إذا كان حجم الماء المدخل لا يؤدي إلى فصل في الأطوار.

- في حالة ما الكمية اللازمة لمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم 0,1 مول/ل، تتعدى 10 ملل، يستعمل محلول 0,5 مول/ل.

5.3.4 جهاز الرج من المستحسن استعمال جهاز الرج المغناطيسي.

4.4 اقتطاع العينة

يتم اقتطاع العينة للمخبر في ظروف ملائمة.

5.4 طريقة العمل

1.5.4 تحضير العينة للتجربة

تحضر العينة للتجربة حسب منهج تحضير العينة.

2.5.4 أخذ العينة

توزن في بيشر (2.3.4) بتقريب 0,01 غ، من 5 إلى 10 غ من العينة المقتطعة للتجربة.

3.5.4 التحديد

تذوب العينة المأخوذة للتجربة (2.5.4) في 50 ملل من مثيل إيزوبوتيل سيتون (1.2.4).

تدخل إلكترونيات جهاز قياس العامل الهيدروجيني (4.3.4) يشغل جهاز الرج (5.3.4) ويعاير بمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم (1.2.2.4) أو (2.2.2.4) حسب الحموضة المفترضة للعينة حتى نقطة التكافؤ.

ملاحظة 5

1 - تكون نقطة التكافؤ قريبة من القيمة 10 المقروءة على سلم العامل الهيدروجيني ويمكن تحديدها بيانيا بالتعرف عليها على المنحنى البياني للتعديل في نقطة الانحناء (نقطة تغير اتجاه المنحنى).

يمكن كذلك حسابها بأخذ القيمة القصوى التي يكون عندها المشتق الأول لتغير العامل الهيدروجيني بدلالة كمية محلول هيدروكسيد البوتاسيوم المضاف أو بأخذ القيمة التي ينعدم عندها المشتق الثاني.

2 - لا يمكن تحديد نقطة الانحناء في حالة زيوت القطن الخام.

في هذه الحالة يستعمل تحديد متفق عليه لنقطة الانحناء المحددة كيفيا في العامل الهيدروجيني لنقطة التكافؤ لتعديل حمض الأوليك بهيدروكسيد البوتاسيوم في المذيب المستعمل قصد المعايرة كما هو مبين أدناه :

تذاب تقريبا 0,282 غ من حمض الأوليك في 50 ملل من مثيل إيزو بوتيل سيتون (1.2.4) يرسم منحنى تعديل حمض الأوليك بمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم (2.2.4) المستعمل. يقرأ على المنحنى

تدخل إلكترونيات جهاز قياس العامل الهيدروجيني (4.3.4) يشغل جهاز الرج (5.3.4) وتعاير بمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم (1.2.2.4) أو (2.2.2.4) إلى غاية نقطة التكافؤ (أنظر الملاحظة 5-1 في 3.5.4).

يعبر عن تركيز محلول هيدروكسيد البوتاسيوم (2.2.2.4) أو (1.2.2.4) بالمول / لتر و تعطى الصيغة كالتالي:

$$\frac{0 \text{ ك} \times 1000}{0 \text{ ح} \times 122,1}$$

حيث :

ك0 : هي الكتلة بالغرام، من حمض البنزويك المستعمل للمعايرة.

ح0 : هو الحجم بالملييلتر، لمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم (1.2.2.4) أو (2.2.2.4) المستعمل.

3.4 التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر و لا سيما.

1.3.4 ميزان تحليلي.

2.3.4 بيشر، سعته 150 ملل، شكله متطاوول.

3.3.4 أنبوب زجاجي مزود بصنوبر، سعته 10 ملل، مدرج إلى 0,1 ملل.

4.3.4 جهاز قياس العامل الهيدروجيني

مزود بإلكترونيات من الزجاج و الزئبق.

يجب أن يكون الاتصال بين المحلول المشبع من كلورور البوتاسيوم و المحلول للتجربة عبر صفيحة من الخزف أو من الزجاج المسحوق ذو سمك 3 مم على الأقل.

ملاحظة 4

هناك فائدة من الاحتفاظ لمدة 12 ساعة من المعايرة بالالكترود الزجاجية في الماء المقطر أو من الأحسن في مثيل إيزو بوتيل سيتون. تجفف برفق بواسطة ورق الترشيح قبل الشروع في القياس. تغسل مباشرة بعد المعايرة بالمثيل إيزو بوتيل سيتون، ثم بواسطة بروبانول - 2 و أخيرا بالماء المقطر.

إذا كان الكالكتروود لا يعمل بصفة مرضية، يحاول تجديده و ذلك بالاحتفاظ به لمدة 24 ساعة في محلول إيزو بروبانونيك من حمض الكلوريدريك 1 مول / ل. بعد هذه المعالجة، يغسل الكالكتروود بالماء المقطر، ثم بالبروبانول - 2 و الميثيل إيزو بوتيل سيتون.

إن استعمال صفائح من الخزف أو من مسحوق الزجاج لضمان الاتصال بين المحلول المشبع من كلورور البوتاسيوم و المحلول المأخوذ للتجربة، يؤدي إلى تجنب تيارات الانتشار والكمونات المتطفلة.

العامل الهيدروجيني لنقطة الإنحناء (الموافق مبدئياً لإضافة 10 ملل من محلول هيدروكسيد البوتاسيوم تركيزه 0,1 مول/ل). انطلاقاً من هذه القيمة يقرأ على منحني التعديل لزيت القطن حجم محلول هيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل لتعديل زيت القطن.

4.5.4 عدد التحديدات

إجراء تحديدين على نفس العينة المأخوذة للتجربة.

5. التعبير عن النتائج

1.5 التعبير بمؤشر الحمض

يساوي مؤشر الحمض :

$$\frac{56,1 \times \text{ح} \times \text{ت}}{\text{ك}}$$

حيث :

56,1 هي الكتلة المولية المعبر عنها بالغرام في المول، من هيدروكسيد البوتاسيوم.

ح : هو الحجم، بالملييلتر، للمحلول المعايير لهيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل.

ت : هو التركيز الدقيق، بالمول في اللتر للمحلول المعايير لهيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل.

ك : هي الكتلة، بالغرام للعينة المأخوذة للتجربة.

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للتحديدتين.

2.5 التعبير بالحموضة

يمكن حساب الحموضة انطلاقاً من النتائج المتحصل عليها لتحديد مؤشر الحموضة، إما بمنهج المعايير (3) أو بمنهج الفرق الكموني (4).

الحموضة المعبر عنها بالنسبة المئوية للكتلة تساوي :

$$\text{ح} \cdot \text{ت} \cdot \frac{100}{1000} \times \frac{\text{ك}}{10} = \frac{100 \times \text{ح} \times \text{ت}}{\text{ك}}$$

حيث :

ح : هو الحجم بالملييلتر، للمحلول المعايير لهيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل،

ت : هو التركيز الدقيق بالمول في اللتر للمحلول المعايير لهيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل،

ك : هي الكتلة المولية بالغرام في المول للحمض المعتمد، للتعبير عن النتائج (أنظر جدول 1)،

ك : هي الكتلة بالغرام، للعينة المأخوذة للتجربة،

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للتحديدتين.

قرارات، مقررات، آراء

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، المعدل والمتمّم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد مؤشر اليود للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد مؤشر اليود للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي، تلزم مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، 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 21 رمضان عام 1432 الموافق 21 غشت سنة 2011.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج تحديد مؤشر اليود

للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي

1 - التعريف

مؤشر اليود: كمية أحادي كلورور اليود، المعبر عنها بـ غرام من اليود، الممتصة بـ 100 غ من المنتج في الظروف العملية المبينة في هذا المنهج.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 21 رمضان عام 1432 الموافق 21 غشت سنة 2011، يجعل منهج تحديد مؤشر اليود للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 والمتمّم،

- 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 والمتعلق بتقييم المطابقة،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 شعبان عام 1419 الموافق 10 ديسمبر سنة 1998 والمتعلق بالمواصفات التقنية للزبدة و كيفيات وضعها للاستهلاك،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 2 ذي الحجة عام 1422 الموافق 14 فبراير سنة 2002 الذي يحدد قائمة المواد المضافة المرخص بها في المواد الغذائية،

2 - المبدأ

إضافة محلول أحادي كلورور اليود لعينة مأخوذة للتجربة في خليط مركب من حمض الأسيتيك و رباعي كلورور الكربون . بعد مرور مدة من التفاعل ، يتم إرجاع فائض أحادي كلورور اليود بإضافة محلول إيودور البوتاسيوم و الماء و معايرة اليود المحرر بمحلول معاير من تيو سولفات الصوديوم.

3 - الكواشف

يجب أن تكون جميع الكواشف المستعملة ذات نوعية تحليلية.

يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا أو ذا نقاوة مكافئة على الأقل.

3. 1 - إيودور البوتاسيوم، محلول في 100 غ / لتر، خال من اليود الحر أو اليودات.

3. 2 - صمغ النشاء، يخلط 5 غ من النشاء قابل للذوبان مع 30 مل من الماء. يضاف 1000 ملل من الماء المغلي لهذا الخليط ويترك ليغلي لمدة ثلاث (3) دقائق.

3. 3 - تيو سولفات الصوديوم ، محلول معاير 0,1 ن.

3. 4 - حمض الاسيتيك، قابل للتبلور، خال من الإيثانول و المواد المؤكسدة.

3. 5 - رباعي كلورور الكربون، خال من المواد المؤكسدة.

الملاحظة 1 :

التحقق من عدم وجود المواد المؤكسدة في كل الكواشف (3. 4) و (3. 5) برج 10 ملل من الكاشف مع 1 ملل من المحلول المشبع لبيكرومات البوتاسيوم و 2 ملل من حمض السيلفوريك المركز الكتلة الحجمية 20°م = 1,84 غ ملل. يجب أن لا يظهر أي لون أخضر.

3. 6 - أحادي كلورور اليود، محلول داخل خليط من حمض الأسيتيك / رباعي كلورور الكربون (كاشف (Wijs).

يتوفر هذا الكاشف و يتداول في التجارة، يمكن تحضيره بالطريقة الآتية :

يوزن 9 غ من ثلاثي كلورور اليود (ICl₃)، داخل قارورة زجاجية بنية سعتها 1500 ملل، و تذوب في خليط مركب من 700 ملل من حمض الاسيتيك القابل للتبلور (3. 4) و 300 ملل من رباعي كلورور الكربون (3. 5).

يؤخذ 5 ملل من المحلول و يضاف 5 ملل من محلول إيودور البوتاسيوم (3. 1) و 30 ملل من الماء.

يعاير اليود المحرر بمحلول تيو سولفات الصوديوم (3. 3)، بوجود بضعة قطرات من صمغ النشاء (3. 2) كمؤشر.

يضاف 10 غ من اليود النقي مصعد مرتين إلى الكاشف و يذوبان تماما بالرج. يعاير اليود الحر كما في السابق.

يجب أن تساوي هذه الكمية مرة واحدة و نصف من التحديد الأول. في حالة العكس، تضاف كمية قليلة من اليود النقي مصعد مرتين إلى أن تتجاوز الكمية قليلا حد مرة واحدة ونصف، لأنه يجب أن لا يبقى أي أثر لثلاثي كلورور اليود كون هذا الأخير يسبب تفاعلات ثانوية.

يترك المحلول يترسب ثم يسكب السائل الشفاف في قارورة صفراء أو بنية. إذا حفظ المحلول في قارورة مسدودة بإحكام ، بعيدا عن الضوء، يمكن استعماله لعدة أشهر.

الملاحظة 2 :

- إذا لم يكن بحوزتنا ثلاثي كلورور اليود، يمكن تحضير كاشف Wijs انطلاقا من أحادي كلورور اليود (ICI) بالطريقة الآتية :

- يذوب 19 غ من أحادي كلورور اليود في 700 ملل من حمض الأسيتيك القابل للتبلور (3. 4) و 300 ملل من رباعي كلورور الكربون.

- بعد إضافة بضع ميليغرامات من اليود النقي مصعد مرتين، يعاير اليود الحر كما هو مبين في السابق.

يخفف إذا اقتضى الأمر بالخليط المذوب الخاص إلى أن يوافق 5 ملل من الكاشف، حوالي 10 ملل من تيو سولفات الصوديوم (3. 3).

يجب أن يحدد التركيب الصحيح للكاشف حسب طريقة العمل الآتية :

أ - يدخل 50 ملل من محلول حمض الكلوريدريك بنسبة 50 % (ح/ح) و 50 ملل من رباعي كلورور الكربون في قنينة ذات عنق عريض، سعتها 250 ملل تقريبا مجهزة بغطاء زجاجي مصقول.

يضاف 25 ملل بالضبط من كاشف Wijs المحضر انطلاقا من أحادي كلورور اليود ثم يخلط .

يجب التذكير بالحالة التي يكون فيها الأمر متعلقا فقط بالتحقق ما إذا كان كاشف Wijs يحتوي حقيقة على زيادة طفيفة من اليود، يمكن التوقف عند المعايير المبينة في النقطة (أ) لطريقة العمل .

في اللحظة التي يتلون فيها رباعي كلورور الكربون سواء مباشرة بعد إضافة 25 ملل من كاشف Wijs لمحلل حمض الكلوريدريك و رباعي الكربون، أو بعد ذوبان كمية كافية من اليود مصعد مرتين في كاشف Wijs من المؤكد أن النسبة المراد تحديدها أكبر بكثير من الواحد 1.

4 - التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر، ولا سيما :

1.4 - ملعقة مخبرية زجاجية، سعتها مناسبة للعينات المأخوذة للتجربة.

2.4 - قارورات ذات عنق عريض، مجهزة بأغطية مصقولة (على سبيل المثال قنينات زجاجية ذات مؤشر اليود)، سعتها 250 ملل تقريبا.

3.4 - أنبوب زجاجي مزود بصنوبر سعته 50 ملل مدرج بـ 0,1 ملل.

4.4 - ماصات، من 20 و 25 ملل.

5.4 - ميزان تحليلي.

الملاحظة 3 :

يجب أن تكون الأجهزة نظيفة و جافة تماما.

5 - أخذ العينات

يتم تحضير العينة المأخوذة للتجربة للمواد الدسمة ذات الأصل الحيواني والنباتي في شروط ملائمة.

6 - طريقة العمل

1.6 - العينة المأخوذة للتجربة

تتغير كتلة العينة المأخوذة للتجربة بالطريقة الآتية، حسب مؤشر اليود المفترض.

مؤشر اليود المفترض	العينة المأخوذة للتجربة بالغرام
أصغر من 5	3,00
5 إلى 20	1,00
21 إلى 50	0,40
51 إلى 100	0,20
101 إلى 150	0,13
151 إلى 200	0,10

يعاير اليود المتواجد في الطبقة أحمر - بنفسجي لرباعي كلورور الكربون بمحلول إيودات البوتاسيوم 0,04 ن، مع الرج بعناية إلى أن تصبح الطبقة غير ملونة.

إذا كانت طبقة رباعي كلورور الكربون غير ملونة في الأصل، يعني هذا أن كاشف Wijs لا يحتوي على اليود الحر و عليه فإن نسبة اليود / الكلور أصغر من 1 ففي هذه الحالة ، يجب أن تضاف إلى 25 ملل من المحلول المحضر لكاشف Wijs كمية من اليود النقي مصعد مرتين الذي يسمح بإظهار اللون أحمر - بنفسجي.

تحسب بعد ذلك كمية اليود اللازمة لمجمل كاشف Wijs وإذابتها في هذا المحلول .

إعادة العملية مرة أخرى كما هو مبين سابقا ويعاير اليود الموجود في الطبقة أحمر - بنفسجي لرباعي كلورور الكربون بمحلول إيودات البوتاسيوم 0,04 نظامية.

ب) يدخل في قنينة ثانية ذات عنق عريض سعتها حوالي 250 ملل مجهزة بغطاء زجاجي مصقول، 25 ملل بالضبط من كاشف Wijs يحتوي بكفاية على اليود.

يضاف 15 ملل من محلول إيودور البوتاسيوم إلى 150 غ / ل و حوالي 150 ملل من الماء .

يرج و يعاير اليود المحرر بواسطة محلول من تيو سولفات الصوديوم (3.3) ككاشف. يرج بشدة في نهاية المعايير.

الحساب :

$$\frac{\text{اليود}}{\text{الكلور}} = \frac{1 \text{ ن} + 2 \text{ ح}}{1 \text{ ن} - 2 \text{ ح}}$$

$$\text{حيث :}$$

ح 1 : هو الحجم، بالملييلتر ، لمحلول تيو سولفات الصوديوم

(3.3) المستعمل لتحديد اليود لـ أحادي كلورور اليود.

ح 2 : هو الحجم، بالملييلتر لمحلول إيود البوتاسيوم 0,04 ن المستعمل لتحديد اليود الحر.

ن 1 : هي النظامية الدقيقة لمحلول تيو سولفات الصوديوم (3.3) المستعمل.

ن 2 : النظامية الدقيقة لمحلول إيود البوتاسيوم المستعمل.

حيث :

ن 1 : هي النظامية الدقيقة لحلول تيو سلفات الصوديوم (3.3) المستعمل،

ح 3 : هو الحجم بالميليلتر لحلول تيو سلفات الصوديوم (3.3) المستعمل للتجربة على بياض،

ح 4 : هو الحجم بالميليلتر لحلول ثلاثي سولفات الصوديوم (3.3) المستعمل للتحديد،

ك : هي الكتلة بالغرام للعينات المأخوذة للتجربة.

2.7 التكرارية

يجب أن لا يكون الفرق بين نتائج تحديدين أجريا في نفس الوقت أو بصفة سريعة الواحدة تلو الأخرى من طرف نفس المحلل، أكثر من 0,4 وحدة مؤشر اليود.

تذوب العينة إذا اقتضى الأمر في درجة حرارة 10 °م تقريبا فوق نقطة الانصهار و ترشح في درجة الحرارة هذه على ورق من أجل الترشيح السريع و الذي وضعنا عليه 4 غ من سولفات الصوديوم المجفف و 1 غ من مساعد الترشيح.

يجب أن تكون الرشاحة شفافة تماما.

2.6 - التحديد

يجب أن يجرى التحديد في درجة حرارة المحيط. توزن العينة المأخوذة للتجربة بتقريب 0,001 غ في ملعقة مخبرية زجاجية (4.1) تدخل في قارورة ذات 250 ملل (2.4).

يضاف 15 ملل من رباعي كلورور الكربون (3.5). لإذابة المادة الدسمة. يضاف بالضبط 25 ملل من كاشف (3.6) Wij's مع الغلق و الرج بلطف و وضع القارورة في مكان مظلم.

بالنسبة للمنتوجات التي لها مؤشر اليود أقل من 150، تترك القارورة في مكان مظلم لمدة ساعة واحدة، أما بالنسبة للمنتوجات التي لها مؤشر اليود أكبر من 150 والأخرى المضاعفة أو التي تعتبر مؤكسدة ، تترك القارورة لمدة ساعتين.

بعد هذه المدة ، يضاف 20 ملل من محلول إيودور البوتاسيوم.

(3.1) و 150 ملل من الماء .

يعاير المحلول من تيو سولفات الصوديوم (3.3) إلى أن يزول اللون الأصفر الناتج عن اليود. يضاف بضع قطرات من صمغ النشاء (3.2) وتواصل عملية المعايرة حتى لحظة زوال اللون الأزرق بعد الرج بشدة.

4 الملاحظة

من الممكن إجراء معايرة كمونية. إجراء تحديدين على نفس عينة التجربة.

3.6 - التجربة على بياض

تجرى في نفس الوقت تجربة على بياض في نفس الشروط .

7 - التعبير من النتائج

1.7 - طريقة الحساب و الصيغة

مؤشر اليود يساوي :

$$12,69 \text{ ن } 1 (3\text{ح} - 4\text{ح})$$

ك

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التجارة

المديرية العامة للرقابة الاقتصادية
و قمع الغش

مديرية مخابر التجارب
و تحاليل الجودة

المناهج الرسمية للتحاليل

الفيزيوكيميائية المتعلقة بالحبوب و المواد المشتقة



الفهرس

01	1. قرار مؤرخ في 23 فبراير سنة 2012، يجعل منهج تحديد كتلة 1000 حبة في الحبوب و البقول إجباريا. (ج ر عدد 01 - 2013)
03	2. قرار مؤرخ في 06 فبراير سنة 2012، يجعل منهج تحديد نسبة الماء في الحبوب و منتوجات الحبوب إجباريا. (ج ر عدد 08 - 2013)
06	3. قرار مؤرخ في 06 يونيو سنة 2012، يجعل منهج تحديد الحموضة الدسمة في الطحين و دقيق القمح إجباريا. (ج ر عدد 35 - 2013)
08	4. قرار مؤرخ في 06 يونيو سنة 2012، يجعل منهج معايرة نسبة الرماد عن طريق الحرق في الحبوب و البقول و المواد المشتقة إجباريا. (ج ر عدد 35- 2013)

الملحق**منهج تحديد كتلة 1000 حبة في الحبوب والبقول****1. التعريف**

– كتلة 1000 حبة كما هي : كتلة 1000 حبة مع محتواها من الماء الموجود أثناء التحديد.

– كتلة 1000 حبة جافة : كتلة 1000 حبة، مصححة مع الأخذ بعين الاعتبار محتواها من الماء الموجود أثناء التحديد.

2. المبدأ

وزن كمية من العينة، فصل ووزن الحبات كاملة، حساب الحبوب الكاملة عن طريق القاعدة الثلاثية للحصول على كتلة 1000 حبة.

3. التجهيزات

– ميزان دقيق بتقريب 0,01 غ.

– ملقاط (لالتقاط الحبات).

– عداد لحساب الحبات (هو جهاز مناسب لحساب الحبات على سبيل المثال عداد كهروضوئي). يتم الحساب باليد في حالة عدم وجوده).

4. طريقة العمل**1.4 عدد التحديدات :**

– إجراء تحديدين على نفس العينة للمخبر.

2.4 تحديد كتلة 1000 حبة كما هي

يقتطع عشوائيا، كمية تساوي بالتقريب كتلة 500 حبة من العينة كما هي (يقدر المجرى المتمرس بسهولة هذه الكمية).

في حالة العكس، تجرى بعض تجارب على العينة المعنية.

– تنتقى الحبات الكاملة وتوزن بتقريب 0,01 غ. تحسب بعد ذلك الحبات بعداد وفي حالة عدم وجوده، تجرى العملية يدويا. عند الاقتضاء، يجب التخلص من الغشاء الزهري لحبات الحبوب غير المكسوة في العادة.

3.4 تحديد كتلة 1000 حبة جافة :

تقتطع عينة للتجربة من نفس عينة المخبر وتحدد كمية الماء الموجودة في الحبات الكاملة، خالية من الشوائب حسب منهج خاص للمادة المعنية.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في أول ربيع الثاني عام 1433 الموافق 23 فبراير سنة 2012، يجعل منهج تحديد كتلة 1000 حبة في الحبوب والبقول إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 – 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 05 – 465 المؤرخ في 4 ذي القعدة عام 1426 الموافق 6 ديسمبر سنة 2005 والمتعلق 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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد كتلة 1000 حبة في الحبوب والبقول إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد كتلة 1000 حبة في الحبوب والبقول، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق.

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 أول ربيع الثاني عام 1433 الموافق 23 فبراير سنة 2012.

مصطفى بن بلادة

2.5 النتيجة

إذا توفرت شروط التكرارية (أنظر 3.5)، يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري لتحديد.

في حالة العكس، تعاد التجارب.

يعبر عن نتيجة تحديد كتلة 1000 حبة بالغرامات :

– بعددين عشريين إذا كانت الكتلة أصغر من 10 غ.

– بعدد عشري إذا كانت الكتلة تساوي أو أكبر من 10 غ، دون أن تتجاوز 100 غ.

– بعدد كامل إذا كانت الكتلة أكبر من 100 غ.

3.5 التكرارية

يجب ألا يتجاوز الفرق بين نتائج تحديدين (أنظر 1.4) أجرياً في وقت واحد أو سريعاً الواحد تلوى الآخر من طرف نفس المحلل، 6 % بالنسبة للحبات ذات كتلة أكبر من 25 غ لـ 1000 حبة و 10 % بالنسبة للحبات الأخرى.

6. ملاحظات حول طريقة العمل :**1.6 مينة تحتوي على حبات مقشرة وغير مقشرة.**

عند احتواء العينة على حبات مقشرة وغير مقشرة، مختلطة يحسب كل من النوعين على حدى ثم يعالج بمعزل عن بعضها.

2.6 مينة تحتوي على حبات أزواج من الخرطال.

تفصل حبات أزواج من الخرطال الواحدة عن الأخرى وتحسب كحبتين.

5. التعبير عن النتائج**1.5 كيفية الحساب والصيغ**

1.1.5 تعطى كتلة ك_H بالغرامات، لـ 1000 حبة

كما هي حسب الصيغة الآتية :

$$1000 \times 0$$

$$\frac{\quad}{\quad} = H$$

ع

حيث :

ك₀ : هي الكتلة بالغرامات، للحبات الكاملة

للكمية المقتطعة.

ع : عدد الحبات الكاملة الموجودة في الكتلة ك₀.

2.1.5 تعطى كتلة ك_S بالغرامات، لـ 1000 حبة

جافة عن طريق الصيغة الآتية :

$$(H-100) \times H$$

$$\frac{\quad}{\quad} = S$$

100

حيث :

ك_H : هي الكتلة بالغرامات، لـ 1000 حبة كما هي.

H : كمية الماء، المعبر عنها بالنسبة المئوية بكتلة

الحبات كما هي.

ملاحظة :

تعادل الكتلة الجافة كتلة الحبة كما هي منقوص

منها كتلة الماء الموجود فيها.

- 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 والمتعلق 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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الماء في الحبوب ومنتجات الحبوب إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد نسبة الماء في الحبوب ومنتجات الحبوب، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش وتلك 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 13 ربيع الأول عام 1433 الموافق 6 فبراير سنة 2012.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج تحديد نسبة الماء في الحبوب ومنتجات الحبوب (منهج سهل التطبيق سواء بالطحن أو بدونه وبدون تكييف)

1. التعريف

نسبة الماء هي فقد الكتلة، يعبر عنها بالنسبة المئوية الذي يتعرض له المنتج في الشروط المبينة في هذا المنهج.

2. المبدأ

يجفف المنتج في درجة حرارة تتراوح بين 130 و 133°م، في ضغط جوي عادي، بعد سحق محتمل للمنتج.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 13 ربيع الأول عام 1433 الموافق 6 فبراير سنة 2012، يجعل منهج تحديد نسبة الماء في الحبوب ومنتجات الحبوب إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

3. التجهيزات

1.3 ميزان تحليلي

2.3 آلة سحق موافقة للمميزات الآتية:

- مصنوعة من مادة غير ماصة للرطوبة،

- تسمح بالسحق السريع والمنتظم، بدون إحداث تسخين محسوس للمنتوج ويتجنب ملامسة الهواء الخارجي لأقصى حد ممكن،

- يمكن ضبطها للحصول على جزيئات ذات أبعاد ملائمة.

3.3 كبسولة معدنية، لا تتأثر بشروط التجربة

(أو إن لم تتوفر، كبسولة زجاجية مقاومة للحرارة)، مزودة بغطاء كتييم بما فيه الكفاية وذو مساحة مفيدة للاستعمال للحصول على انتشار منتظم وبدون تكتل العينة المأخوذة للتجربة (مثلا القطر 50 ملم والارتفاع 30 ملم).

4.3 جهاز تجفيف متساوي الحرارة، ذو تسخين

كهربائي، مضبوط بحيث تكون درجة حرارة الهواء والأطباق الحاملة للعينات، بالقرب من العينات المأخوذة للتجربة تتراوح بين 130 و 133°م في نظام عادي.

يجب أن يكون جهاز التجفيف ذا قدرة حرارية بحيث عندما يكون مضبوطا مسبقا في درجة حرارة 131°م يمكن أن يبلغ من جديد هذه الدرجة في أقل من 45 دقيقة (من المستحسن أقل من 30 دقيقة) بعد وضع أكبر عدد من العينات المأخوذة للتجربة، يمكن أن تجف في آن واحد.

يجب أن تحدد فعالية التهوية بواسطة دقيق القمح الصلب الذي تكون الأبعاد القصوى لجزيئاته 1 ملم، كمادة للتجربة. ويجب أن تكون التهوية بحيث، بعد إدخال أقصى عدد من العينات المأخوذة للتجربة التي يمكن لجهاز التجفيف أن يستوعبها والتجفيف في درجة حرارة تتراوح بين 130 و 133°م، لا تظهر النتائج بعد مراحل تسخين نفس العينات المأخوذة لمدة 2 سا، ثم لمدة 1 سا إضافية، فيما بينها فارق أكبر من 0,15 غ من الماء لـ 100 غ من العينة.

5.3 ترمومتر من الزئبق لمراقبة درجة الحرارة

داخل جهاز التجفيف.

6.3 جهاز نازع للرطوبة ذو صفيحة معدنية أو

من خزف غليظ مثقوب يحتوي على عامل مجفف فعال.

7.3 ملقط معدني

4. طريقة العمل

1.4 عدد التحديدات

يجرى تحديدان على نفس عينة المخبر.

2.4 تحضير الكبسولات

قبل الاستعمال، يجب أن تكون الكبسولات العارية مع أغطيتها بحيث :

- تجفف في جهاز التجفيف لمدة 15 دقيقة في 130°م،

- تبرد في جهاز نازع الرطوبة حتى درجة حرارة المخبر (بين 30 و 45 دقيقة).

3.4 تحضير العينة المأخوذة للتجربة

1.3.4 منتجات لا تستلزم السحق

لا تستلزم السحق قبل التحديد، المنتجات التي لا تحتوي على جزيئات ذات أبعاد أكبر من 1,7 ملم، والتي منها أقل من 10 % (ك/ك) أكبر من 1 ملم وأكثر من 50 % (ك/ك) أصغر من 0,5 مم.

2.3.4 منتجات تستلزم السحق

يجب أن تسحق المنتجات التي لا تطابق مميزات قياس الحبيبات المذكور في (1.3.4).

لهذا، تجرى العملية كالاتي :

- يضبط جهاز السحق (2.3) حتى يمكن الحصول على مميزات قياس الحبيبات المرغوب فيها ثم تسحق كمية قليلة من العينة للمخبر ولا تؤخذ بعين الاعتبار.

- تسحق، فيما بعد، كمية من العينة بسرعة حتى يتم الحصول على عينة مأخوذة للتجربة تقدر بحوالي 5 غ.

4.4 العينة المأخوذة للتجربة

1.4.4 منتجات لا تستلزم السحق

توزن بسرعة، بتقريب 1 ملغ، كمية من المادة المقدرة بحوالي 5 غ في الكبسولة (3.3)، مع طرح وزنها، بما فيها الغطاء بتقريب 1 ملغ.

2.4.4 منتجات تستلزم السحق

يفرغ كليا، ناتج السحق المتحصل عليه في الكبسولة (مع طرح وزنها) كما هو مبين في (1.4.4)، يغلق الغطاء بسرعة ويوزن بتقريب 1 ملغ.

ملاحظات :

- قبل إجراء الاقترطاع على عينة المخبر، من الضروري أن تجانس جيدا.

- يجب أن تستعمل الكبسولات بواسطة ملقط (3 . 7) وليس بالأصابع.

5 . 4 التجفيف

توضع الكبسولة العارية والتي تحتوي على العينة المأخوذة للتجربة مع غطاءها في جهاز التجفيف (3 . 4) وتترك لمدة 2 سا (90 دقيقة في حالة الطحين) وهو الوقت الذي يحسب ابتداء من اللحظة التي تصبح، من جديد، درجة حرارة جهاز التجفيف متراوحة بين 130 و133°م.

عند انتهاء وقت التجفيف، تخرج الكبسولة بسرعة من جهاز التجفيف وتوضع في جهاز نازع للرطوبة (3 . 6) أين تمكث حتى تصل درجة حرارة المخبر (غالباً بين 30 و45 دقيقة). توزن فيما بعد بتقريب 1 ملغ.

ملاحظات

- يجب ألا تدخل مواد رطبة في جهاز التجفيف الذي يحتوي على العينات المأخوذة للتجربة في نهاية التجفيف، هذا يؤدي إلى إضافة الماء لها جزئياً.

- في حالة التجارب المتتالية، يجب ألا توضع الكبسولات متراكبة فوق بعضها في جهاز نازع للرطوبة.

5. التعبير من النتائج**5 . 1 طريقة الحساب والصيغ**

نسبة الماء المعبر عنها بالنسبة المئوية الكتلية للمنتوج تستنتج بالصيغة الآتية :

$$K_1 - K_2 \\ 100 \times \text{-----}$$

$$K_1 - K_0$$

بحيث :

K₀ هي الكتلة، بالغرامات، للكبسولة مع غطاءها،

K₁ هي الكتلة، بالغرامات، للكبسولة والغطاء والعينة المأخوذة للتجربة بعد التجفيف.

K₂ هي الكتلة، بالغرامات، للكبسولة والغطاء والعينة المأخوذة للتجربة بعد التجفيف.

5 . 2 النتيجة

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للقيم المتحصل عليها من التحديدات إذا كانت شروط التكرارية (5 . 3) تسمح بذلك. في الحالة المعاكسة، تعاد التحديدات. تعدل النتيجة بتقريب 0,05 %.

5 . 3 التكرارية

يجب ألا يتجاوز الفرق بين نتائج التحديدات (4 . 1)، المنجزين بالتوالي أو بسرعة الواحد تلو الآخر من طرف نفس المحلل، 0,15 غ من الماء لـ 100 غ من العينة.

قرارات، مقررات، آراء

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 16 رجب عام 1433 الموافق 6 يونيو سنة 2012، يجعل منهج تحديد الحموضة الدسمة في الطحين ودقيق القمح إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 – 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 05 – 465 المؤرخ في 4 ذي القعدة عام 1426 الموافق 6 ديسمبر سنة 2005 والمتعلق 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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد الحموضة الدسمة في الطحين ودقيق القمح إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد الحموضة الدسمة في الطحين ودقيق القمح، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 16 رجب عام 1433 الموافق 6 يونيو سنة 2012.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج تحديد الحموضة الدسمة في الطحين ودقيق القمح

يصف هذا المنهج تقنية تحديد الحموضة الدسمة في الطحين ودقيق القمح. ويطبق هذا المنهج أيضا على العجائن الغذائية.

1 . التعريف :

الحموضة الدسمة هي التعبير الاصطلاحي للأحماض، خصوصا الأحماض الدسمة الحرة، المستخلصة في الشروط التي تلي. ويعبر عنها بالغرام من الحمض الكبريتي لـ 100 غ من المادة الجافة.

2 . المبدأ :

يحضر محلول من الأحماض في الإيثانول 95 % (ح/ح) في درجة حرارة المخبر، وتجرى عملية الطرد المركزي ويعاير جزء من المحلول الطافي بهيدروكسيد الصوديوم.

3 . الكواشف :

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية وأن يكون الماء المستعمل مقطرا.

3 . 1 الإيثانول (كحول إيثيلي) بـ 95 % (ح/ح).

3 . 2 هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) : محلول معايير نظاميته 0,05 ن في الماء المقطر الذي نزع منه ثاني أكسيد الكربون بالغليان. ويجب أن يكون هذا المحلول خال من الكربونات وأن يحفظ في قارورة من زجاج غير أكتينية.

يجب أن تفحص معيارية المحلول مباشرة قبل كل سلسلة تحديد الحموضة.

3 . 3 فينول فتاليين محلول بـ 1 غ لـ 100 ملل في الإيثانول 95 % (ح/ح).

4 . التجهيزات :

4 . 1 ميزان بتدقيق 0,01 غ.

4 . 2 جهاز سحق يسمح بسحق سريع وموحد، بدون إحداث تسخين من شأنه أو يؤثر على المادة وبتجنب وإلى أقصى حد الاتصال بالهواء الخارجي (حالة الدقيق والعجائن الغذائية).

4.6 العينة المأخوذة للتجربة :

توزن بتقريب 0,01 غ حوالي 5 غ من العينة المأخوذة للتجربة، بعدما تجانس جيدا.

5.6 التحديد**1.5.6 الاستخلاص :**

- توضع العينة المأخوذة للتجربة داخل أنبوب جهاز الطرد المركزي.

- يضاف إليها بواسطة ماصة 30 ملل من الإيثانول (3. 1) ويغلق الأنبوب بإحكام.

- يرج لمدة ساعة بواسطة خلاط دوراني ميكانيكي (4. 10) وفي درجة حرارة $20 \pm 5^\circ \text{C}$ م. بعد ذلك تجرى عملية الطرد المركزي لمرتين متتاليتين ولمدة دقيقتين.

تعتبر عملية الطرد المركزي لمرتين فعالة بالنظر إلى عملية طرد مركزي واحدة ولمدة أطول لأنها تسمح بإزالة الجزيئات العالقة.

ملاحظة

إذا لم تتلاءم أنابيب جهاز الطرد المركزي المقررة في هذا المنهج مع الخلاط الدوراني الميكانيكي (4. 10)، يمكن استعمال أنابيب سعتها 50 ملل (4. 6) للاستخلاص وتسكب بعد ذلك للقيام بعملية الطرد المركزي.

2.5.6 المعايرة :

- تؤخذ بواسطة ماصة 20 ملل من السائل الطافي صاف تماما ويسكب في حوجلة مخروطية الشكل (4. 8)،

- تضاف 5 قطرات من فينول فتالين (3. 3)،

- يعاير بواسطة سحاحة دقيقة (4. 9) بمحلول هيدروكسيد الصوديوم نظاميته 0,05 ن (3. 2)، حتى يتغير اللون إلى وردي شاحب ويبقى لبعض الثواني.

6.6 تجربة على بياض :

تعاير الحموضة الناتجة عن الكحول (3. 1)، بالعمل على 20 ملل من الإيثانول حسب شروط المعايرة (6. 5. 2)

7. التعبير من النتائج :**1.7 طريقة الحساب والصيغ :**

1.1.7 الحموضة بالغرام من حمض الكبريت لـ 100 غ من المادة يعبر عنها كآتي :

3.4 غربال ذو شبكة معدنية ذو مسامات قطرها يساوي 1 ملم للطحين و 160 ميكرومتر و 500 ميكرومتر للدقيق والعجائن الغذائية.

4.4 جهاز الطرد المركزي بـ 5000 – 6000 دورة / دقيقة.

5.4 أنابيب لجهاز الطرد المركزي سعتها 45 ملل من الزجاج أو من بلاستيك لا تتفاعل ومغلقة بإحكام.

6.4 أنابيب سعتها 50 ملل من زجاج أو من بلاستيك لا يتفاعل ومغلقة بإحكام.

7.4 ماصات دقيقة سعتها 10 و 20 ملل.

8.4 حوجلات مخروطية الشكل أو إرلن ماير سعتها 250 ملل.

9.4 سحاحة صغيرة جدا، مدرجة بـ 0,01 ملل.

10.4 خلاط دوراني ميكانيكي، 30 – 60 دورة / الدقيقة.

5. شروط الحفظ :

يجب ألا تحفظ العينات في درجة حرارة المخبر لأكثر من يوم واحد لأن الحموضة تزداد أثناء التخزين وتحفظ في قارورات مسدودة في حوالي 4°C م. قبل كل اقتطاع عينة للتحليل، تترك هذه العينة في قارورة مسدودة حتى تصل درجة حرارتها درجة حرارة المخبر.

6. طريقة العمل :**1.6 عدد التحديدات :**

يجرى تحديدان على نفس عينة التجربة.

2.6 تحضير العينة للتجربة :**1.2.6 حالة الطحين :**

يقتطع حوالي 50 غ من الطحين ويغربل بواسطة غربال ذي مسامات قطرها يساوي 1 ملم (4. 3)، بحيث تتجزأ التكتلات المحتمل تشكلها.

2.2.6 حالة الدقيق والعجائن الغذائية :

تسحق حوالي 50 غ من المادة بواسطة جهاز سحق (4. 2) بحيث تعبر كل المادة المسحوقة عبر غربال ذي مسامات قطرها 500 ميكرومتر (4. 3) و 80 % على الأقل تعبر عبر غربال ذي مسامات قطرها 160 ميكرومتر (4. 3).

3.6 تحديد نسبة الماء :

يجرى مباشرة تحديد نسبة الماء حسب منهج تحديد نسبة الماء في الحبوب ومنتجات الحبوب.

- 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 والمتعلق 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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج معايرة نسبة الرماد عن طريق الحرق في الحبوب والبقول والمواد المشتقة إجباريا.

المادة 2 : من أجل معايرة نسبة الرماد عن طريق الحرق في الحبوب والبقول والمواد المشتقة، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 16 رجب عام 1433 الموافق 6 يونيو سنة 2012.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج معايرة نسبة الرماد عن طريق الحرق في الحبوب والبقول والمواد المشتقة

يحدد هذا المنهج طريقة معايرة الرماد في الحبوب والبقول ومنتجاتها المطحونة الموجهة للاستهلاك البشري.

المواد والمنتجات الأساسية هي :

(أ) الحبوب،

(ب) الطحين والدقيق،

(ج) منتجات الطحين (النخالة والمواد التي تحتوي على نسبة عالية من النخالة والمواد المعادة الطحن)،

(د) طحين الحبوب المركبة،

$$\frac{7,35 \times (100 - 0,35 \times \text{ع}}{\text{ك}}$$

ك

1.7. 2 الحموضة بالغرام من حمض الكبريت لـ 100 غ من المادة الجافة يعبر عنها كالآتي :

$$\frac{7,35 \times (100 - 0,35 \times \text{ع}}{\text{ك} - \text{نم}}$$

ك - نم

حيث :

ح1 : هو حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم بالمليتر المستعمل للتحديد،

ح0 : هو حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم بالمليتر المستعمل للتجربة على بياض،

ك : كتلة العينة المأخوذة للتجربة بالغرام،

ع : هو العيار الصحيح لمحلول هيدروكسيد الصوديوم المستعمل،

نم : نسبة الماء، بالنسبة المئوية للكتلة، للعينة المأخوذة للتجربة

2.7 النتيجة :

يجرى الحساب بـ 4 أرقام بعد الفاصلة.

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري للتحديد إذا تحققت شروط التكرارية (أنظر 7. 3). في حالة العكس، تعاد التجربة مرتين.

يعبر عن النتيجة بتقريب 0,001 % (ك/ك).

3.7 التكرارية :

يجب أن لا يتجاوز الفرق بين نتيجتي تحديدين (أنظر 6. 1) منجزين في أن واحد أو بسرعة الواحد تلو الآخر من طرف نفس المحلل 0,002 غ من حمض الكبريت لـ 100 غ من المادة الجافة.



قرار مؤرخ في 16 رجب عام 1433 الموافق 6 يونيو سنة 2012، يجعل منهج معايرة نسبة الرماد عن طريق الحرق في الحبوب والبقول والمواد المشتقة إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

3 . الكواشف :

ما عدا تعليمات مخالفة، تستخدم فقط كواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها وماء مقطر أو ماء منزوع المعادن أو ذو نقاوة مكافئة.

3 . 1 حمض الكلوريدريك، محلول مائي، مزيج
متساوي الأحجام من HCl (حجم جزئي 35 %) والماء.

3 . 2 خماسي أكسيد ثنائي الفسفور، مطهر
(P₄ O₁₀).

3 . 3 إيثانول**4 . الأجهزة**

4 . 1 جهاز السحق، سهل التنظيف ذو فراغ مصغر
قدر الإمكان وقادر على توفير سحق سريع وموحد.

4 . 2 كبسولة الحرق، ذات قدرة تساوي على الأقل
20 ملل، مستطيلة الشكل أو دائرية ومسطحة القاع وذات مساحة استعمال تساوي على الأقل 12 سم². المواد الملائمة التي لا تتغير في شروط درجة حرارة التجربة هي كالتالي :

أ - في 900°م - البلاتين أو الروديوم،

ب - في 550°م - الكوارتز أو السيليس.

في كلتا الحالتين، يجب أن تسمح المادة المستعملة باحترام قيم الدقة.

يجب تنظيف الكبسولات بغطسها كلياً في محلول حمض الكلوريدريك (3 . 1) لمدة ساعة واحدة على الأقل ثم تغسل بالماء وبعدها بالماء المقطر.

بعد الغسل، يجب تجفيف حجيرات الكوارتز أو السيليس داخل جهاز التجفيف (4 . 7) لفترة مناسبة لإزالة الماء.

4 . 3 فرن كهربائي ذو مسخنة، مع دوران الهواء
الملائم يحتوي على جهاز التحكم في درجة الحرارة ومحضنة عاكسة لا تسمح بفقدان الجزيئات عند درجة حرارة الحرق التي يمكن ضبطها في (900 ± 25)°م أو في (550 ± 10)°م.

4 . 4 جهاز نازع الرطوبة ذو حنفية، مزود
بصفحة ذات ثقب من الألومنيوم أو من البورسلين، محصن بخماسي أكسيد ثنائي الفوسفور (3 . 2) كمجفف.

4 . 5 ميزان تحليلي، بدقة تقدر بـ 0,01 ملغ.

(هـ) مشتقات الحبوب عدا منتجات الطحين،

(و) البقول ومشتقاتها.

لا يستعمل هذا المنهج للنشويات ومشتقاتها ولا للمنتجات المخصصة لتغذية الحيوانات ولا للبذور الزرع.

1 . التعريف :

لاحتياجات هذا المنهج يتبع في تطبيقه التعريف التالي :

الرماد : بقايا غير قابلة للاحتراق يتحصل عليها بعد الحرق حسب التقنية المبينة في هذا المنهج.

2 . المبدأ :

تحرق العينة المأخوذة للتجربة حتى الاحتراق الكلي للمواد العضوية ثم يوزن الباقي المتحصل عليه. ويكون الباقي المتحصل عليه سبخي بعد الحرق في 550°م ومتزجج بعد الحرق في 900°م. بصفة عامة، ويجب أن تحرق المنتوجات التي تحتوي على الأملاح (مثل كلورور الصوديوم، بيروفسفات)، في درجة حرارة (550 ± 10)°م.

يلخص الجدول الآتي درجات حرارة الحرق المستعملة حسب نوع المنتوجات.

درجات حرارة الحرق ونوع المنتوجات

درجة حرارة الحرق		نوع المنتوجات
900 ± 25)°م	(550 ± 10)°م	طحين
900 ± 25)°م	(550 ± 10)°م	دقيق
900 ± 25)°م	(550 ± 10)°م	الحبوب
—	(550 ± 10)°م	منتجات الطحن الأخرى (مثل النخالة والمواد التي تحتوي على نسبة عالية من النخالة والمواد المعادة الطحن)
—	(550 ± 10)°م	مستحضرات مركبة ذات مصدر حبوب
—	(550 ± 10)°م	مشتقات الحبوب غير المنتوجات المطحونة
—	(550 ± 10)°م	البقول ومشتقاتها

الحرق في 550 °م. وفي حالة منتوجات ضعيفة الكثافة يمكن أن تكون العينة المأخوذة للتجربة محصورة بين $(0,1 \pm 2)$ غ و $(0,1 \pm 3)$ غ. وتوزع المادة داخل كبسولة الحرق المحضرة والمعادل وزنها كما وصف في (7 . 2) دون تكديسها في طبقة موحدة.

4 . 7 ما قبل الحرق

توضع الكبسولة ومحتواها عند مدخل الفرن الموضوع في درجة حرارة الحرق. في 900 °م تلتهب المواد تلقائياً. في 550 °م من الضروري إضافة الإيثانول (3 . 3) قصد الالتهاب. ويسمح بوضع الحجيرات داخل فرن بارد قبل الحرق عند درجة حرارة 550 °م، وتترك درجة حرارة الفرن ترتفع.

5 . 7 الحرق

ينتظر إلى غاية انتهاء حرق المادة، ثم توضع الكبسولة داخل الفرن.

يغلق باب الفرن. ويتبع الحرق حتى الاحتراق الكلي للمادة، بما في ذلك الجزيئات الفحمية الموجودة في باقي الحرق، حوالي ساعة واحدة بعد ارتفاع درجة حرارة الفرن إلى 900 °م و 4 ساعات على الأقل في 550 °م

عند انتهاء الحرق، تسحب الكبسولة من الفرن وتوضع في جهاز نازع الرطوبة (4 . 4) لتبرد. ولا توضع الكبسولات فوق بعضها لحفظ فعالية جهاز نازع الرطوبة. حينما تصل درجة حرارة الكبسولة إلى درجة حرارة المحيط (حوالي 15 د إلى 20 د بالنسبة للكبسولات من البلاتين و 60 د إلى 90 د على الأقل بالنسبة للكبسولات من الكوارتز أو من السيليس)، توزن وبسرعة بتقريب 0,1 ملغ نظرا للميزة الاسترطابية للرماد.

في حالة الحرق في 550 °م، يجب أن تؤخذ احتياطات خاصة عند دخول الهواء وعند فتح جهاز نازع الرطوبة لتجنب انفلات البقايا السبخية.

6 . 7 عدد التحديدات

يجرى على الأقل تحديداً على نفس عينة الاختبار.

8 . التعبير من النتائج

نسبة الرماد بالجزء الكتلي مقارنة بالمادة الجافة، يعبر عنها بالنسبة المئوية، حسب المعادلة (1) :

4 . 6 قاسم بالطول أو مخروطي.

4 . 7 جهاز التجفيف، لتجفيف كبسولات الحرق.

5 . اقتطاع العينة

من المهم أن يتلقى المخبر عينة مثالية، غير متلفة أو متغيرة أثناء النقل والتخزين.

6 . تحضير مينة التجربة :

بالنسبة للبذور أو المنتجات التي تحتوي على بذور كاملة، تجانس وتقسّم العينة للحصول على كمية مماثلة ومنسجمة مع نوع جهاز السحق (4 . 1) المستخدم. وتسحق العينة المتحصل عليها. والمنتجات الأخرى لا تستلزم السحق.

7 . طريقة العمل :

7 . 1 تحديد كمية الماء

يجري أولاً تحديد كمية الماء لعينة التجربة بالنسبة للحبوب ما عدا الذرة أو البقول. يوصي بالتعامل مع البقول ومشتقاتها بوقت تجفيف مقدّر بـ 90 دقيقة. وتوضّب مسبقاً إذا كان الجزء الكتلي للماء أقل من 7 % أو أكثر من 13 %.

7 . 2 تحضير كبسولات الحرق

بالنسبة لكبسولات الحرق المناسبة للتجربة في 900 °م (4 . 2)، بعد التنظيف توضع في الفرن ذي مسخنة (4 . 3) لمدة 5 دقائق في درجة حرارة الحرق المستعملة، تترك لتبرد داخل جهاز نازع الرطوبة (4 . 4) ثم توزن (4 . 5) بتقريب 0,1 ملغ.

بالنسبة لكبسولات الحرق المناسبة للتجربة في 550 °م، تنظف وتوضع داخل جهاز التجفيف (4 . 7) خلال الوقت اللازم للتجفيف (مثلاً 90 دقيقة في 130 °م). فوراً قبل الاستعمال، تخرج الكبسولات من جهاز التجفيف وتترك لتبرد داخل جهاز نازع الرطوبة (4 . 4) ثم توزن (4 . 5) بتقريب 0,1 ملغ.

7 . 3 تحضير العينة المأخوذة للتجربة

انطلاقاً من عينة التجربة المحضرة حسب (6) والمجانسة بعناية، توزن بسرعة (4 . 5) عينة مأخوذة للتجربة وبتقريب 0,1 ملغ تتراوح بين 3,9 غ و 4,1 غ في حالة الحرق في 900 °م وما بين 4,9 غ و 5,1 غ في حالة

9 . التكرارية

الفرق المطلق بين نتيجتين فرديتين مستقلةتين،
متحصل عليهما باستعمال نفس المنهج على نفس
المنتوج الخاضع للتجربة في نفس المخبر من طرف نفس
المحلل المستعمل لنفس الأجهزة وفي أقصر مجال من
الزمن، لا يتجاوز أكثر من 5 % من الحالات.

$$(1) \frac{100}{W - 100} \times \frac{100}{K_0} \times (K_1 - K_2) = W_{a,d}$$

حيث :

K_0 : هي كتلة العينة المأخوذة للتجربة (3 . 7)،
بالغرام،

K_1 : هي كتلة كبسولة الحرق (2 . 7)، بالغرام،

K_2 : هي كتلة كبسولة الحرق (2 . 7)، مع باقي
عملية الحرق (5 . 7)، بالغرام،

W : نسبة الماء في العينة يعبر عنها بالنسبة
المئوية في الكتلة (1 . 7).

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري لتحديد إذا تحققت
شروط التكرارية (9).

يعبر عن النتيجة بتقريب 0,01 % (الكتلة).

عند الضرورة يعبر عن نسبة الرماد بالجزء
الكتلي مقارنة بالمادة الرطبة ويعبر عنها بالنسبة
المئوية، $W_{a,w}$ حسب المعادلة (2) :

$$(2) \frac{100}{K_0} \times (K_1 - K_2) = W_{a,w}$$

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التجارة

المديرية العامة للرقابة الاقتصادية
و قمع الغش

مديرية مخابر التجارب
و تحاليل الجودة

المناهج الرسمية للتحاليل الميكروبيولوجية المتعلقة بالمياه المعدنية و مياه المنبع



الفهرس

01	1. قرار مؤرخ في 24 يونيو سنة 2012، يجعل منهج إحصاء الأجسام الدقيقة المعاد إنعاشها في الماء إجباريا. (ج ر عدد 21 - 2013)
04	2. قرار مؤرخ في 31 ديسمبر سنة 2012، يجعل منهج البحث و إحصاء بكتيريا القولون و بكتيريا القولون المتقبلة للحرارة و إشيريشياكولي المفترضة في الماء إجباريا. (ج ر عدد 31 - 2013)
13	3. قرار مؤرخ في 13 يونيو سنة 2012، يجعل منهج البحث و إحصاء أبواغ الأجسام الدقيقة الالهوائية المرجعة للسولفيت إجباريا. (ج ر عدد 36 - 2013)
16	4. قرار مؤرخ في 5 ديسمبر سنة 2012، يجعل منهج كشف و إحصاء بسودوموناس أيروجينوزا في الماء بالترشيح فوق الغشاء إجباريا. (ج ر عدد 51 - 2013)

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 22 ذي الحجة عام 1426 الموافق 22 يناير سنة 2006 الذي يحدد نسب العناصر التي تحتويها المياه المعدنية الطبيعية ومياه المنبع وكذا شروط معالجتها أو الإضافات المسموح بها، المعدل والمتمم،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج إحصاء الأجسام الدقيقة المعاد إنعاشها في الماء إجباريا.

المادة 2 : من أجل إحصاء الأجسام الدقيقة المعاد إنعاشها في الماء، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 4 شعبان عام 1433 الموافق 24 يونيو سنة 2012.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج إحصاء الأجسام الدقيقة المعاد إنعاشها في الماء

يحدد هذا المنهج تقنية إحصاء الأجسام الدقيقة المعاد إنعاشها الموجودة في الماء بحساب المستعمرات المتشكلة في وسط زرع مغذي هلامي بعد التحضين في الشروط الهوائية في درجة حرارة 36 م° و 22 م°.

يهدف هذا المنهج إلى قياس فعالية طريقة التزويد العمومي بالماء الصالح للشرب وجميع أنواع المياه. ويطبق بصفة خاصة لتحليل المياه الموجهة للاستهلاك البشري بما فيها المياه المعلبة والمياه المعدنية الطبيعية.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 4 شعبان عام 1433 الموافق 24 يونيو سنة 2012، يجعل منهج إحصاء الأجسام الدقيقة المعاد إنعاشها في الماء إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى القانون رقم 05 - 12 المؤرخ في 28 جمادى الثانية عام 1426 الموافق 4 غشت سنة 2005 والمتعلق بالمياه، المعدل والمتمم،

- وبمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

1. التعريف

لمتطلبات هذا المنهج، يطبق التعريف التالي :

الأجسام الدقيقة المعاد إنعاشها : جميع البكتيريا الهوائية، الخمائر أو العفنيات، القدرة على تشكيل مستعمرات في الوسط المحدد وفي شروط التجربة المبينة أدناه.

2. المبدأ

تزرع أحجام مقاسة من العينة أو من تخفيفات العينة بالخلط في وسط الزرع المحدد والمذاب في علب بتري. تحضن بعض العلب في 36 م° لمدة 44 سا والبعض الآخر في 22 م° لمدة 68 ساعة.

ت حسب عدد الوحدات المشكلة للمستعمرات (و م م) في المليلتر (ملل) من العينة انطلاقا من عدد المستعمرات المشكلة في الوسط.

3. التجهيزات والأدوات الزجاجية

تتمثل الأدوات المتداولة في مخبر الميكروبيولوجيا في :

1. 3 أجهزة للتعقيم بالحرارة الرطبة (جهاز التعقيم) :

2. 3 جهاز التحمضين قادر على ضبط درجة الحرارة في (2 + 36) م°،

3. 3 جهاز التحمضين قادر على ضبط درجة الحرارة في (2 + 22) م°،

4. 3 علب بتري من الزجاج أو من مادة بلاستيكية قطرها 90 ملم أو 100 ملم،

5. 3 حمام مائي، أو جهاز مماثل قادر على ضبط درجة الحرارة في (1 + 45) م°،

6. 3 جهاز لمساح المستعمرات، مزود بنظام إضاءة فوق قاعدة سوداء.

4. اقتطاع العينة

تقتطع عينات الماء طبقا لتعليمات اقتطاع العينات والمعالجة والحفظ.

تحلل المياه في علب مغلقة بما فيها المياه المعدنية الطبيعية في مدة لا تتجاوز 12 سا بعد التعليب مع المحافظة على درجة حرارتها في (3 + 5) م° طوال هذه المدة.

5. أوساط الزرع والمخففات

1. 5 المركبات الأساسية

يستعمل لتحضير الوسط مركبات ذات نوعية متماثلة ومواد كيميائية ذات نوعية تحليلية أو يستعمل وسط زرع مكافئ كامل مجفف مع اتباع تعليمات المصنع.

يستعمل لتحضير الوسط، الماء المقطر في جهاز زجاجي وخال من المواد القادرة على منع التكاثف في شروط التجربة.

ملاحظة : يسمح باستعمال مواد كيميائية من أنواع أخرى بشرط أن يثبت بأن لها نفس الفعالية في التجربة.

2. 5 المخفف

لإجراء التخفيفات، يستعمل مخفف مركب أساسا من الببتون المبين في منهج الخطوط التوجيهية العامة لإحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع.

3. 5 هلام بمستخلص الخميرة

تريببتون (ببتون الكازين، بنكرياسي) 6,0 غ
مستخلص الخميرة مجفف 3,0 غ
هلام، على شكل مسحوق أو قطع 10 إلى 20 غ
(حسب قدرة التجمد)

ماء 1000 ملل
تضاف المكونات أو الوسط الكامل المجفف إلى الماء وتذاب بالتسخين. ويضبط العامل الهيدروجيني إذا اقتضى الأمر ليصبح بعد التعقيم 7,2 + 0,2 في 25 م°،
يوزع الوسط على أحجام تساوي 15 ملل إلى 20 ملل في أنابيب أو قارورات أو أوعية أخرى. لحفظ أحجام أكبر، تستعمل أوعية تصل سعتها 500 ملل. تعقم في جهاز التعقيم (3 . 1) في (3 + 121) م° لمدة (1 + 15) دقيقة.

للاستعمال، يذوب الوسط ويترك ليبرد ويحفظ في (1 + 45) م° بواسطة حمام مائي (3 . 5). ينصح بعدم حفظ الوسط أكثر من 4 سا في 45 م°، بعد هذه المدة يجب التخلص من الوسط.

6. طريقة العمل**1. 6 التحضير والزرع**

تحضر العينة، تجرى التخفيفات وتزرع أوساط الزرع حسب منهج الخطوط التوجيهية العامة لإحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع.

تستعمل طريقة الإدماج (منهج الخطوط التوجيهية العامة لإحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع).

يوضع حجم من العينة المأخوذة للتجربة (أو من تخفيفاتها) لا تتجاوز 2 ملل في علبة بتري، يضاف 15 ملل إلى 20 ملل من الوسط المذاب (5 . 3) ويمزج بعناية بالدوران البطيء.

يترك الوسط يتجمد ويجب ألا تتجاوز المدة بين وضع العينة المأخوذة للتجربة (أو من تخفيفاتها) وإضافة الوسط المذاب 15 دقيقة، تزرع على الأقل علبة في كل درجة حرارة تحضين.

2. 6 التحضين والفحص

تقلب العلب وتحضن البعض منها في $(2 + 36)$ م لمدة $(4 + 44)$ سا. تحضن العلب الأخرى في $(2 + 22)$ م لمدة $(4 + 68)$ سا. تفحص العلب مباشرة بعد إخراجها من جهاز التحضين. وإذا تعذر ذلك، تحفظ في $(3 + 5)$ م وتفحص في 48 سا. تستبعد كل علبة ظهر عليها تكاثر مختلط.

3. 6 حساب المستعمرات

لكل درجة حرارة تحضين، حسب الإجراءات المبينة في منهج الخطوط التوجيهية العامة لإحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع، يحسب عدد المستعمرات الموجودة في كل علبة ويحسب العدد المقدر للوحدات المشكلة للمستعمرات الموجودة في 1 ملل من العينة.

7. التعبير عن النتائج

يعبر عن النتائج عن طريق عدد الوحدات المشكلة للمستعمرات في المليلتر (و م / ملل) للعينة لكل درجة حرارة التحضين.

وفي غياب مستعمرات في العلب المزروعة بأحجام العينة المأخوذة للتجربة غير المخففة، يعبر عن النتيجة بأنها غير مكتشفة في واحد مليلتر. إذا احتوت العلب المزروعة بأكبر التخفيفات المستعملة أكثر من 300 مستعمرة، يعبر عن النتائج على شكل <

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج البحث وإحصاء بكتيريا القولون وبكتيريا القولون المتقبلة للحرارة وإشريشيا كولي المفترضة في الماء إجباريا.

المادة 2 : من أجل البحث وإحصاء بكتيريا القولون وبكتيريا القولون المتقبلة للحرارة وإشريشيا كولي المفترضة في الماء، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش وتلك المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار.

ويجب أن يستعمل المخبر هذا المنهج عند الأمر بإجراء خبرة.

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

حرر بالجزائر في 18 صفر عام 1434 الموافق 31 ديسمبر سنة 2012.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج البحث وإحصاء بكتيريا القولون وبكتيريا القولون المتقبلة للحرارة وإشريشيا كولي المفترضة (منهج العدد الأكثر احتمالا)

يحدد هذا المنهج تقنية البحث وإحصاء بكتيريا القولون وبكتيريا القولون المتقبلة للحرارة وإشريشيا كولي المفترضة بالزرع في وسط سائل داخل عدة أنابيب وحساب عددها الأكثر احتمالا في العينة.

يمكن تطبيق هذا المنهج على جميع أنواع المياه، حتى التي تحتوي على كمية معتبرة من الجزيئات المعلقة.

يمكن اعتبار اختيار التجارب المستعملة للبحث والتأكد للأجسام العضوية من مجموعة بكتيريا القولون، بما فيها إشريشيا كولي كجزء من سلسلة متتالية. إن أهمية التأكد لعينة ما تعتمد في جزء منه على طبيعة الماء والأسباب التي أدت إلى هذا الاختبار. عمليا، يدل البحث عن إشريشيا كولي المفترضة في الماء، كما هو مبين في (3.1)، عموما عن تلوث برازي حديث.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 18 صفر عام 1434 الموافق 31 ديسمبر سنة 2012، يجعل منهج البحث وإحصاء بكتيريا القولون وبكتيريا القولون المتقبلة للحرارة وإشريشيا كولي المفترضة في الماء إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى القانون رقم 05 - 12 المؤرخ في 28 جمادى الثانية عام 1426 الموافق 4 غشت سنة 2005 والمتعلق بالمياه، المعدل والمتمم،

- وبمقتضى 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 22 ذي الحجة عام 1426 الموافق 22 يناير سنة 2006 الذي يحدد نسب العناصر التي تحتويها المياه المعدنية الطبيعية ومياه المنبع وكذا شروط معالجتها أو الإضافات المسموح بها، المعدل والمتمم،

1. تعاريف

لمتطلبات هذا المنهج، تطبق التعاريف الآتية :

1. 1 بكتيريا القولون :

أجسام عضوية قادرة على تشكيل مستعمرات في الشروط الهوائية في $35 \pm 0,5$ م° أو $37 \pm 0,5$ م° فوق وسط لاکتوزي انتقائي وتبايني، مع تشكل حمض (وألدهيد) في 24 ساعة.

1. 2 بكتيريا القولون المتقبلة للحرارة :

أجسام عضوية تتجاوب مع التعريف المبين في (1.1)، لها نفس ميزات التخمر في 24 سا في $44 \pm 0,25$ م° أو $44,5 \pm 0,25$ م°.

1. 3 إشيريشيا كولي المفترضة :

بكتيريا قولون متقبلة للحرارة تتجاوب مع التعريف المبين في (1.1) والتي تشكل أيضا الغاز انطلاقا من اللاكتوز (والمينيتول) وكذلك الأندول انطلاقا من التريببتوفان في 24 سا، إما في $44 \pm 0,25$ م° أو $44,5 \pm 0,25$ م°.

2. المبدأ

تزرع عيّنات مأخوذة للتجربة مخففة أو غير مخففة في سلسلة من أنابيب اختبار تحتوي على وسط انتقائي لاکتوزي.

تفحص أنابيب الاختبار بعد التحضين لمدة 24 سا إلى 48 سا في $35 \pm 0,5$ م° أو في $37 \pm 0,5$ م°، إعادة الزرع لكل أنبوب اختبار أظهر تعكّر مع تشكّل غاز في وسط التأكيد الأكثر انتقاء والبحث عن إشيريشيا كولي المفترضة، يكون في وسط يمكن أن يثبت فيه تشكّل الأندول.

تحضن أوساط التأكيد لمدة 48 ساعة على الأكثر في $35 \pm 0,5$ م° أو $37 \pm 0,5$ م°، للبحث عن بكتيريا القولون، وفي 44 م° لمدة 24 ساعة على الأكثر للبحث عن بكتيريا القولون المتقبلة للحرارة وإشيريشيا كولي المفترضة.

يحسب بواسطة جداول إحصائية، العدد الأكثر احتمالا (ع.أ.إ) لبكتيريا القولون وبكتيريا القولون المتقبلة للحرارة وإشيريشيا كولي المفترضة، المحتمل وجودها في 100 ملل من العيّنة، انطلاقا من عدد الأنابيب التي أعطت نتائج تأكيد إيجابية.

3. المخففات وأوساط الزرع والكواشف :**3. 1 المركبات الأساسية :**

لتحضير أوساط الزرع والكواشف، تستعمل مكونات من نوعية متجانسة ومواد كيميائية ذات نوعية تحليلية، تتبع التعليمات المعطاة في "الجدول ب". للمعلومات عن الحفظ (أنظر منهج إحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع). من الممكن كذلك استعمال أوساط كاملة مجففة. تتبع إذا التعليمات المتعلقة بها حرفيا.

لتحضير الأوساط، يستعمل الماء المقطر أو ماء منزوع الأيونات، خال من المواد القادرة على منع نمو البكتيريا في شروط التجربة.

3. 2 المخفف :

لتحضير تخفيفات العينة، يستعمل أحد المخففات المنصوح بها في "الجدول ب"، يحضر المخفف طبقا للتعليمات المعطاة في "الجدول ب".

3. 3 أوساط العزل :

يستعمل وسط واحد أو أكثر من أوساط الزرع الآتية. التعليمات الخاصة بالتحضير معطاة في "الجدول ب".

3. 3. 1 مرق لاکتوزي**3. 3. 2 مرق ماك كونكني****3. 3. 3 وسط لاکتوزي محسن بالفلوتامات****والفورميات****3. 3. 4 مرق باللوريل تريبتوز (لاكتوز)****4. 3 أوساط التأكيد**

يستعمل وسط واحد أو أكثر من الأوساط الآتية :

4. 3. 1 أوساط لتشكّل الغاز**4. 3. 1. 1 مرق (صفراوي) لاکتوزي بالأخضر****اللامع****4. 3. 1. 2 وسط (EC)****4. 3. 2 وسط لتشكّل الأندول (ماء تريبتوني).****4. 3. 3 وسط لأنبوب اختبار وحيد لتشكّل الغاز****والأندول**

مرق تريبتوزي بالمانييتول، باللوريل سلفات وبالتريببتوفان.

التي أظهرت تعكس ناتج عن تكاثر البكتيريا وتشكل الغاز في أجراس دورهام، كذلك تشكل حمض إذا كان وسط العزل يحتوي على مؤشر العامل الهيدروجيني (pH). تحضن من جديد أنابيب الاختبار التي لم تبدأ أيا من هذه التغيرات وتفحص من جديد بعد 48 سا للبحث عن تفاعل إيجابي.

4. 6 اختبارات التأكيد :

تجدر الإشارة إلى أن التفاعلات الإيجابية في أنابيب الاختبار التي تحتوي على وسط العزل لا تدل إلا على وجود بكتيريا قولون مفترضة. من المهم إذا إجراء اختبارات التأكيد.

1. 4. 6 إعادة الزرع والتحضين والفحص

يعاد الزرع انطلاقا من كل أنبوب يحتوي على وسط العزل الذي أظهر نتيجة إيجابية في أنبوب واحد أو عدة أنابيب تحتوي على أوساط التأكيد (4.3) لإظهار تشكل الغاز والأندول.

الملاحظة الأولى : إذا استعمل مرق لاكتوزي الأقل منعا للعزل، ينصح بإعادة الزرع فوق أحد وسطي التأكيد الأكثر انتقاء [مرق صفراوي لاكتوزي بالأخضر اللامع أو مرق (EC) للتأكيد.

1. 1. 4. 6 بكتيريا القولون

لتأكيد وجود بكتيريا القولون، يحضن أنبوب الاختبار الذي يحتوي على مرق (صفراوي) لاكتوزي بالأخضر اللامع (1. 1. 4. 3) في 35 م° أو في 37 م° ويكشف عن تشكل الغاز في 48 سا.

2. 1. 4. 6 بكتيريا القولون المتقبلة للحرارة وإشيريشيا كولي المفترضة

لتأكيد وجود بكتيريا القولون المتقبلة للحرارة، يحضن أنبوب اختبار آخر يحتوي على وسط (EC) (2. 1. 4. 3) في 44 م° لمدة 24 سا ويكشف عن تشكل الغاز.

لتأكيد وجود إشيريشيا كولي مفترضة، يحضن أنبوب اختبار يحتوي على ماء تريبتوني (2. 4. 3) للكشف عن الأندول في 44 م° لمدة 24 سا. ثم يضاف 0,2 ملل إلى 0,3 ملل من كاشف كوفاكس (1. 5. 3) في الأنبوب الذي يحتوي على ماء تريبتوني : يدل ظهور اللون الأحمر بعد المزج بعناية على وجود الأندول.

5. 3 الكواشف

1. 5. 3 كاشف كوفاكس للبحث عن الأندول

2. 5. 3 كاشف الأكسيدان للبحث عن الأكسيدان

4. التجهيزات

الأجهزة المتداولة في مخبر الميكروبيولوجيا، بما فيها :

1. 4 فرن ذو هواء ساخن للتعقيم بالحرارة الجافة وجهاز التعقيم

إضافة إلى التجهيزات التي تستلم معقمة، يجب تعقيم الأواني الزجاجية وجميع الأجهزة الأخرى طبقا للتعليمات المعطاة في منهج إحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع.

2. 4 جهاز التحضين أو الحمام المائي، يمكن ضبطه في 35 م° ± 0,5 م° أو 37 م° ± 0,5 م°.

3. 4 جهاز التحضين أو الحمام المائي، يمكن ضبطه في 44 م° ± 0,25 م° أو 44,5 م° ± 0,25 م°.

4. 4 جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH)

5. اقتطاع العينة

تقتطع العينات وترسل إلى المخبر طبقا لمنهج إحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع.

6. طريقة العمل

1. 6 تحضير العينة وزرع الأوساط

لتحضير العينة والتخفيفات وزرع أوساط العزل بالعينات المأخوذة للتجربة، تتبع التعليمات المعطاة في منهج إحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع. تزرع أنابيب الاختبار التي تحتوي على وسط عزل ذي تركيز مضاعف، بالعينات المأخوذة للتجربة بأحجام 5 ملل أو أكثر.

2. 6 تحضين الأنابيب :

تحتضن الأنابيب المزروعة في 35 م° ± 0,5 م° أو في 37 م° ± 0,5 م° لمدة 48 سا.

3. 6 فحص أنابيب الاختبار :

يفحص الزرع في أنابيب الاختبار بعد التحضين لمدة 18 إلى 24 سا وتعتبر كتفاعلات إيجابية الأنابيب

7. التعبير عن النتائج

انطلاقاً من عدد الأنابيب التي تحتوي على وسط العزل التي أعطت تفاعلات إيجابية لتجارب التأكيد، يحسب بالاستناد إلى جداول الإحصاء الموجودة في منهج إحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع، العدد الأكثر احتمالاً لبكتيريا القولون وبكتيريا القولون المتقبلة للحرارة وإشيريشيا كولي المفترضة الموجودة في 100 ملل من العينة.

الجدول 1

معلومات ميكروبيولوجية مكملّة متعلّقة بتحليل الماء للبحث من الأجسام العضوية من مجموعة بكتيريا القولون

للتحليل الروتيني للماء، يمكن وصف مجموعة بكتيريا القولون عموماً بالمصطلحات الميكروبيولوجية ولو لم تكن مصنفة كآلاتي :

بكتيريا القولون عبارة عن بكتيريا على شكل عصيات، غرام سلبي، لا تشكل أبواغ، تعطي تفاعلاً سلبياً مع الأكسجين، تستطيع النمو في الشروط الهوائية وكذلك اللاهوائية بوجود الأملاح الصفراوية (أو مشتق ناشط له نفس خصائص منع النمو)، وأيضاً قادرة على إحداث تخمر اللاكتوز (والمانيتول) مع تشكيل حمض، غاز وألدهيد في 48 ساعة عندما تحضن في درجة حرارة محصورة بين 35 م° و 37 م°.

بكتيريا القولون المتقبلة للحرارة عبارة عن بكتيريا القولون لها نفس الخصائص البيولوجية والتخمير عندما يتم حضنها في درجة حرارة 44 م° و 44,5 م°.

إشيريشيا كولي المفترضة عبارة عن بكتيريا قولون متقبلة للحرارة قادرة كذلك على تشكيل الأندول انطلاقاً من التريبتوفان.

يمكن اعتبار إشيريشيا كولي المفترضة هي الأشيريشيا كولي التي تعطي أيضاً تفاعلاً إيجابياً أثناء التجارب مع أحمر الميثيل وتستطيع نزع الكربوكسيل من حمض (L - غلوتاميك)، لكنها غير قادرة على تشكيل الأستيل مثيل كربينول، تستعمل السيترات كمصدر وحيد للكربون أو النمو في مرق بسانور البوتاسيوم (KCN).

الملاحظة 2 : يسمح استعمال مرق تريببتوزي

بالمانيتول، باللوريل سولفات والتريببتوفان، بإظهار تشكل الغاز والأندول من طرف إشيريشيا كولي.

الملاحظة 3 : يعتبر الكشف عن إشيريشيا كولي

المفترضة دليلاً كافياً لتلوث برازي. إلا أنه يمكن إنجاز تجارب مكملّة لإشيريشيا كولي إذا اقتضى الأمر (5.6).

الملاحظة 4 : عند إعادة زرع المستعمرات فوق

غشاء داخل أنابيب تحتوي على أوساط التأكيد، من الأحسن إعادة الزرع أيضاً فوق علبة تحتوي على وسط مغذ هلامي لأجراء اختبار الأكسجين.

5.6 اختبار الأكسجين

تستطيع بعض البكتيريا الموجودة في الماء أن تكون لاعتبارات عديدة مطابقة لتعريف بكتيريا القولون، لكن لا يمكنها تشكيل الغاز انطلاقاً من اللاكتوز إلا في درجات حرارة تقل عن 37 م°. فهي تعطي إذا نتائج سلبية أثناء تجارب التأكيد الموحدة لبكتيريا القولون ووجودها في الماء غير معبر. لأن صنف الأيرومون الموجود طبيعياً في الماء يتفاعل فقط في درجة 37 م° وأقل. من الضروري فقط إنجاز اختبار الأكسجين بتحديد بكتيريا القولون.

1.5.6 ينجز اختبار الأكسجين على مزارع نقية

من البكتيريا بالعمل على تخمر اللاكتوز، مزرعة فوق وسط مغذ هلامي كآلاتي :

- توضع قطرتان أو 3 قطرات من كاشف الأكسجين محضر حديثاً (2.5.3) فوق ورق الترشيح في علبة بتري،

- بواسطة عود زجاجي أو عود قطني أو حلقة من البلاتين (وليس من النيكل - كروم)، ينشر جزء من الزرع فوق ورق الترشيح المحضر (الملاحظة 4)،

- يعتبر ظهور لون أزرق بنفسجي داكن في خلال 10 ثوان كتفاعل إيجابي.

الملاحظة 5 : في كل مرة يستعمل فيها كاشف

الأكسجين، تنجز تجارب المراقبة بمزارع أجسام عضوية معروفة والتي تعطي تفاعلاً إيجابياً (بسودوموناس أيروجينوزا) وكذلك مع زرع يعطي تفاعلاً سلبياً (إشيريشيا كولي).

الجدول ب

أوساط الزرع والكواشف والمخففات

وسط العزل

مرق لاكتوزي

وسط ذو تركيز مضاعف

بيتون	10 غ
لاكتوز	10 غ
مستخلص اللحم	6 غ
ماء مقطر	1000 ملل

- تذوب المكونات في الماء المغلي.

- إذا اقتضى الأمر يضبط العامل الهيدروجيني (pH) بحيث يصبح بعد التعقيم $6,9 \pm 0,2$. يحضر وسط ذو تركيز بسيط بتخفيف الوسط ذي التركيز المضاعف بحجم مساو من الماء المقطر.

مرق ماك كونكي

وسط ذو تركيز مضاعف

أملاح صفراوية	10 غ
بيتون	40 غ
لاكتوز	20 غ
كلورور الصوديوم	10 غ
أحمر أرجواني البروموكريزول [محلول إيثانولي لـ 1 % (ح/ح)	2 ملل
ماء مقطر	1000 ملل

- يذوب في الماء وبالتسخين البيتون وكلورور الصوديوم والأملاح الصفراوية وتحفظ في درجة حرارة 4 م° ليلة كاملة.

يرشح بعدما يصبح الخليط باردا، يضاف اللاكتوز ويذوب.

- يضبط العامل الهيدروجيني (pH) في $7,4 \pm 0,2$. ويضاف أحمر أرجواني البروموكريزول ضروريا.

وسط ذو تركيز عادي

- يحضر الوسط ذو التركيز العادي بتخفيف الوسط ذي التركيز المضاعف بنفس الحجم من الماء المقطر أو يحضر مباشرة بتقسيم تركيز المكونات إلى اثنين،

- يوزع الوسط ذو التركيز العادي على أحجام 5 ملل والوسط ذو التركيز المضاعف على أحجام 10 ملل أو 50 ملل في أنابيب الاختبار أو في قارورات تحتوي على جرس دورهام. توضع في جهاز التعقيم في درجة حرارة 115 م° لمدة 10 دقائق.

وسط لاكتوزي محسن بالغلوتامات والفورميات

وسط ذو تركيز مضاعف

لاكتوز	20 غ
ملح الصوديوم لحمض L غلوتاميك	12,7 غ
أحادي الكلوريدات لـ (+) L أرجنين	0,048 غ
حمض (-) L أسبارتيك	0,04 غ
L سيستين	0,04 غ
فورميات الصوديوم	0,5 غ
أحادي هيدرو جينو فوسفات البوتاسيوم	1,8 غ
كلورور الأمونيوم	5 غ
سulfates المغنيزيوم ($MgSO_4 \cdot 7 H_2O$)	0,02 غ
كلورور الكالسيوم ($CaCl_2 \cdot 2 H_2O$)	0,02 غ
بلورات سترات الحديد (III)	0,02 غ
تيامين (هيدروكلورور الأنورين)	0,002 غ
حمض النيكوتينيك	0,002 غ
حمض البانتوتنيك	0,002 غ

أحمر أرجواني البروموكريزول

(محلول لـ 1 % (ك/ك) في الإيثانول 2 ملل
ماء مقطر، يكمل حتى 1000 ملل

المحلول 6

محلول التامين المعقم بـ 0,1 % في الماء المقطر.

من الأحسن تحضير هذا المحلول بإضافة محتوى قارورة صغيرة (100 ملغ) بطريقة مطهرة لـ 99 ملل من الماء المقطر معقم. يحفظ هذا المحلول في 4 م مع إلغاء استعماله في أجل لا يتعدى 6 أسابيع.

لتحضير 10 لترات من وسط ذي تركيز مضاعف، تذوب كميات مناسبة من ملح الصوديوم، حمض (+) (L) غلوتاميك، فورميات الصوديوم، أحادي هيدروجينو فوسفات البوتاسيوم، كلورور الأمونيوم وسلفات المغنيزيوم في 9 لتر من الماء المقطر الساخن. ثم تضاف جميع المحاليل 1 و 2 و 3 و 4 و 4 ملل من المحلول 5. إذا اقتضى الأمر، يضبط العامل الهيدروجيني (pH) ليصبح 6,8 أو أكثر، بحيث يكون العامل الهيدروجيني (pH) النهائي بعد التعقيم 6,7. إذا استعملت نفس الأجهزة ونفس مناهج التعقيم، يجب أن تحدث نفس التغيرات للعامل الهيدروجيني (pH) خلال عملية التعقيم. يمكن أن تكون التجارب التمهيدية ضرورية لجعل الهيدروجيني (pH) صحيح قبل التعقيم.

بعد ضبط العامل الهيدروجيني (pH)، يضاف 20 ملل من محلول إثنانولي يحتوي على 1 % من أحمر أرجوان البروموكريزول. يكمل الحجم للحصول على حجم نهائي يساوي 10 لترات. يحتاج ذلك إلى حوالي 810 ملل من الماء المقطر. إذا لم يستعمل الوسط الكامل مباشرة، يسكب في قارورات سعتها 500 ملل ويوضع في جهاز التعقيم في درجة حرارة 115 م لمدة 10 دقائق. للاستعمال، تضاف كمية من اللاكتوز ومحلول التيامين (محلول 6) إذا اقتضى الأمر، يترك ليذوب، ثم يوزع بأحجام 10 ملل و 50 ملل. يجب أن يحتوي كل أنبوب اختبار أو قارورة على جرس دورهام. من المهم التأكد أنه بعد المرور بجهاز التعقيم وقبل الاستعمال، يكون جرس دورهام مملوء كلياً بالوسط. في الحالة العكسية، من المحتمل الحصول على نتيجة إيجابية خاطئة لتشكيل الغاز. تعقم في درجة حرارة 115 م لمدة 10 دقائق أو توضع في جهاز التحضين في 100 م لمدة 30 دقيقة لمدة 3 أيام متتالية.

وسط ذو تركيز بسيط

– يحضر وسط ذو تركيز بسيط بتخفيف الوسط ذي التركيز المضاعف مع حجم مساو من الماء المقطر ويوزع بأحجام تقدر بـ 5 ملل داخل أنابيب تحتوي على جرس دورهام.

– تعقم في 115 م لمدة 10 دقائق أو توضع في جهاز التحضين في 100 م لمدة 30 دقيقة لمدة 3 أيام متتالية.

من الأنسب أن يحضر الوسط بكميات تقدر بـ 10 لترات أو أكثر. إذا لم يوزع في أنابيب الاختبار مباشرة، يستحسن ألا يدمج معها اللاكتوز والتيامين وتضاف فقط قبل الاستعمال. من السهل إضافة بعض المكونات على شكل محاليل متفرقة محضرة كالاتي :

المحلول الأول

أحادي الكلورات لـ (+) L أرجنين 0,4 غ
حمض (-) L أسبارتيك 0,48 غ
ماء مقطر 50 ملل

يسخن للتذويب.

المحلول 2

L سيستين 0,4 غ
هيدروكسيد الصوديوم (5 مول/ل) 10 ملل
ماء مقطر 90 ملل

يسخن للتذويب.

المحلول 3

حمض النيكوتينيك 0,02 غ
حمض البانتوتينيك 0,02 غ
ماء مقطر 5 ملل

يذوب في البرودة.

المحلول 4

بلورات سيترات الحديد (III) 0,2 غ
ماء مقطر 10 ملل

يسخن للتذويب.

المحلول 5

كلورور الكالسيوم ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 5 غ
ماء مقطر 100 ملل
حمض الكلورديك المركز 0,1 ملل

يذوب في البرودة ويعقم في درجة حرارة 121 م لمدة 20 دقيقة. يحفظ كمحلول أم.

الملاحظة 6 : يمكن أن تعطي إضافة حلاصة الكازيين

لـ 0,1 % (ك/ك) خالية من الفيتامين نتائج أسرع.

مرق تريبتوزي بالوريل سولفات

وسط ذو تركيز مضاعف

تريبتوز	40 غ
لاكتوز	10 غ
كلورور الصوديوم	10 غ
أحادي هيدروجينو فوسفات البوتاسيوم	5,5 غ
ثنائي هيدروجينو فوسفات البوتاسيوم	5,5 غ
لوريل سلفات الصوديوم ذو نقاوة عالية	0,2 غ
ماء مقطر	1000 ملل

- يضاف التريبتوز، كلورور الصوديوم، اللاكتوز والفوسفات للماء ويسخن للتذويب.

- يضاف لوريل سولفات الصوديوم ويخلط برفق لتجنب تشكل رغوة.

- يضبط العامل الهيدروجيني (pH) في $6,8 \pm 0,2$.

- يحضر وسط ذو تركيز بسيط بتخفيف الوسط ذي التركيز المضاعف بحجم مساو من الماء المقطر.

- يوزع الوسط ذو التركيز البسيط بأحجام 5 ملل والوسط ذو التركيز المضاعف بأحجام 10 ملل و 50 ملل. يجب أن يحتوي كل أنبوب اختبار أو قارورة على جرس دورهام.

- يوضع في جهاز التعقيم في درجة حرارة 115 م° لمدة 10 دقائق.

أوساط التأكيد

مرق (صفراوي) لكتوزي بالأخضر اللامع (لتشكل

الغاز)

ببتون	10 غ
لاكتوز	10 غ
صفراء البقر مجففة	20 غ
أخضر لامع [محلول لـ 0,1 % (ك/ك)]	13 ملل
ماء مقطر، يكمل حتى	1000 ملل

- تذوب الببتون في 500 ملل من الماء المقطر.

- تضاف 20 غ من صفراء البقر المجففة محللة في 200 ملل من الماء المقطر. يجب أن يكون العامل الهيدروجيني (pH) لهذا المحلول محصور بين 7,0 و 7,5.

- يكمل الحجم بإضافة الماء المقطر بتقريب 975 ملل.

- يضاف اللاكتوز ويضبط العامل الهيدروجيني (pH) في 7,4.

- يضاف محلول الأخضر اللامع ويكمل الحجم إلى 1000 ملل بإضافة الماء المقطر.

- توزع أحجام بـ 5 ملل في أنابيب اختبار تحتوي على أجراس دورهام مقلوبة وتوضع داخل جهاز التعقيم في درجة حرارة 115 م° لمدة 10 دقائق.

وسط (EC) (لتشكل الغاز)

تريبتوز أو تريبتيكاز	20 غ
لاكتوز	5 غ
خليط الأملاح الصفراوية	
أو أملاح صفراوية رقم 3	1,5 غ
أحادي هيدروجينو فوسفات البوتاسيوم	4 غ
ثنائي هيدروجينو فوسفات البوتاسيوم	1,5 غ
كلورور الصوديوم	5 غ
ماء مقطر	1000 ملل

قبل التعقيم يوزع في أنابيب اختبار بحيث يغطي الوسط على الأقل جزءا من جرس دورهام بعد التعقيم.

يجب أن يساوي العامل الهيدروجيني (pH) بعد التعقيم 6,9.

ماء تريبتوني (لتفاعل الأندول)

يعطي بعض الببتون نتائج مرضية في التجارب التي تجرى 35 م° أو 37 م° وغير مرضية في تجربة الأندول في 44 م°. ثبت أن التريبتون يعطي نتائج مرضية لذا ينصح به.

تريبتون	20 غ
كلورور الصوديوم	5 غ
ماء مقطر	1000 ملل

- تذوب المكونات في الماء ويضبط العامل الهيدروجيني (pH) في 7,5.

- توزع بأحجام 5 ملل وتوضع في جهاز التعقيم في درجة حرارة 115 م° لمدة 10 دقائق.

الملاحظة 7 : إن إضافة التريبتوفان D أو DL بـ 0,1 % (ك/ك) يمكن أن يحسن فعالية الوسط.

مرق تريبتوزي بالمانياتول، باللوريل سلفات وبالتريبتوفان

(قارورة وحيدة لتشكل الغاز والأندول)

تريبتوز 20 غ
مانياتول 5 غ
كلورور الصوديوم 5 غ
أحادي هيدروجينو فوسفات البوتاسيوم 2,75 غ
ثنائي هيدروجينو فوسفات البوتاسيوم 2,75 غ
لوريل سلفات الصوديوم 0,1 غ
تريبتوفان (-) L 0,2 غ
ماء مقطر 1000 ملل

- يضاف إلى الماء التريبتوز وكلورور الصوديوم والمانياتول والفوسفات والتريبتوفان ويسخن للتذويب.

- يضاف لوريل سلفات الصوديوم ويخلط برفق لاجتناب تشكل رغوة.

- يضبط العامل الهيدروجيني (pH) في $6,8 \pm 0,2$.
- توزع بأحجام تساوي 5 ملل في أنابيب تحتوي على جرس دورهام.

- توضع في جهاز التعقيم في درجة حرارة 115 م° لمدة 10 دقائق.

الكواشف

كاشف كوفاكس للأندول

p - ثنائي الميثيل أمينو بنزلاهديد 5 غ
كحول الأميليك 75 ملل
حمض الكلوريدريك (p = 1,18 غ/ملل) 25 ملل

- يذوب الألدهيد في كحول الأميليك.

- يضاف الحمض المركز برفق. يوضع بعيدا عن الضوء في درجة حرارة 4 م°.

الملاحظة 8 : يجب أن يتغير لون الكاشف من الأصفر الفاتح إلى الأسمر الفاتح، لقد اتضح أن بعض عينات كحول الأميليك غير مرضية وتعطي لونا داكنا مع الألدهيد.

كاشف الأكسيدان

ثنائي كلورات p - فنيلان ديامين 0,1 غ
ماء مقطر 10 ملل

لا يحفظ هذا الكاشف، لذا يجب أن يحضر بكميات صغيرة قبل كل استعمال.

المخففات

مخفف بالببتون (0,1%)

ببتون 1 غ
ماء مقطر 1000 ملل

- تذوب الببتون في حوالي 950 ملل من الماء.

- يضبط العامل الهيدروجيني (pH) بمحلول هيدروكسيد الصوديوم أو بمحلول حمض الكلوريديك (1 مول/ل) ليصبح بعد التعقيم $7,0 \pm 0,1$.

- يكمل الحجم بالماء للحصول على 1000 ملل، ويوزع بأحجام مستعملة وتوضع في جهاز التعقيم في درجة حرارة 121 م° ± 1 م° لمدة 15 دقيقة.

محلول ملحي ببنتوني

ببتون 1 غ
كلورور الصوديوم 8,5 غ
ماء مقطر 1000 ملل

- تذوب المكونات في حوالي 950 ملل من الماء موضوع للغليان.

- يضبط العامل الهيدروجيني (pH) بهيدروكسيد الصوديوم أو محلول حمض الكلوريدريك (1 مول/ل) ليصبح بعد التعقيم $7,0 \pm 0,1$.

- يكمل الحجم بالماء للحصول على 1000 ملل، ويوزع على أحجام مستعملة ويوضع في جهاز التعقيم في درجة حرارة 121 م° ± 1 م° لمدة 15 دقيقة.

هلام مغذي

مستخلص اللحم	1,0 غ
ببتون	1,0 غ
كلورور الصوديوم	5 غ
هلام	15 غ

- تسكب المكونات في الماء وتسخن للتذويب.
- يضبط العامل الهيدروجيني (pH) في 8,2 بواسطة هيدروكسيد الصوديوم (1 مول/ل) ويغلى لمدة 10 دقائق.
- يصفى بالترشيح ويضبط العامل الهيدروجيني (pH) 7,2 + 7,4.
- يوزع في قارورات سعتها 100 ملل وتنقل إلى جهاز التعقيم مضبوط في درجة حرارة 121 م° + 1 م° لمدة 15 دقيقة.

محلول رنجار (مخفف إلى الربع)

كلورور الصوديوم	2,25 غ
كلورور البوتاسيوم	0,105 غ
كلورور الكالسيوم (خال من الماء)	0,12 غ
هيدروجينو كربونات الصوديوم	0,05 غ
ماء مقطر	1000 ملل

- تذوب المكونات وتوزع بأحجام مستعملة.
- تعقم في جهاز التعقيم في درجة حرارة 121 م° ± 1 م° لمدة 15 دقيقة. يجب أن يساوي العامل الهيدروجيني (pH) النهائي 7,0 ± 0,1.

محلول مثبت بالفوسفات

ثنائي هيدروجينو فوسفات البوتاسيوم	42,5 ملغ
كلورور المغنزيوم	190 ملغ
ماء مقطر	1000 ملل

التحضير

أ) محلول الفوسفات

- تذوب 34 غ من الفوسفات في 500 ملل من الماء المقطر.

- يضبط العامل الهيدروجيني (pH) في 7,2 + 0,5 بمحلول هيدروكسيد الصوديوم لـ 1 مول / ل ويكمل الحجم بالماء المقطر حتى 1000 ملل.

ب) محلول كلورور المغنزيوم

- يذوب 38 غ من كلورور المغنزيوم في 1000 ملل من الماء المقطر.

المحلول النهائي

- للاستعمال، يضاف 1,25 ملل من محلول الفوسفات (أ) و 5,0 ملل من محلول كلورور المغنزيوم (ب) لـ 1000 ملل من الماء المقطر. يوزع بأحجام مستعملة ويعقم في جهاز التعقيم في درجة حرارة 121 م° + 1 م° لمدة 15 دقيقة. يجب أن يساوي العامل الهيدروجيني (pH) النهائي في 7,0 + 0,1.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 23 رجب عام 1433 الموافق 13 يونيو سنة 2012، يجل مناهج البحث وإحصاء أبواغ الأجسام الدقيقة اللاهوائية المرجعة للسولفيت (كلوستريديا) إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى القانون رقم 05 – 12 المؤرخ في 28 جمادى الثانية عام 1426 الموافق 4 غشت سنة 2005 والمتعلق بالمياه، المعدل والمتمم،

– وبمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 – 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 22 ذي الحجة عام 1426 الموافق 22 يناير سنة 2006 الذي يحدد نسب العناصر التي تحتويها المياه المعدنية ومياه المنبع وكذا شروط معالجتها أو الإضافات المسموح بها، المعدل والمتمم،

– وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل مناهج البحث وإحصاء أبواغ الأجسام الدقيقة اللاهوائية المرجعة للسولفيت إجباريا.

المادة 2 : من أجل البحث وإحصاء أبواغ الأجسام الدقيقة اللاهوائية المرجعة للسولفيت، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 23 رجب عام 1433 الموافق 13 يونيو سنة 2012.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج البحث وإحصاء أبواغ الأجسام الدقيقة اللاهوائية المرجعة للسولفيت (كلوستريديا)

يحدد هذا المنهج، البحث وإحصاء أبواغ الأجسام الدقيقة اللاهوائية المرجعة للسولفيت (كلوستريديا) بواسطة الاغتناء في وسط سائل.

يطبق هذا المنهج، على جميع أنواع المياه بما فيها المياه العكرة.

1. تعريف

لمتطلبات هذا المنهج، يطبق التعريف الآتي :

كلوستريديا : هي أجسام دقيقة لا هوائية، تشكل أبواغا ومرجعة للسولفيت وتنتمي إلى عائلة البكتيريا عصوية الشكل (Bacillacées) ونوع كلوستريديوم (Clostridium).

2. المبدأ

يتم البحث عن أبواغ الأجسام الدقيقة اللاهوائية، المرجعة للسولفيت (كلوستريديا) في عينة من الماء ذات حجم معين، على المراحل الآتية :

1.2 انتقاء الأبواغ

يتم انتقاء الأبواغ في العينة عن طريق التسخين لمدة زمنية كافية لإتلاف البكتيريات الجذرية.

2.2 الزرع من طريق الاغتناء

يتم البحث وحساب أبواغ الأجسام الدقيقة اللاهوائية المرجعة للسولفيت عن طريق زرع أحجام من العينة في أوساط سائلة للاغتناء يتبعها تحضين في شروط لاهوائية في $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ لمدة 44 ± 4 ساعات.

3. أوساط الزرع والكواشف

1.3 المواد الأساسية

لتحسين تكرارية النتائج، ينصح باستعمال مركبات أساسية مجففة أو أوساط كاملة مجففة لتحضير المخففات وأوساط الزرع. وبنفس الطريقة يمكن استعمال كواشف جاهزة للاستعمال. يجب اتباع تعليمات الصانع بدقة.

كما يجب أن تكون المواد الكيميائية المستعملة لتحضير أوساط الزرع والكواشف ذات نوعية تحليلية معروفة.

يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا أو ماء خاليا من المعادن والمواد التي تمنع نمو الأجسام الدقيقة وذلك في ظروف التجربة.

يجب أن تجري قياسات العامل الهيدروجيني (pH) وجعله في درجة حرارة 25°C .

إذا لم تستعمل أوساط الزرع المحضرة فورا فيجب حفظها في الظلام في 4°C لمدة شهر واحد على الأكثر، إلا في الحالات المخالفة.

يحفظ بين 2 و 5°م

ينصح بتحضير محلول جديد كل 14 يوما.

4. 2. 3 سيترات الحديد (III) ($C_6H_5O_7Fe$) محلول في 7 % (ك/ك).

يذوب 7 غ من سيترات الحديد (III) في 100 ملل من الماء. يعقم عن طريق الترشيح.

يحفظ بين 2 و 5°م

ينصح بتحضير محلول جديد كل 14 يوما.

5. 2. 3 وسط كامل

1. 5. 2. 3 تخلط أحجام متساوية كمحالييل سولفيت الصوديوم (3. 2. 3) وسيترات الحديد (III) (4. 2. 3) في يوم القيام بالتحليل.

2. 5. 2. 3 يضاف 0,5 ملل من الخليط (1. 5. 2. 3) في كل قارورة من الوسط ذي تركيز بسيط (1. 2. 2. 3) المسخن والمبرد.

3. 5. 2. 3 يضاف 0,4 ملل من الخليط (1. 5. 2. 3) لكل حجم من 10 ملل و 2 ملل للخليط لكل حجم من 50 ملل من الوسط ذي تركيز مضاعف. تعالج هذه الأحجام بنفس الطريقة.

4. التجهيزات والأدوات الزجاجية للمختبر

المواد الزجاجية والأجهزة المستعملة عادة في مختبر البكتيريولوجيا هي :

1. 4 قارورات أو حوجلات مغلقة بإحكام من الزجاج أو من (Borosilicaté) سعتها 200، 100، 25 ملل.

2. 4 ماصات حجمية، سعتها 10 ملل و 1 ملل.

3. 4 حمامات مائية، مراقبة حراريا.

4. 4 أنابيب اختبار، قطرها 150 ملم x 13 ملم.

5. 4 خيط الحديد.

6. 4 أجهزة التحضين مضبوطة في 37°م ± 1°م.

5. اقتطاع العينات

يجري اقتطاع العينات في شروط تجريبية مناسبة.

6. طريقة العمل

1. 6 معالجة العينات

فيما يخص المنهج المتبع لحفظ ومعالجة العينة، يستند إلى منهج إحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع.

2. 6 انتقاء الأبواغ (التقنية)

قبل إجراء التجربة، يجب أن تسخن عينة الماء في حمام مائي 75°م ± 5°م لمدة 15 دقيقة انطلاقا من لحظة بلوغ درجة الحرارة هذه. في المقابل يجب استعمال كشاهد قارورة مماثلة تحتوي على حجم من الماء مماثل لحجم العينة للتجربة للتحقق من الزمن اللازم للتسخين. يمكن تسجيل درجة حرارة الماء الموجودة في القارورة الشاهد بطريقة مستمرة بواسطة جهاز قياس درجة الحرارة.

2. 3 أوساط الزرع المخفف

1. 2. 3 المخفف

يستعمل مخفف واحد من المخففات المذكورة في منهج الخطوط التوجيهية العامة لإحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع.

2. 2. 3 وسط مدمم خاص لـكلوستريديا (DRCM)

1. 2. 2. 3 الوسط الأساسي ذو تركيز بسيط

التركيب

لحم مهضوم في بيبتون تريبتيك 10 غ
مستخلص لحم 10 غ
مستخلص الخميرة 1,5 غ
النشاء 1 غ
أسيطان الصوديوم ممي 5 غ
غلوكوز 1 غ
كلورور L - سيستين 0,5 غ
ماء 1000 ملل

التحضير :

يخلط البيبتون، مستخلص اللحم وأسيطات الصوديوم ومستخلص الخميرة بـ 800 ملل من الماء.

يحضر محلول النشاء بـ 200 ملل من الماء المقطر الباقية على الطريقة الآتية :

يخلط النشاء مع كمية قليلة من الماء البارد ليصبح عجينة. يسخن الماء الباقي حتى يبدأ في الغليان ثم يدخل ببطء في العجينة مع الرج باستمرار. يضاف حينئذ محلول النشاء للخليط الأول ويسخن إلى غاية بلوغ نقطة الغليان وذوبان الخليط. في النهاية، يضاف الغلوكوز وكلوروهيدرات L - سيستين، يذوب.

يعدل العامل الهيدروجيني بجعله بين 7,1 إلى 7,2 بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم لـ 1 مول/ل.

تنقل كمية تقدر بـ 25 ملل من الوسط إلى قارورات ذات أغطية مغلقة بإحكام سعتها 25 ملل. تعقم لمدة 15 دقيقة بواسطة جهاز التعقيم في 121°م ± 1°م.

3. 2. 2. 3 وسط أساسي ذو تركيز مضامف

يحضر الوسط الأساسي ذو التركيز المضاعف كما في (1. 2. 2. 3) لكن بإنقاص حجم الماء المقطر إلى النصف.

تنقل منه كميات، تقدر بـ 10 ملل و 50 ملل على التوالي من الوسط إلى قارورات ذات أغطية مغلقة بإحكام ذات سعرات تقدر بـ 25 ملل و 100 ملل على التوالي.

تعقم بجهاز التعقيم لمدة 15 دقيقة في 121°م ± 1°م.

3. 2. 3 سولفيت الصوديوم ($Na_2S_2O_3$)، محلول

في 4 % (ك/ك).

يذوب 4 غ من سولفيت الصوديوم المجفف في 100 ملل من الماء. يعقم عن طريق الترشيح.

3.6 زرع التطعيم والتحصين

يضاف 50 ملل من العينة (2.6) إلى قارورة ذات غطاء مغلق بإحكام تحتوي على 50 ملل من وسط ذي تركيز مضاعف (3.5.2.3).

يضاف 10 ملل من العينة (2.6) إلى سلسلة تتكون من 5 قارورات ذات أغشية مغلقة بإحكام سعتها 25 ملل تحتوي على 25 ملل من وسط ذي تركيز مضاعف (3.5.2.3).

يضاف 1 ملل من العينة (2.6) إلى سلسلة تتكون من 5 قارورات ذات أغشية مغلقة بإحكام سعتها 25 ملل وتحتوي على 25 ملل من وسط ذي تركيز بسيط (2.5.2.3).

إذا اقتضى الأمر، يضاف 1 ملل من التخفيف 10/1 من العينة (2.6) إلى سلسلة تتكون من 5 قارورات ذات أغشية مغلقة بإحكام تحتوي على 25 ملل من وسط ذي تركيز بسيط (2.5.2.3).

لإجراء فحص نوعي لـ 100 ملل من ماء صالح للشرب أو ماء معبأ بدون إجراء الحساب بطريقة (ع.أ.إ)، تستعمل حوجلة سعتها 200 ملل تحتوي على خليط من 100 ملل من وسط ذي تركيز مضاعف (3.5.2.3) و 100 ملل من العينة (2.6).

إذا اقتضى الأمر، تملأ جميع القارورات بوسط ذي تركيز بسيط (2.5.2.3) بطريقة يصل فيها السائل إلى العنق بعد التأكد من عدم وجود أي حجم صغير من الهواء. تغلق القارورات بإحكام وتحضن في وسط لا هوائي.

تحضن القارورات $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ لمدة 44 ± 4 ساعات.

ملاحظة: يمكن أن تنفجر الأحجام الكبيرة التي تحتوي على مرق الزرع الموجودة في قارورات زجاجية مغلقة بإحكام بسبب تشكل الغاز. كما أن استعمال خيط من الحديد مسخن حتى الاحمرار ووضعه في الوسط قبل التحضين يمكن أن يخلق وسطا لا هوائيا.

4.6 التفسير

تعتبر قارورات موجبة إذا لوحظ فيها اسوداد ناتج عن ارجاع السولفيت وترسب سولفير الحديد (II).

7. التعبير عن النتائج

يعبر عن النتائج حسب منهج إحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع.

قرار مؤرخ في 21 محرم عام 1434 الموافق 5 ديسمبر سنة 2012، يجعل منهج كشف وإحصاء بسودوموناس أيروجينوزا في الماء بالترشيح فوق الغشاء، إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى القانون رقم 05 - 12 المؤرخ في 28 جمادى الثانية عام 1426 الموافق 4 غشت سنة 2005 والمتعلق بالمياه، المعدل والمتمم،

- وبمقتضى 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 22 ذي الحجة عام 1426 الموافق 22 يناير سنة 2006 الذي يحدد نسب العناصر التي تحتويها المياه المعدنية الطبيعية ومياه المنبع وكذا شروط معالجتها أو الإضافات المسموح بها، المعدل والمتمم،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالموصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج كشف وإحصاء بسودوموناس أيروجينوزا في الماء بالترشيح فوق الغشاء، إجباريا.

المادة 2 : من أجل كشف وإحصاء بسودوموناس أيروجينوزا في الماء بالترشيح فوق الغشاء، فإن

مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش وتلك 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 21 محرم عام 1434 الموافق 5 ديسمبر سنة 2012.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج كشف وإحصاء بسودوموناس أيروجينوزا في الماء بالترشيح فوق الغشاء

يصف هذا المنهج تقنية عزل وإحصاء بسودوموناس أيروجينوزا في عينات الماء المعبأ، بالترشيح فوق الغشاء.

يمكن أن يطبق هذا المنهج على أنواع أخرى من المياه تحتوي على مجموعة قليلة من الكائنات الحية الدقيقة المتداخلة، على سبيل المثال مياه المسبح والمياه الموجهة للاستهلاك البشري.

1. التعاريف

لتطلبات هذا المنهج، يطبق التعريف الآتي :

1 - 1 بسودوموناس أيروجينوزا

هي أجسام دقيقة تنمو في أوساط انتقائية تحتوي على الستريميد وتشكل البيوسيانين، أو أجسام دقيقة تنمو في أوساط انتقائية تحتوي على الستريميد وأكسيدان إيجابية، وتعطي استنشعاعا تحت تأثير الأشعة فوق البنفسجية (360 ± 20) نانومتر وقدرة كذلك على تشكيل الأمونياك انطلاقا من الأسستيميد.

2. المبدأ

1. 2 الترشيح

يرشح حجم مقدار من عينة الماء أو محلول مخفف من هذه العينة فوق غشاء الترشيح قطر مساماته 0,45 ميكرومتر.

ويوضع غشاء الترشيح فوق الوسط الانتقائي ويحضان في الشروط المحددة للوسط.

2.2 الإحصاء

عدد بسودوموناس أيروجينوزا المفترضة يتحصل عليه بإحصاء عدد المستعمرات المميزة المتشكلة فوق غشاء الترشيح بعد التحضين وتعتبر كـ "بسودوموناس أيروجينوزا" مؤكدة المستعمرات التي شكلت البيوسيانين إلا أن المستعمرات التي شكلت استشعاعا أو تلك التي لها لون أسمر محمر تتطلب تأكيداً.

3.2 التأكيد

يعاد زرع المستعمرات المراد تأكيدها انطلاقاً من الغشاء فوق علب تحتوي على وسط هلامي مغذ (الملاحظة ب). بعد التحضين يجرى اختبار البحث عن الأكسيدان على المزارع التي لم تظهر في البداية استشعاعاً، ثم يجرى اختبار تشكيل الفليورسين على مزارع أكسيدان إيجابية وتفحص للكشف عن قدرتها المحتملة على تشكيل الأمونياك انطلاقاً من الأستמיד.

تفحص المزارع التي شكلت في البداية استشعاعاً للكشف عن قدرتها المحتملة على تشكيل الأمونياك انطلاقاً من الأستמיד.

3. المخففات وأوساط الزرع والكواشف :

عدا تحديدات مخالفة، تستعمل لتحضير أوساط الزرع والمخففات، كواشف ذات نوعية تحليلية. يحضر الوسط كما يأتي وتضاف عوامل الانتقاء بالتراكيز المعطاة أو تستعمل الأوساط والكواشف المتوفرة في الأسواق ومحضرة طبقاً لتعليمات المصنع. تحضر الأوساط والكواشف باستعمال ماء مقطر أو ماء ذي نقاوة مكافئة وخال من المواد القادرة على منع التكاثر في شروط التجربة.

1.3 وسط الزرع

لتحديد بسودوموناس أيروجينوزا، يستعمل الوسط الآتي :

1.1.3 أساس هلامي لبسودوموناس / هلام (CN)

1.1.1.3 التركيب

ببتون الجيلاتين 16,0 غ
حلاصة الكازيين 10,0 غ

سولفات البوتاسيوم خال من الماء (K₂SO₄) 10,0 غ
كلورور المغنيزيوم خال من الماء (MgCl₂) 1,4 غ
غليسيرول 10 ملل
هلام 11,0 إلى 18,0 غ
ماء (مقطر أو مكافئ) 1000 ملل
ملاحظة - تتوقف كمية الهلام اللازمة على قدرة التجمد، تتبع تعليمات مصنع الهلام المستعمل.

المضاف (CN)

برومور هيكزاديسيل ثلاثي مثيل الأمونيوم (ستريميد) 0,2 غ
حمض نليديكسيك 0,015 غ

2.1.1.3 التحضير

يمزج كل من الببتون وحلاصة الكازيين وسولفات البوتاسيوم وكلورور المغنيزيوم والهلام في 1000 ملل من الماء المقطر (أو مكافئ)، يضاف 10 ملل من الغليسيرول، يغلى المزيج حتى الذوبان الكلي ويعقم في جهاز التعقيم لمدة 15 دقيقة في درجة (121 ± 3) °م، يترك الوسط ليبرد في (45 إلى 50) °م.

يضاف المضاف (CN) المعاد تمييزه في 2 ملل من الماء المقطر المعقم، يخلط جيداً ويضاف إلى وسط الأساس معقم ومذوب. يمزج من جديد ويسكب في علب بتري معقمة بحيث يكون السمك الأدنى للهلام 5 ملم. من الأحسن أن يكون العامل الهيدروجيني (pH) النهائي للوسط المتجمد مساوياً لـ 7,1 ± 0,2 في 25 °م، تحفظ العلب المحضرة بعيداً عن الضوء في درجة حرارة (3 ± 5) °م، مع اجتناب كل تجفيف، وتستعمل في أجل شهر واحد. يجب ألا يحفظ الهلام المذاب لأكثر من 4 ساعات، وألا يعاد تذيبه من جديد.

2.3 أوساط التأكيد والكواشف

1.2.3 وسط كينغ (B)

1.1.2.3 التركيب

ببتون 20,0 غ
غليسيرول 10 ملل
هيدروجينوفوسفات البوتاسيوم (K₂HPO₄) 1,5 غ

2.2.2.3 التحضير

لتحضير مرق الأستميذ، يضاف 1 ملل من محلول (B) لـ 900 ملل من محلول (A) حديث التحضير (2.2.2.3). يضاف الماء مع رج مستمر حتى الحصول على حجم كلي يساوي 1 لتر.

يوزع هذا الخليط على أقسام تساوي 5 ملل في أنابيب الزرع. تسد الأنابيب وتعقم في جهاز التعقيم في (121 ± 3) °م لمدة 15 دقيقة. يحفظ بعيدا عن الضوء في (5 ± 3) °م ويستعمل في مدة ثلاثة (3) أشهر.

3.2.3 هلام مغذ

1.3.2.3 التركيب

ببتون 5,0 غ
مستخلص اللحم 1,0 غ
مستخلص الخميرة 2,0 غ
كلورور الصوديوم (NaCl) 5,0 غ
هلام 15,0 غ
ماء 1000 ملل

2.3.2.3 التحضير

تذوب المكونات في الماء بالتسخين. يعقم في جهاز التعقيم في (121 ± 3) °م لمدة 15 دقيقة. من الأحسن أن يكون العامل الهيدروجيني (pH) للوسط المحضر بهذه الطريقة والمجمد يساوي 7,4 ± 0,2 في 25 °م. تجفف العلب قبل الاستعمال لنزع الرطوبة الزائدة للسطح، تحفظ العلب المحضرة بهذه الطريقة بعيدا عن الضوء في (5 ± 3) °م وتستعمل في أجل شهر.

4.2.3 كاشف للبحث عن الأكسيدان

1.4.2.3 التركيب

ثنائي كلوريدات رباعي المثل - p - فنيان ثنائي.
الأمين 1,0 غ
ماء 10 ملل

2.4.2.3 التحضير

مباشرة قبل الاستعمال، يذوب ثنائي كلوريدات رباعي المثل - P - فنيان ثنائي الأمين في الماء ويحفظ بعيدا عن الضوء. بما أن هذا الكاشف غير مستقر فيجب تحضير كميات قليلة منه مباشرة قبل استعماله.

سولفات المغنيزيوم سباعي التمييه (MgSO₄·7H₂O) 1,5 غ
هلام 15,0 غ
ماء (مقطر أو مكافئ) 1000 ملل

2.1.2.3 التحضير

تذاب المكونات في الماء بالتسخين يترك ليبرد في درجة حرارة (45 إلى 50) °م ويضبط العامل الهيدروجيني (pH) في 7,2 ± 0,2 في 25 °م، باستعمال حمض الكلوريدريك أو هيدروكسيد الصوديوم.

يوزع الوسط بأجزاء تساوي 5 ملل في أنابيب زرع مسدودة ومعقمة في (121 ± 3) °م لمدة 15 دقيقة. تترك الأنابيب تبرد وتتجمد في وضعية مائلة.

تحفظ بعيدا عن الضوء في (5 ± 3) °م وتستعمل في مدة ثلاثة (3) أشهر.

2.2.3 مرق الأستميذ

1.2.2.3 التركيب

(A) محلول

ثنائي هيدروجينوفوسفات البوتاسيوم (KH₂PO₄) 1,0 غ
سولفات المغنيزيوم (خال من الماء) (MgSO₄) 0,2 غ
أستميذ 2,0 غ
كلورور الصوديوم (NaCl) 0,2 غ
ماء (مقطر أو مكافئ)، خال من الأمونياك 900 ملل
تذاب المكونات في الماء ويضبط بعد ذلك العامل الهيدروجيني (pH) باستعمال إما حمض الكلوريدريك أو هيدروكسيد الصوديوم في 7,0 ± 0,5 في 25 °م.

ملاحظة : الأستميذ مسبب للسرطان ومهيج، فيجب اتخاذ احتياطات خاصة أثناء الوزن والتحضير وعند التخلص من الوسط.

(B) محلول

مولبيدات الصوديوم

(Na₂MoO₄·2H₂O) 0,5 غ
سولفات الحديد سباعي التمييه (FeSO₄·7H₂O) 0,05 غ
ماء 100 ملل

تطبق تقنية الترشيح فوق الغشاء المبينة في منهج الخطوط التوجيهية العامة لإحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع.

2.6 الترشيح فوق الغشاء

ترشح أحجام من عينات الماء أو أجزاء من التخفيف فوق غشاء ترشيح معقم من أستر السيليلوز قطر مساماته 0,45 ميكرومتر. كما هو مبين في منهج الخطوط التوجيهية العامة لإحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع، يوضع كل غشاء فوق علبة بتري تحتوي على هلام مع مضاف (CN) (3.1) مع الحرص على عدم احتباس هواء تحت الغشاء.

3.6 تحضين العلب

تحضن علب البتري في $(2 \pm 36)^\circ\text{C}$ لمدة (4 ± 44) سا في أوعية وتحفظ من كل تجفف.

4.6 فحص الأغشية

تفحص الأغشية للتأكد من نمو المزارع بعد (2 ± 22) سا و (4 ± 44) سا.

تعد كـ "بسودوموناس أيروجينوزا" مؤكدة جميع المستعمرات التي شكلت صبغ أزرق - مخضر (بيوسيانين).

تفحص الأغشية تحت الأشعة فوق البنفسجية. من الأحسن تجنب كل تعرض مطول للأشعة فوق البنفسجية لأن ذلك يؤدي إلى موت المستعمرات، ما يعني عدم نموها فوق أوساط التأكيد. تعد كـ "بسودوموناس أيروجينوزا" مفترضة المستعمرات التي لا تشكل البيوسيانين وتعطي استشعاعا وتؤكد هويتها باستعمال مرق الأستميدي المبين لاحقا.

تعد كـ "بسودوموناس أيروجينوزا" مفترضة جميع المستعمرات الأخرى التي شكلت صبغا أسمر محمر ولم تشكل استشعاعا وتؤكد هويتها باستعمال اختبار الأكسيداز و مرق الأستميدي ووسط كينغ (B) المبين لاحقا. تجرى القراءة بعد (2 ± 22) سا في حالة المستعمرات المجتاحة والتي تستطيع أن تظهر في مدة (4 ± 44) سا. ينصح الأخذ بعين الاعتبار الإحصاء الأكبر لحساب عدد "بسودوموناس أيروجينوزا" المبينة في (7).

يمكن كذلك استعمال اختبارات الأكسيداز المتوفرة في الأسواق.

5.2.3 كاشف نسلر

1.5.2.3 التركيب

كلورور زئبقي (HgCl_2) 10 غ
إيودور البوتاسيوم (KI) 7 غ
هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) 16 غ
ماء (خال من الأمونياك) حتى 100 ملل
تذوب 10 غ من HgCl_2 و 7 غ من KI في كمية قليلة من الماء، ثم يضاف هذا الخليط ببطء مع الرج إلى محلول من الماء البارد يحتوي على 16 غ من NaOH مذوب في 50 ملل من الماء، يخفف إلى 100 ملل، يحفظ في أدوات زجاجية من نوع "بوروسيليكاتي" مغلقة بسدادة من المطاط بعيدا عن ضوء الشمس لمدة أقصاها سنة.

ملاحظة : الكلورور الزئبقي (HgCl_2) سام، يجب تجنب بلعه.

4. التجهيزات والأدوات الزجاجية :

تستعمل الأجهزة المتداولة في مخابر الميكروبيولوجيا.

1.4 الأدوات الزجاجية :

قبل الاستعمال، تعقم جميع الأدوات الزجاجية في الفرن بدرجة $(5 \pm 170)^\circ\text{C}$ لمدة ساعة، أو في جهاز التعقيم بدرجة حرارة $(3 \pm 121)^\circ\text{C}$ لمدة 15 دقيقة.

2.4 جهاز التحضين، يمكن ضبطه في $(2 \pm 36)^\circ\text{C}$.

3.4 مصباح ذو إشعاع فوق البنفسجي، يمكنه أن يصدر إشعاعا طول موجته (20 ± 360) نانومتر.

4.4 أغشية الترشيح معمة، قطر مساماتها 0,45 ميكرومتر.

5. اقتطاع العينة

يجرى اقتطاع العينة في الشروط الملائمة.

6. طريقة العمل

1.6 عموميات

يلخص الجدول 1 انتقاء المستعمرات ومراحل التأكيد.

جدول 1 - المراحل اللازمة لتأكيد المستعمرات التي تنمو فوق هلام (CN).

وصف المستعمرات فوق هلام (CN)	الأمونياك انطلاقا من الأستيميد	تشكيل الأكسيدان	استشعاع فوق وسط كينغ (B)	بسودوموناس أيروجينوزا مؤكدة
أزرق - مخضر	غ م أ	غ م	غ م	نعم
استشعاع	+	غ م	غ م	نعم
غير أزرق - مخضر				
أسمر محمر	+	+	+	نعم
نماذج أخرى	غ م	غ م	غ م	لا
أ غ م : غير مختبر				

5.6 التأكيد

1.5.6 هلام مغذ

يعاد زرع جميع المستعمرات التي تستوجب التأكيد انطلاقا من الغشاء وإذا تعذر ذلك، يعاد زرع أكبر قدر من المستعمرات (منهج الخطوط التوجيهية العامة لإحصاء الأجسام الدقيقة في وسط الزرع) وتحضن لمدة (2 ± 22) سا في (2 ± 36) م°. تفحص نقاوة المزارع وتخضع المستعمرات التي كانت في البداية سمراء محمرة لاختبار الأكسيدان (2.5.6).

2.5.6 اختبار الأكسيدان

للكشف عن الأكسيدان (3.2.4) تسكب 2 أو 3 قطرات من الكاشف المحضر جديدا فوق قطعة ورق ترشيح موضوعة فوق علبة بتري.

يوزع جزء من الزرع فوق ورق ترشيح محضر بواسطة مقبض معدني من البلاتين وليس من النيكل

كروم أو من البلاستيك أو بواسطة عود أو ماصة من زجاج. يعتبر التفاعل إيجابيا عند ظهور لون أزرق بنفسجي داكن في 10 ثوان. من الممكن استعمال اختبارات الأكسيدان المتوفرة في الأسواق بإتباع تعليمات المصنع.

3.5.6 وسط كينغ (B)

يعاد زرع المستعمرات السمراء المحمرة أكسيدان إيجابية المتحصل عليها في (6.5.1) فوق وسط كينغ (B) وتحضن لخمسة (5) أيام على الأكثر في درجة (2 ± 36) م°.

يفحص الزرع يوميا تحت الأشعة فوق البنفسجية ويسجل وجود استشعاع محتمل. تسجل كإيجابية كل استشعاع ظهر في 5 أيام.

4.5.6 مرق الأستيميد

يزرع أنبوب بواسطة الزرع المتحصل عليه في (6.5.1) ويحضن في (2 ± 36) م° لمدة (22 ± 2) سا. تضاف قطرة أو قطرتان من كاشف نسلر (3.2.5) وتفحص الأنابيب للكشف عن تشكل محتمل للأمونياك الذي يظهر على شكل لون يتغير من الأصفر إلى الأحمر الأجوري حسب التركيز.

5.5.6 الإحصاء

تعد ك "بسودوموناس أيروجينوزا" مؤكدة جميع المستعمرات التي شكلت البيوسيانين (صبغ أزرق - مخضر) أو أكسيدان إيجابية، تعطي استشعاعا تحت الأشعة فوق البنفسجية (6.4) أو (6.5.3) وقادرة على تشكيل الأمونياك انطلاقا من الأستيميد (6.5.4).

ملاحظة - المستعمرات التي أظهرت استشعاعا فوق الغشاء الأول تكون دائما أكسيدان إيجابية لذلك لا تحتاج أن تخضع إلى اختبار الأكسيدان (أنظر جدول 1).

7. التعبير من النتائج

يحسب عدد "بسودوموناس أيروجينوزا" المؤكدة الموجودة في حجم معين من الماء انطلاقا من عدد المستعمرات المميزة المحصاة فوق الأغشية مع الأخذ بعين الاعتبار عدد تجارب التأكيد المنجزة. بالنسبة للماء المعدني وماء المنبع والمياه المعبأة، يكون الحجم 250 ملل، بالنسبة للمياه الأخرى يكون الحجم عموما 100 ملل.

يحسب عدد "بسودوموناس أيروجينوزا" في حجم عينة مختبرة من الماء كالاتي :

$$P+F ({}^cF/{}^nF) + R ({}^cR/{}^nR)$$

P : عدد المستعمرات الزرقاء - المخضرة، كلها محصاة كأهداف مؤكدة،

F : عدد المستعمرات المستشعة،

R : عدد المستعمرات السمراء المحمرة،

ⁿF : عدد المستعمرات المستشعة التي كانت محل للكشف عن تشكيل الأمونياك،

^cF : عدد المستعمرات المستشعة التي شكلت الأمونياك،

ⁿR : عدد المستعمرات السمراء المحمرة التي كانت محلا للكشف عن تشكيل الأمونياك والبحث عن الأكسيدان والاستشعاع فوق وسط كينغ (B)،

^cR : عدد المستعمرات السمراء المحمرة التي شكلت الأمونياك وأكسيدان إيجابية ومستشعة فوق وسط كينغ (B)،

يمكن كذلك التعبير عن النتائج نوعيا بإظهار وجود أو غياب "بسودوموناس أيروجينوزا" في حجم الماء المدروس.

ملاحظة 1

(معلومات إضافية من بسودوموناس أيروجينوزا)

بسودوموناس أيروجينوزا هي النوع النموذجي لجنس البسودوموناس.

وهي عبارة عن بكتيريا غرام سلبي، غير متبوعة وذات أكسيدان وكتلاز إيجابي. تظهر استقلاب تأكسدي كما هو مبين في تجربة هوق (Hugh) وليفسن (Leifson)، ترجع بصفة عامة النتريات من النتريت وتشكل الأمونياك نتيجة انحلال الأستמיד.

تشكل معظم الأصناف (98 %) صبغ مستشع ينحل في الماء، كما أن معظم أصولها قادرة على النمو في 42°م لكن ليس في 4°م، وهذا ما يميز بسودوموناس أيروجينوزا عن بسودوموناس فليوريسانس التي تنمو في 4°م وليس في 42°م.

تميّع الهلام وتحلل الكازيين لكن لا تحلل النشاء. تشكل أكثر من 90 % من الأصناف صبغ البيوسيانين (أزرق - مخضر)

ملاحظة ب

أوساط أخرى

يمكن استعمال أوساط أخرى غير الهلام المغذي بشرط ألا تكون انتقائية ولا تحتوي على هيدرات الكربون الذي يتخمر.

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التجارة

المديرية العامة للرقابة الاقتصادية
وقمع الغش

مديرية مخابر التجارب
وتحليل الجودة

المناهج الرسمية للتحاليل المتعلقة بمنتجات مختلفة



الفهرس

01	1. قرار مؤرخ في 11 أكتوبر سنة 2006، يجعل منهج معايرة الأفلاتوكسين B_1 و مجموعة الأفلاتوكسين B_1 و B_2 و G_1 و G_2 في الحبوب و المكسرات و المنتجات المشتقة إجباريا. (ج ر عدد 06 - 2007)
06	2. قرار مؤرخ في 21 نوفمبر سنة 2011، يجعل منهج تحديد كمية اليود في الملح الغذائي إجباريا. (ج ر عدد 07 - 2013)
10	3. قرار مؤرخ في 31 مارس سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة الكلورور في منتجات مشتقات الخضر إجباريا. (ج ر عدد 49 - 2013)

قرارات، مقدرات، آراء

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 19 رمضان عام 1427 الموافق 11 أكتوبر سنة 2006، يجعل منهج معايرة الأفلاتوكسين B1 ومجموعة الأفلاتوكسين B1 وB2 وG1 وG2 في الحبوب والمكسرات والمنتجات المشتقة إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 06 - 176 المؤرخ في 27 ربيع الثاني عام 1427 الموافق 25 مايو سنة 2006 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 05 - 467 المؤرخ في 8 ذي القعدة عام 1426 الموافق 10 ديسمبر سنة 2005 الذي يحدد شروط مراقبة مطابقة المنتوجات المستوردة عبر الحدود وكيفيات ذلك،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1416 الموافق 7 نوفمبر سنة 1995 والمتعلق بالموصفات التقنية والقواعد التي تطبق على المواد الغذائية عند استيرادها،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقاً 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 معايرة الأفلاتوكسين B₁ ومجموعة الأفلاتوكسين B₁ و B₂ و G₁ و G₂ في الحبوب والمكسرات و المنتجات المشتقة إحصاراً.

المادة 2: من أجل معايرة الأفلاتوكسين B_1 ومجموعة الأفلاتوكسين B_1 و B_2 و G_1 و G_2 في الحبوب

والمكسرات والمنتجات المشتقة، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش وتلك المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق.

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

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

حرر بالجزائر في 19 رمضان عام 1427 الموافق 11 أكتوبر سنة 2006.

الهاشمی جعیوب

الملحق

منهج معايرة الأفلاتوكسين B₁ ومجموعة الأفلاتوكسين B₁ B₂ وG₁ وG₂ في الحبوب والمكسرات والمنتجات المشتقة

1. مجال التطبيق :

يطبق هذا المنهج لتحديد كميات الأفلاتوكسين الأكبر من 8 ميكرو غرام / كيلو غرام.

2. المبدأ :

تستخلص العينة المأخوذة للتجربة بخليط مكون من الماء والميثانول. يرشح مستخلص العينة، يخفف بالماء ثم يوضع في عمود الانجذاب المناعي المحتوي على أجسام مضادة خاصة بالأفلاتوكسين B_1 و B_2 و G_1 و G_2 تعزل الأفلاتوكسين، تنقى ثم تركز في العمود وتحرر من الأجسام المضادة بالميثانول. تحدد كمية الأفلاتوكسين عن طريق عملية الكروماتوغرافيا السائلة ذات دقة عالية (CLHP) في المرحلة المعكوسة مع الكشف عن طريق الإشعاع وانحراف ما قبل العمود باليود.

3. الكواشف :

1.3 عمومييات :

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها.

2.3 کلورور الصودیوم.

3.3 الیود علی شکل بلورات.

4.3 أفلاتوكسين على شكل بلورات أو غشاء، في كسولات.

14.3 محاليل الأم للأفلاتوكسين B₁ و B₂ و G₁ و G₂ :

يذوب بصفة منفصلة، الأفلاتوكسين B₁ و B₂ و G₁ و G₂ في خليط تولوان / أسيتونتريل (13.3) للحصول على محاليل منفصلة تحتوي على 10 ميكروغرام / للميليمتر.

من أجل تحديد التركيز الدقيق للأفلاتوكسين في كل محلول أم، يسجل طيف الامتصاص بين طول الموجة تقدر بـ 330 نانومتر و 370 نانومتر داخل أنابيب من الكوارتز لـ 1 سنتيمتر (8.4) بواسطة جهاز منظار طيفي. حيث أن الخليط تولوان / أسيتونتريل (13.3) هو الأنبوب المرجعي.

يحسب التركيز الكتلي لكل أفلاتوكسين pi المعبر عنه بالميكروغرام للميليلتر عن طريق المعادلة (1) التالية :

$$\frac{100 \times M_i \times A}{d_x \epsilon_i} = p_i$$

حيث :

A القصوى : الامتصاص الأقصى المحدد لطيف الامتصاص.

M_i : هي الكتلة الجزيئية المتعلقة بكل أفلاتوكسين بالغرام لكل مول.

ε_i : الامتصاصية المولارية لكل أفلاتوكسين في الخليط تولوان / أسيتونتريل (13.3) بالمتر المربع لكل مول.

d : المسافة الضوئية للخلية ، بالسنتيمتر.

يعبر عن M_i و ε_i في الجدول (1) التالي :

أفلاتوكسين	M _i غرام / مول	ε _i متر مربع / مول
B ₁	312	1930
B ₂	314	2040
G ₁	328	1660
G ₂	330	1790

الجدول 1 - الكتلة الجزيئية النسبية والامتصاصية المولارية للأفلاتوكسين B₁ و B₂ و G₁ و G₂ (خليط التولوان والأسيتونتريل).

15.3 محلول الأم للأفلاتوكسين المختلط :

يحضر محلول الأم يحتوي على 500 نانوغرام / لتر من الأفلاتوكسين B₁، 125 نانوغرام / لتر من الأفلاتوكسين B₂، 250 نانوغرام / لتر من الأفلاتوكسين G₁ و 125

- يحفظ المخبر الذي تجرى فيه التحاليل من ضوء النهار بكفاية.

- تحفظ محاليل الأفلاتوكسين بعيدا عن الضوء (تحفظ في الظلام باستعمال ورقة من الألنيوم أو أدوات زجاجية عنبرية).

5.3 أسيتونتريل، من نوع الكروماتوغرافيا السائلة ذات دقة عالية .**6.3 ميثانول، ذو نوعية تحليلية.****7.3 ميثانول، للكروماتوغرافيا السائلة ذات دقة عالية.****8.3 تولوان****9.3 مذيب الاستخلاص :**

يخلط 7 أحجام من الميثانول (6.3) مع 3 أحجام من الماء .

10.3 عمود الانجذاب المناهي :

يحتوي عمود الانجذاب المناهي على أجسام مضادة موجهة ضد الأفلاتوكسين B₁ و B₂ و G₁ و G₂ يجب أن لا تكون القدرة الدنيا لربط عمود الانجذاب المناهي أصغر من 100 نانوغرام من الأفلاتوكسين B₁ وأن لا يكون استرجاع الأفلاتوكسين B₁ و B₂ و G₁ أصغر من 80 % ومن 60 % بالنسبة للأفلاتوكسين G₂ عند استعمالنا في عمود الانجذاب المناهي، محلول مثبت لـ 5 نانوغرام لكل سم في 15 ملل لخليط الميثانول و الماء (قسم يقدر بحجم من الميثانول لـ 1 + 3,4 أحجام من الماء). يجب أن يحتوي عمود الانجذاب المناهي على مخزن لمذيب مناسب، مثلا حقنة مزودة بمكيف.

11.3 المرحلة المتحركة :

يخلط 3 أحجام من الماء مع حجم واحد من أسيتونتريل (5.3) و حجم واحد من الميثانول (7.3) ينزع الغاز من المحلول قبل استعماله.

12.3 كاشف الانحراف ما بعد العمود :

يذوب 100 مغ من اليود (3.3) في 2 ملل من الميثانول (6.3) يضاف 200 ملل من الماء. يرج لمدة ساعة ثم يرشح بواسطة مصفاة، نفاذيتها 0,45 ميكرومتر (8.4) يحضر ويستعمل المحلول في نفس الأسبوع ثم يخزن في الظلام في قارورة زجاجية بنية. يرج لمدة 10 دقائق قبل الاستعمال.

13.3 خليط تولوان / أسيتونتريل :

يخلط 98 قسم بالحجم من تولوان (8.3) مع قسمين بالحجم من الأسيتونتريل (5.3).

مخبر مدرج، القارورات أو الأنابيب لمحاليل التثبيت والمستخلصات النهائية (لا سيما قنينات أخذات العينات الآلية) و ماصات باستور عند استعمالها من أجل نقل محاليل التثبيت أو المستخلصات.

2.4 جهاز للسحق، مزود بكأس سعته 500 ملل وغطاء.

3.4 ورق الترشيح ذو طيات، قطره 24 سنتيمتر على سبيل المثال.

4.4 ورق الترشيح مزود بألياف زجاجية دقيقة، قطره 11 سنتيمتر على سبيل المثال.

5.4 قنينات مدرجة، سعتها 2 ملل على سبيل المثال.

6.4 جهاز المنظار الطيفي، بإمكانه أن يغطي موجات طولها يتراوح بين 200 نانومتر و 400 نانومتر.

7.4 أنابيب من الكوارتز، ذات مسافة ضوئية تقدر بـ 1 سم غير حساسة لامتصاص الموجات التي يتراوح طولها بين 300 نانومتر و 370 نانومتر.

8.4 مصفاة ذات غشاء للمحاليل المائية، من متعدد ثلاثي فلور الإيثيلان (PTFE) ذات قطر 4 مم و 0,45 ميكرومتر من النفاذية.

9.4 تجهيزات الكروماتوغرافيا السائلة ذات دقة عالية، تتكون من العناصر التالية :

1.9.4 مضخة الكروماتوغرافيا السائلة، مهيئة من أجل تدفق يساوي 1 ملل / الدقيقة.

2.9.4 نظام للحقن، صمام للحقن مجهز بحلقة سعتها 50 ميكرو لتر أو نظام مشابه.

3.9.4 عمود تحليلي للفصل في المرحلة المعكوسة، على سبيل المثال، C18 يضمن الحصول على فصل لقمم الأفلاتوكسين B₁ و B₂ و G₁ و G₂ انطلاقا من خط القاعدة، تكون هذه القمم متميزة جدا عن القمم الأخرى.

- الطول 250 مم.

- القطر الداخلي 4,6 مم.

- الجزيئات الكروية قطرها 5 ميكرومتر.

يمكن استعمال أعمدة أقصر.

4.9.4 نظام انحراف ما قبل العمود :

يتكون من مضخة ثانية بدون دفع (غير بيريسستالتيكي) وقطعة على شكل حرف T بدون حجم ميت و من أنبوب متعدد ثلاثي- فلور الإيثيلان (PTFE)

نانوغرام/ لتر من الأفلاتوكسين G₂ في الخليط تولوان / أسيتونتريل (13.3). عند تخزين المحلول يتعين وزن الوعاء و تسجل كل التغيرات عند استعمال المحلول. يغطى الوعاء بعناية بورق الألمنيوم ويخزن في 4 °م تقريبا.

16.3 محاليل التثبيت للأفلاتوكسين المختلط :

تنقل كل كمية محددة في الجدول (2) لمحلول الأم للأفلاتوكسين المختلط (15.3) إلى سلسلة مكونة من ثلاث (3) قنينات مدرجة بـ 2 ملل (5.4).

تترك المحاليل تتبخّر في محيط جاف تحت تدفق الأزوت في درجة حرارة المحيط. يضاف في كل وعاء 1 ملل من الميثانول، يخلط ثم يخفف بالماء حتى خط الوعاء ثم يخلط من جديد. يحضر المحلول يوم الاستعمال.

محلول مثبت	مقطع من محلول الأم (ميكرو لتر (15.3)	التركيز الكتلي (نانوغرام / ملل)			
		G ₂	G ₁	B ₂	B ₁
1	60	3,75	7,50	3,75	15,0
2	40	2,50	5,00	2,50	10,0
3	20	1,25	2,50	1,25	5,00
4	10	0,625	1,25	0,625	2,50

الجدول 2 - تحضير محاليل التثبيت.

القيم المبينة في هذا الجدول معطاة على سبيل البيان. تغطي مجموعة المرجع تراكيز العينات.

17.3 حمض السيلفريك، (H₂ SO₄) C = 2 مول / لتر.

4 . التجهيزات :

1.4 التجهيزات العادية للمخبر :

يجب أن تغمر الأدوات الزجاجية للمخبر التي تلامس المحاليل المائية للأفلاتوكسين في حمض السيلفريك (2 مول / لتر) لعدة ساعات ثم تغسل جيدا بالماء (مثلا 3 مرات) لإزالة أي أثر للحمض. التحقق (16.3) من عدم وجود الحمض بواسطة ورق pH.

- تعتبر هذه المعالجة ضرورية لأنه يمكن أن يتسبب استعمال الأدوات الزجاجية المغسولة بدون حمض في فقدان الأفلاتوكسين .

عمليا، تعتبر هذه المعالجة ضرورية بالنسبة للأواني الكروية ذات قاع دائري، القنينات المدرجة،

- إن مناهج التوضع في أعمدة الانجذاب المناعي وعملية غسل العمود والناتج تختلف قليلا من صانع العمود إلى آخر، يتعين اتباع التعليمات الخاصة المسلمة مع الأعمدة بدقة.

يراعى عدم تجاوز القدرة القصوى للعمود.

3.5 شروط استعمال الكروماتوغرافيا السائلة ذات الدقة العالية :

تربط الفتحة الخارجية للعمود الفصل بإحدى القطع على شكل T (4.9.4) بواسطة قطعة صغيرة من أنبوب قطره الداخلي 0,25 مم مثلاً. تربط بالجزء الثاني من T الفتحة الخارجية للمضخة الثانية بدون دفع التي توزع الكاشف من أجل الانحراف ما قبل العمود. يربط أحد أطراف الأنبوب الحلزوني من متعدد ثلاثي فلور الإيثيلان (PTFE) أو من الفولاذ غير المؤكسد (4.9.4) بالجزء الثالث للقطعة T والطرف الآخر بالكاشف. يثبت الأنبوب الحلزوني بواسطة مجفف أو حمام مائي في درجة حرارة التفاعل تقدر بـ 70 °م.

اعتبرت التعديلات التالية مناسبة عند استعمال العمود المحدد في (3.9.4) :

- التدفق في مرحلة الحركة (العمود) 1,0 ملل / الدقيقة.

- تدفق الكاشف ما قبل العمود 0,3 ملل / الدقيقة.

- الحجم المحقون: 50 ميكرو لتر.

يترك النظام يشتغل لمدة 10 دقائق لتثبيته. في حالة استعمال جهاز مكامل، تعدل حساسية كاشف الإشعاع أو الجهاز المكامل من أجل الحصول على نسبة تأشير/ الصوت لـ 1/5 لـ 0,125 نانوغرام من الأفلاتوكسين G₂ في 50 ميكرو لتر.

في حالة استعمال مسجل على ورق، يعدل مقبض كاشف الإشعاع للحصول على سلم للتقل من 30 % إلى 40 % مع 0,125 نانوغرام من الأفلاتوكسين G₂ في 50 ميكرو لتر. تمرر الرشاشة الثانية (ح3) في العمود، تغسل هذه الأخيرة طبقاً لتعليمات الصانع وتحذف النواتج.

4.5 التعرف :

التعرف على كل قمة الأفلاتوكسين للكروماتوغرام الناتجة عن تحليل العينة المأخوذة للتجربة بمقارنة أزمنة الاسترجاع مع المعايير المرجعية الموافقة .

5.5 منحنى المعايرة :

يحضر منحنى المعايرة لكل أفلاتوكسين بحقن 50 ميكرو لتر من المحاليل المثبتة 1، 2، 3 و 4 (جدول 2).

أو من الفولاذ غير المؤكسد يتراوح طوله بين 3000 ميليمتر و 5000 ميليمتر وقطره الداخلي 0,5 مم وكذا حمام التسخين أو وسيط ما قبل العمود من أجل تفاعل اليود.

10.4 كاشف الإشعاع :

مع موجة تحريض معدلة في 365 نانومتر وموجة إرسال طولها 435 نانومتر (بالنسبة لوسائل الترشيح طول موجة الإرسال < 400 نانومتر). من الممكن كشف 0,05 ملغ من الأفلاتوكسين B₁ على الأقل لحجم محقون (أي 50 ميكرو لتر).

5. طريقة العمل :

1.5 الاستخلاص :

يوزن بتقريب 10 ملغ، 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة نقوم بعملية المجانسة في جهاز للسحق، يضاف 5 غ من كلورور الصوديوم (2.3) و 125 ملل من مذوب الاستخلاص (9.3)، ثم نقوم بعملية المجانسة بواسطة خلاط لمدة دقيقتين بسرعة كبيرة .

- ينبغي التحقق من أن سرعة الخلط لا تنقص من فعالية الاستخلاص.

يرشح بواسطة ورق الترشيح المطوي (3.4). يدخل بواسطة ماصة 15 ملل (ح 2) من الرشاشة داخل قنينة مخروطية الشكل ذات أبعاد مناسبة. يضاف 30 ملل من الماء، تسد القنينة وتخلط قبل البدء في عملية الكروماتوغرافيا في عمود الانجذاب المناعي، يرشح المستخلص المخفف على ورق الترشيح، يحتوي على ثقب صغيرة جداً من الزجاج (4.4) يتعين أن تكون الرشاشة (ح 3) صافية، في حالة العكس، يعاد الترشيح من جديد. ونقوم بالمعالجة مباشرة حسب (2.5).

2.5 التنقية :

يحضر عمود الانجذاب المناعي ثم تجرى عملية التنقية بواسطة ماصة، توضع 15 ملل (ح 4) من الرشاشة الثانية (ح 3) في خزان المذوب للعمود (10.3). يجمع ناتج الميثانول أو أسيتونيتريل (حسب المنتج) في قنينة مدرجة لـ 2 ملل (5.4). يخفف حتى الخط بالماء (ح 5). يخلط ثم تجرى العملية وفقاً لـ (3.5).

من أجل تحليلها عن طريق الكروماتوغرافيا السائلة ذات الدقة العالية، يجب أن تحتوي محاليل العينات ومحاليل التثبيت على نفس المذوب أو نفس خليط المذوبات.

6.5 المعاييرة :

يتم التحديد الكمي حسب منهج المعاييرة الخارجية بتكامل سطح القمة أو قياس ارتفاع القمة الذي يتم مقارنته بعد ذلك مع القمة الموافقة لمطول مرجعي.

يحقن بحجم يقدر بـ 50 ميكرو لتر خليط المعاييرة في الحلقة مع إتباع تعليمات صانع جهاز الحقن. يتم ظهور الأفلاتوكسين بالترتيب G_1 و G_2 و B_1 و B_2 مع أزمنة الحجز على التوالي بحوالي 6 دقائق، 8 دقائق، 9 دقائق و 11 دقيقة و يتعين أن تكون القمم منفصلة تماما. إذا اقتضى الأمر يعدل زمن الحجز بتغيير تركيز الميثانول في المذيب لمرحلة الحركة (11.3).

يحقن 50 ميكرو لتر (ح6) من مستخلص العينة المنقاة (2.5) في حلقة الحقن.

6 . حساب النتائج :

تحتسب كتلة العينة المأخوذة للتجربة كـ t بالغرام ، الموجودة في قطعة الرشاشة الثانية المقتطعة لعمود الانجذاب المناعي (ح4) عن طريق المعادلة (2) التالية :

$$K_t = \frac{C_2 \times C_4}{C_1 \times C_3}$$

حيث :

ك₀ : كتلة العينة المأخوذة للتجربة (1.5) بالغرام
(ك = 0 = 25 غ) ،

ح₁ : الحجم الكلي للرشاشة (1.5) بالميليلتر
(ح = 1 = 125 ملل) ،

ح₂ : حجم قطعة الرشاشة الأولى (1.5) بالميليلتر
(ح = 2 = 15 ملل) ،

ح₃ : الحجم الكلي للرشاشة الثانية (1.5) بالميليلتر
(ح = 3 = 45 ملل) ،

ح₄ : حجم قطعة الرشاشة الثانية (2.5) بالميليلتر
(ح = 4 = 15 ملل) .

تحتسب القطعة الكتلية لكل أفلاتوكسين، W_1 بالميكروغرام / كيلوغرام للعينة عن طريق المعادلة (3) التالية (منهج المعاييرة الخارجية) :

$$W_1 = \frac{C_5 \times K_i}{C_6 \times K_t}$$

حيث :

ح₅ = الحجم الناتج (2.5) بالميكرو لتر (ح = 5 = 2000 ميكرو لتر) ،

ح₆ = حجم الناتج المحقون (6.5) بالميكرو لتر
(ح = 5 = 50 ميكرو لتر) ،

ك_i = هي الكتلة، بالنانوغرام لكل أفلاتوكسين الموجودة في الحجم المحقون، الموافقة للمساحة أو الارتفاع المقاس للقمم المأخوذة من منحني المعاييرة،

ك_t = كتلة العينة المأخوذة للتجربة بالغرام الموجودة داخل قطعة الرشاشة الثانية المقتطعة لعمود الانجذاب المناعي (ح4) (حسب المعادلة 2) .

تضاف القطع الكتلية للأفلاتوكسينات الأربعة للحصول على القطعة الكتلية لمجموع الأفلاتوكسينات .

7. التكرارية :

يجب أن لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتين وحيدتين للتجربة على نفس المادة المجربة، المتحصل عليه من طرف المخبري استعمل نفس التجهيزات، في أقصر مجال زمني ممكن، حدود التكرارية (ت) في أكثر من 5 % من الحالات.

8. التكرارية بين عدة مخابر:

يجب أن لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتين وحيدتين للتجربة على نفس المادة المجربة بين مخبرين، حدود التكرارية (ت) في أكثر من 5 % من الحالات المتحصل عليها.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 25 ذي الحجة عام 1432 الموافق 21 نوفمبر سنة 2011، يجعل منهج تحديد كمية اليود في الملح الغذائي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 - 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 90 - 40 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 الذي يجعل بيع ملح اليود إجباريا لاتقاء الافتقار إلى اليود،

- 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 والمتعلق 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، المعدل والمتمم، والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد كمية اليود في الملح الغذائي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد كمية اليود في الملح الغذائي، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق.

كما 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 25 ذي الحجة عام 1432 الموافق 21 نوفمبر سنة 2011.

مصطفى بن بادة

الملحق

منهج تحديد كمية اليود في الملح الغذائي

1. الهدف ومجال التطبيق :

يحدد هذا المنهج، معايرة كمية اليود في الملح الغذائي،

2. التعريف

تجرى عملية إضافة اليود إلى الملح الغذائي بزيادة أيودات البوتاسيوم (KIO_3). تحدد كمية اليود في الملح اليودي بمنهج حجمي : l'iodométrie.

3. المبدأ :

(أ) بإضافة الحمض وأيودور البوتاسيوم (KI)، يتم إرجاع أيودات البوتاسيوم (KIO_3) الموجودة في الملح إلى يود جزئي (I_2). هذه الكمية من اليود الجزئي تعادل كمية اليودات الموجودة ضمن الوسط (الملح).

(ب) يعاير اليود المحرر بمحلول ثيوسلفات الصوديوم النموذجي ($Na_2S_2O_3$).

يستعمل النشاء ككاشف في نهاية المعايرة.

4. الكواشف :

- كواشف خالصة للتحليل.

- ماء مقطر، يترك ليغلي لمدة 5 دقائق، يبرد ويحفظ في قارورات داكنة بعيدا عن الضوء والأكسجين والهواء والبرودة.

ثيوسلفات الصوديوم ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ كج = 248,2).

- المحلول الأم : 0,1 م أو 0,1 ن.

- محلول المعايرة : 0,002 م أو 0,002 ن.

أيودات البوتاسيوم (KIO_3 ، ك ج = 214).

- محلول معياري : 0,050 غ/ل.

أيودور البوتاسيوم (KI) 10 % (ك/ح).

- **حمض الخل المركز**، (CH_3COOH) أو حمض الكبريت (H_2SO_4) 2 ن.

- **محلول النشاء** 0,25 % (ك/ح).

4. 1 تحضير الكواشف

ثيوسلفات الصوديوم ($Na_2S_2O_3$)

- **المحلول الأم** : 0,1 م (أو 0,1 ن أو 10 م/ن = 10/ن)

يذوب في حوجلة مدرجة، 24,82 غ من $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ مع الماء المقطر ويكمل الحجم إلى 1 لتر.

- مواصلة المعايرة بواسطة محلول ثيوسولفات إلى غاية غياب اللون الأزرق، ليكن ح = حجم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ المستعمل و ن = نظامية محلول $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

حساب : $\text{ن} = 0,007 / \text{ح}$.

5 . التجهيزات :

أجهزة عادية للمختبر.

6 . اقتطاع العينات :

يجرى اقتطاع العينات حسب المقاييس السارية المفعول.

7 . طريقة العمل :

- يوزن 10 غ $\pm 0,01$ من الملح المختبر، مجفف مسبقا بجهاز نازع الرطوبة.

- يدخل الملح في إرلن ماير سعته 250 ملل.

- يذوب في 100 ملل من الماء المقطر، يغلى ويبرد.

- يضاف 1 ملل من حمض الخل المركز.

- يضاف 1 ملل من (KI) في 10 %، نتحصل على تلوين أصفر، يسد ويترك ليرتاح لمدة 5 دقائق في الظلام.

- يعاير بمحلول ثيوسولفات 0,002 م إلى غاية الحصول على تلوين أصفر باهت.

- يضاف 5 ملل من محلول النشاء، نتحصل على تلوين أزرق.

- مواصلة معايرة محلول ثيوسولفات إلى غاية انعدام اللون الأزرق.

- يسجل حجم محلول ثيوسولفات اللازم لمعايرة (ح1).

- في المقابل يستعمل شاهد في نفس الظروف، في 100 ملل من الماء المقطر، المغلى والمبرد. يسجل الحجم (ح2).

- تعاير كل عينة مرتين.

8 . التعبير من النتائج :

حساب كمية اليود :

الصيغة العامة :

اليود (ملغ / كلف من الملح) = $(\text{ح} - \text{ح}2) \times 4,232$.

أيودات البوتاسيوم ب (ملغ / كلف من الملح) = $(\text{ح} - \text{ح}2) \times 7,1387$.

$\text{ح}1 = \text{حجم } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ اللازم لمعايرة اليود في الملح}$.

$\text{ح}2 = \text{حجم } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ اللازم للشاهد}$.

$\text{Eq. (ملغ)} = 6/127 = \text{I} = 21,16$.

$\text{Eq. (ملغ)} = 6/214 = (\text{KIO}_3) = 35,66$.

- محلول المعايرة : (0,002 ن أو 500/ن).

بواسطة ماصة، نأخذ 20 ملل من محلول الأم 0,1 في حوجلة مدرجة سعتها 1000 ملل، يكمل الحجم إلى 1000 ملل.

- محلول مرجعي لـ KIO_3 في 0,05 غ/ل.

- المحلول الأم لـ KIO_3 10 غ/ل : يذوب 10 غ من KIO_3 في 1 لتر من المحلول المقطر.

- محلول المعايرة : يدخل 5 ملل من محلول الأم في حوجلة مدرجة سعتها 1000 ملل، ويكمل الحجم إلى 1000 ملل.

- محلول KI 10 % : يذوب 10 غ من (KI) في حوجلة سعتها 100 ملل، يكمل الحجم إلى 100 ملل.

ملاحظة : يجب أن يحضر هذا المحلول خلال الاستعمال.

- محلول النشاء في 0,25 % (ك/ج) : يذوب 2,5 غ من النشاء قابل للذوبان في 100 ملل من الماء المقطر، يضاف 900 ملل من ماء مقطر ساخن، ثم يضاف 5 ملغ من HgI_2 أو KCN .

- يغلى المحلول لمدة 5 دقائق.

- يضاف 1 غ من حمض ساليسيليك.

- يبرد، يغلق.

- حمض الخل المركز أو حمض الكبريت 2 ن.

يدخل في حوجلة مدرجة سعتها 100 ملل، 80 ملل من الماء المقطر، مع إضافة بحذر 5,56 ملل من H_2SO_4 ($d = 1,83 \text{ à } 96,3 \%$)، يكمل الحجم بالماء المقطر إلى 100 ملل.

4 . 2 . معايرة محلول ثيوسولفات (0,002 ن أو 500/ن)

- في إرلن ماير يحتوي على 800 ملل تقريبا من الماء المقطر :

- يدخل 5 ملل من المحلول المرجعي لـ (KIO_3) (في 0,05 غ/ل)،

- يضاف 5 ملل من محلول (KI) لـ 10 % و 5 ملل من حمض الخل الخاص.

- يغلق ويترك ليرتاح لمدة 5 دقائق في الظلام،

- يعاير محلول $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,002 ن) إلى غاية الحصول على لون أصفر باهت.

- يضاف 5 ملل من محلول النشاء، نتحصل على تلوين أزرق.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 19 جمادى الأولى عام 1434 الموافق 31 مارس سنة 2013، يجعل منهج تحديد نسبة الكلورور في منتجات مشتقات الخضر 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 بمراقبة 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 والمتعلق بتقييم المطابقة،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 12-214 المؤرخ في 23 جمادى الثانية عام 1433 الموافق 15 مايو سنة

2012 الذي يحدد شروط وكيفيات استعمال المضافات الغذائية في المواد الغذائية الموجهة للاستهلاك البشري، – وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 21 ربيع الثاني عام 1418 الموافق 24 غشت سنة 1997 والمتعلق بعصيدة الطماطم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الكلورور في منتجات مشتقات الخضر إجباريا.

المادة 2: من أجل تحديد نسبة الكلورور في منتجات مشتقات الخضر، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 19 جمادى الأولى عام 1434 الموافق 31 مارس سنة 2013.

مصطفى بن بلادة

الملحق

منهج تحديد نسبة الكلورور في منتجات مشتقات الخضر

1.1 النيتروبنزين

2.3 حمض النتريك، محلول نظاميته حوالي 4 ن. يمزج حجم واحد من حمض النتريك (P20 من 1,39 إلى 1,42 غ/مل) مع 3 أحجام من الماء.

3.3 نترات الفضة، محلول معيار 0,1 ن.

تجفف نترات الفضة ($AgNO_3$) لمدة ساعتين في $150^\circ C$ وتترك لتبرد داخل جهاز نازع الرطوبة. تذوب في الماء 16,989 غ من نترات الفضة المجففة داخل حوالة مدرجة ويكمل الحجم إلى 1000 ملل.

4.3 تيوسيانات البوتاسيوم، محلول معيار 0,1 ن.

تذوب في الماء 9,72 غ من تيوسيانات البوتاسيوم (KSCN) داخل حوالة مدرجة ويكمل الحجم إلى 1000 ملل.

يعاير المحلول المتحصل عليه بمحلول نترات الفضة (3.3)، بوجود محلول سولفات ثنائي الأمونيوم والحديد (III) (5.3).

يخصص هذا المنهج تقنية لتحديد نسبة الكلورور في منتجات مشتقات الخضر. إذا احتوت المواد المشتقة من الخضر على صبغات الأنثوسيانيك الطبيعية يطبق هذا المنهج مع إجراء بعض التغييرات كما هو مبين في النقطة 7.

1. التعريف

نسبة الكلورور في منتجات مشتقات الخضر: هي مجموع الكلورور المحدد طبقا لهذا المنهج والمعبّر عنها بالنسبة المئوية لكتلة كلورور الصوديوم.

2. المبدأ

يرسب الكلورور بإضافة فائض من محلول معيار نترات الفضة ويعيّر هذا الفائض بمحلول تيوسيانات البوتاسيوم المعيار.

3. الكواشف

يجب أن تكون جميع الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها. يجب أن يكون الماء المستعمل، ماء مقطرا أو ماء ذا نقاوة مكافئة.

3.5 التحديدات**1.3.5 تحضير محلول التجربة**

تضاف إلى العينة المأخوذة للتجربة (2.5)، 100 ملل من الماء الساخن مع خلط محتوى البيشر إلى غاية الحصول على كثافة متجانسة. يوضع محتوى البيشر للغليان لمدة دقيقة واحدة.

يبرد محتوى البيشر ويسكب داخل حوجلة مدرجة سعتها 250 ملل (3.4) ويكمل بالماء حتى خط المعلم. يمزج بعناية، يترك لمدة 15 دقيقة، ثم يرشح فوق ورق ترشيح ذي طيات مع جمع الرشاحة داخل وعاء جاف.

2.3.5 المعايرة

يؤخذ بواسطة ماصة (4.4) 20 ملل من الرشاحة (1.3.5) وتوضع داخل حوجلة مخروطية (5.4)، تضاف 5 ملل من محلول حمض النتريك (2.3) و 5 ملل من محلول سلفات ثنائي الألمنيوم والحديد (III) (5.3).

يسكب، بواسطة سحاحة (6.4)، حجم كاف (ح) من محلول نترات الفضة (3.3) للحصول على فائض من محلول نترات الفضة يتراوح بين 5 و 10 ملل بعد ترسب الكلورور.

يضاف 3 ملل من النتروبنزين (1.3) ويرج محتوى الحوجلة بشدة لتختير الراسب.

ملاحظة: يتطلب استعمال التنروبينزين احتياطات خاصة، باعتباره مادة سامة.

يعاير فائض نترات الفضة بمحلول تيوسيانات البوتاسيوم (4.3) إلى غاية الحصول على لون أسمر - محمر يمتد لـ 5 دقائق.

يسجل حجم محلول تيوسيانات البوتاسيوم (2ح) المستعمل.

3.3.5 عدد التحديدات

يجرى تحديدان على العينات المأخوذة للتجربة والمقطعة من نفس عينة التجربة (1.5).

6. التعبير عن النتائج**1.6 طريقة الحساب والصيغة**

تعطى نسبة الكلورور المعبر عنها بالنسبة المئوية لكتلة كلورور الصوديوم عن طريق الصيغة التالية:

$$\frac{0,5845 \times (2\text{ح} - 1\text{ح}) \times 3}{\text{كح} \times 3}$$

كح × 4

5.3 سulfates ثنائي الألمنيوم والحديد (III)

$[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4, \text{Fe}(\text{SO}_4)_3, 24\text{H}_2\text{O}]$ وهو محلول مائي مشبع، محمض بواسطة حمض النتريك (5 ملل من حمض النتريك، P20 من 1,39 إلى 1,42 غ/ملل لـ 100 ملل من المحلول).

4. التجهيزات

الأجهزة المتداولة في المخبر، لا سيما:

1.4 جهاز مجانسة أو مهراس [في حالة المنتجات المكثفة أو المعجنة أو الصلبة (3.1.5)].

2.4 بيشر، سعته 250 ملل.

3.4 حوجلة مدرجة، سعتها 250 ملل.

4.4 ماصات، تسمح بسحب كميات قدرها 20,5,3 ملل على التوالي.

5.4 حوجلة مخروطية، سعتها 200 ملل.

6.4 سحاحات، سعتها 25 ملل.

5. طريقة العمل**1.5 تحضير العينة للتجربة**

1.1.5 منتجات تحتوي على أطوار صلبة وسائلة متباينة.

إذا وجدت مواصفة خاصة، يجرى التحديد على الطور المميز فيها.

إذا لم توجد مواصفة خاصة وفي حالة المنتجات حديثة التحضير، تمزج جيدا عينة المخبر بأكملها ويجري التحديد على العينة المجانسة.

2.1.5 منتجات سائلة

تمزج عينة المخبر جيدا.

3.1.5 منتجات مكثفة أو معجنة أو صلبة

تسحق عينة المخبر داخل جهاز مجانسة أو في مهراس (1.4). يقطع المنتج، إذا اقتضى الأمر، إلى قطع صغيرة قبل عملية السحق، تمزج عينة المخبر جيدا.

2.5 العينة المأخوذة للتجربة

توزن بتقريب 0,01 غ، حوالي 25 غ من العينة المأخوذة للتجربة (1.5) داخل بيشر سعته 250 ملل (2.4).

7. حالة خاصة : منتجات تحتوي على صبغات

الأنتوسيانيك

يعرقل وجود صبغات الأنتوسيانيك عملية المعايرة، فمن الضروري إزالتها عن طريق التحليل بواسطة البرمنغنات، يجب إذن تعديل المنهج على النحو الآتي:

1.7 الكواشف

بالإضافة إلى الكواشف المذكورة في النقطة 3:
1.1.7 برمنغنات البوتاسيوم، محلول مشبع (حوالي 6,5 غ من KMnO_4 لـ 100 ملل من الماء).
2.1.7 نترت الصوديوم، أو نترت البوتاسيوم، المبلور.

2.7 طريقة العمل

1.2.7 تجرى العملية كما هو مبين في (1.5) إلى غاية (1.3.5).

2.2.7 تقطع بواسطة ماصة (4.4)، 20 ملل من الرشاحة (1.3.5) وتدخل في حوجلة مخروطية (5.4). يضاف حوالي 20 ملل من محلول حمض النتريك (2.3) وبواسطة ماصة (4.4) يضاف بالضبط 20 ملل (ح) من محلول نترات الفضة (3.3).

يوضع للغليان ثم يترك للغليان خفيف لمدة 2 إلى 3 دقائق.

يسكب بعد ذلك، بأجزاء من 0,5 إلى 1 ملل، حوالي 5 إلى 10 ملل من محلول برمنغنات البوتاسيوم (1.1.7) مع مواصلة عملية الغليان الخفيف، يجب أن يصبح السائل عديم اللون، وإلا تضاف بعض بلورات نترت الصوديوم أو البوتاسيوم (2.1.7) حتى زوال اللون، تثبت عملية الغليان لمدة 5 دقائق بعد زوال لون المحلول. يبرد ويضاف 5 ملل من محلول سولفات ثنائي الأمونيوم والحديد (III) (5.3).

تتبع طريقة العمل حسب ما هو مبين في الفقرة 4 من (2.3.5). (إضافة النيتروبنزن غير ضروري).

حيث:

ح¹: هو حجم محلول نترات الفضة (3.3) المستعمل بالملييلتر (2.3.5)،

ح²: هو حجم محلول تيوسيانات البوتاسيوم (4.3) المستعمل بالملييلتر (2.3.5)،

ح³: هو الحجم الذي تم إيصال الرشاحة إليه عن طريق عملية التخفيف بالملييلتر (1.3.5)،

ح⁴: هو حجم جزء من الرشاحة المخففة المقتطعة قصد المعايرة (2.3.5) بالملييلتر،

ك: هي كتلة العينة المأخوذة للتجربة (2.5) بالغرام.

ملاحظات

1. إذا لم يكن عيار محلول تيوسيانات البوتاسيوم مساويا لـ 0,1 ن، يجب أن يطبق عامل تصحيح ملائم للحجم ح² عند حساب النتيجة.

2. إذا اتبعت طريقة العمل المحددة في (5) بدقة، ح³ = 250 ملل وح⁴ = 20 ملل، تختصر الصيغة السابقة كالتالي:

$$(2\text{ح} - 1\text{ح}) \times 7,30625$$

ك

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري لنتيجتي تحديدين، إذا توفرت شروط التكرارية (2.6).

يعبر عن النتيجة بعددين بعد الفاصلة.

2.6 التكرارية

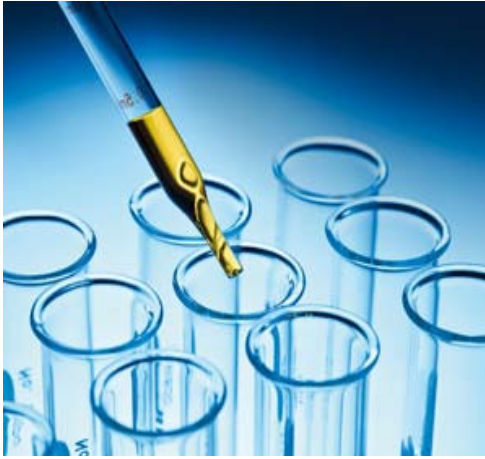
يجب ألا يتعدى الفرق بين نتيجتي تحديدين منجزين في آن واحد أو بسرعة الواحد تلو الآخر من طرف نفس المحلل على نفس عينة التجربة 0,05 غ من كلورور الصوديوم لـ 100 غ من المنتج.

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التجارة

المديرية العامة للرقابة الاقتصادية
وقمع الغش

مديرية مخابر التجارب
وتحاليل الجودة



الفهرس

01	1. قرار مؤرخ في 29 يوليو سنة 2012، يجعل المنهج الأفقي لإحصاء البكتيريا المرجعة للسلفيت النامية في شروط لاهوائية إجباريا. (ج ر عدد 51 - 2013)
05	2. قرار مؤرخ في 28 مايو سنة 2014، يجعل منهج تحضير العينات و المحلول الأم و التخفيفات العشرية قصد الفحص الميكروبيولوجي إجباريا. (ج ر عدد 38 - 2014)
09	3. قرار مؤرخ في 21 مايو سنة 2014، يجعل منهج إحصاء الستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب (ستافيلوكوكوس أوريوس و أنواع أخرى) إجباريا. (ج ر عدد 68 - 2014)
17	4. قرار مؤرخ في 31 يوليو سنة 2014، يجعل المنهج الذي يستعمل الوسط الهلامي ببلازما الرنب و الفيبرينوجين لإحصاء الستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب إجباريا. (ج ر عدد 14 - 2015)
21	5. قرار مؤرخ في 2 يونيو سنة 2015، يجعل المنهج لإحصاء الخمائر و العفنيات بعد المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أكبر من 0,95 إجباريا. (ج ر عدد 48 - 2015)
27	6. قرار مؤرخ في 4 غشت سنة 2015، يجعل المنهج لإحصاء الخمائر و العفنيات بعد المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أصغر أو يساوي 0,95 إجباريا. (ج ر عدد 52 - 2015)

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 10 رمضان عام 1433 الموافق 29 يوليو سنة 2012، يجعل المنهج الأفقي لإحصاء البكتيريا المرجعة للسلفيت النامية في شروط لا هوائية، إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 10 – 149 المؤرخ في 14 جمادى الثانية عام 1431 الموافق 28 مايو سنة 2010 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

– وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل المنهج الأفقي لإحصاء البكتيريا المرجعة للسلفيت النامية في شروط لا هوائية إجباريا.

المادة 2 : من أجل إحصاء البكتيريا المرجعة للسلفيت النامية في شروط لا هوائية، فإن مخابر

مراقبة الجودة وقمع الغش وتلك 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 10 رمضان عام 1433 الموافق 29 يوليو سنة 2012.

مصطفى بن بلادة

الملحق

المنهج الأفقي لإحصاء البكتيريا

المرجعة للسلفيت النامية في شروط لا هوائية

يبين هذا المنهج الطريقة الأفقية لإحصاء البكتيريا المرجعة للسلفيت النامية في شروط لا هوائية ويطبق في :

– المواد الموجهة لتغذية الإنسان والحيوان،

– عينات المحيط في مجال الإنتاج وتوزيع الأغذية.

1 . تعريف

لاحتياجات هذا المنهج، يطبق التعريف الآتي.

1 . 1 بكتيريا مرجعة للسلفيت النامية في شروط لا هوائية

بكتيريا مشكلة لمستعمرات نموذجية محصاة في شروط محددة في هذا المنهج.

2 . المبدأ

1 . 2 الزرع في الكتلة لعلبتي بيتري (أو لأنبوبين) لوسط من سلفيت الحديد مع كمية محددة من العينة للتجربة إذا كان المنتج الأولي سائلا، أو مع كمية محددة من المحلول الأم في حالة المنتجات الأخرى.

تحضّر علبتان أخريان (أو أنبوبان) من الهلام في نفس الشروط، مع تخفيفات عشرية لعينة للتجربة أو المحلول الأم.

إذا أُجري الإحصاء بواسطة أنابيب (5.4)، يسكب 20 ملل إلى 25 ملل من الوسط في الأنابيب. يعقّم في جهاز التعقيم مدة 15 دقيقة في درجة حرارة 121 °م.

يفرغ الوسط من الهواء مباشرة قبل استعماله.

3. 2. المخفف بيتون - ملح.

4. الأجهزة والأدوات الزجاجية

وإلا فبالخصوص ما يأتي :

1.4 جهاز المجانسة، لعينات الأغذية الصلبة

4. 2 حمام مائي، يمكن ضبطه في درجة حرارة محصورة بين 44 م° و 47 م°.

4. 3 جسر للشروط اللاهوائية، مجهزة بمعدات تسمح بتوليد وسط لا هوائي، ويحتوي على نظام مراقبة الشروط اللاهوائية.

4. 4 جهاز المضمن، يمكن ضبطه في درجة حرارة 37 °م + 1 °م، وفي 50 °م + 1 °م إذا اقتضى الأمر.

4. 5 أنابيب اختبار، ذات أبعاد 16 ملم x 160 ملم،
وحوامل أو قارورات سعتها 500 ملل.

5 - اقتطاع العينة

من المهم أن يتلقى المخبر عينة مثالية، غير معيبة أو متغيرة عند النقل أو التخزين.

6. طريقة العمل لتحضير العينة للتجربة

1.6. ١.٦ عموميّات

يعطى التمثيل البياني لطريقة العمل في الجدول
المبين أدناه.

6. 2 العينة المأخوذة للتجربة، المحلول الأم والتخفيفات

من الممكن أن يكون ضروريا، إجراء معالجة حرارية للمحلول الأم للتخلص من الأشكال الجذرية للبكتيريا المشكلة لأبواغ و/أو البكتيريا غير المتبوعة. تتغير درجات الحرارة ومدة التسخين حسب الحاجات،

2.2 تحضن العلب (أو الأنابيب) في شروط لاهوائية في درجة حرارة $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ م من 24 ساعة إلى 48 ساعة (القراءة الأخيرة خلال 48 ساعة)، عند الاقتضاء، في درجة حرارة 50°C م عند الاشتباه بوجود بكتيريا مقاومة للحرارة. تحصى المستعمرات المميزة بلون أسود. يعود اللون الأسود للمستعمرات وما حولها إلى تشكل سلفيت الحديد (II) الناتج عن التفاعل بين الأيونات المكبرتة وأيونات الحديد ثلاثي التكافؤ [(III) Fe] الموجود في الوسط.

3.2 حساب عدد البكتيريا المرجعة للسلفيت بالملييلتر أو بالغرام من العينة، انطلاقاً من عدد المستعمرات المتحصل عليها في العلب (أو الأنابيب).

3. وسط الزرع والمخفف

1.3 هلام الإحصاء : هلام بسلفيت الحديد

1.1.3 التركيب

15 غ	عصارة أنزيمية من الكازيين
5 غ	عصارة أنزيمية من الصوجا
5 غ	مستخلص الخميرة
1 غ	ثاني سلفيت الصوديوم ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)
1 غ	سيترات الحديد (III) الأمونيак
9 غ إلى 18 غ أ	أغار - أغار
1000 ملل	الماء

أ حسب قدرة تخثر الأغار - أغار

2.1.3 التحضير

تذوب المقادير في الماء بالتسخين. إذا اقتضى الأمر، يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث يكون بعد التعقيم $7,6 \pm 0,2$ في درجة حرارة 25 °م.

تسكب حصص من 250 ملل من الوسط في قارورات ذات 500 ملل.

نفس الوسط في كل أنبوب، بحيث تغطي الطبقة السابقة.

4.6 الحضان

بعد التجمد، تحضن علب البيتري داخل جرر لشروط لا هوائية (4 . 3) في درجة حرارة $37 \pm 10^\circ \text{C}$ ، من 24 إلى 48 ساعة.

إذا اشتبه في وجود بكتيريا مقاومة للحرارة، تحضر سلسلة ثانية من علب بيتري (أنظر 6 . 3). تحضن هذه العلب في درجة حرارة $50 \pm 1^\circ \text{C}$. إذا استعملت أنابيب، يكون الحضان في الجرر في الشروط اللاهوائية غير ضروري.

5.6 حساب المستعمرات

تقرأ النتائج بعد 24 ساعة وبعد 48 ساعة، حسب درجة التلوين الأسود ونسبة نمو الكائنات الدقيقة. تحصى المستعمرات السوداء المحتمل أنها محاطة بمنطقة سوداء كبكتيريا مرجعة للسلفيت.

ملاحظة 1 - يمكن أن ينتج اسوداد منتشر وغير نوعي للوسط، لا سيما عندما يجرى التلقيح في أنابيب من الهلام بدلا من علب البيتري. يمكن أيضا لنمو البكتيريا اللاهوائية المنتجة للهيدروجين فقط (ليس H_2S) أن يرجع السلفيت الموجود وإحداث اسوداد عام للوسط.

تحصى المستعمرات المرجعة للسلفيت في كل علبة تحتوي على أقل من 150 مستعمرة مميزة وأقل من 300 مستعمرة بالإجمال.

يمكن أن تكون الأعداد المحددة أعلاه جد مرتفعة بالنسبة للأنابيب، في هذه الحالة لا تأخذ بعين الاعتبار إلا الأنابيب التي تكون بداخلها المستعمرات المعزولة تماما.

ملاحظة 2 - هيا هذا المنهج أيضا لإحصاء الكلوستريديا لوحدها. في هذه الحالة بعد الحصول على مستعمرات مميزة، تقطع خمس من بينها داخل كل علبة مستعملة، ثم يثبت نمط الكلوستريديوم بواسطة تجارب الإثبات (على سبيل المثال تجارب حول القدرة التنفسية، حول تشكل الأبواغ).

تتراوح بدءا من اندماجات منتجة لأثر بستر واضح إلى عمل لتنشيط الأبواغ بالحرارة (على سبيل المثال 75°C خلال 20 دقيقة) وحتى الغلي لعدة دقائق.

في هذه الحالة، يمكن أن تعطى النتيجة بعد أبواغ البكتيريا المرجعة للسلفيت النامية في شروط لاهوائية.

3.6 الزرع

تأخذ علبتي بيتري معقمتين. بواسطة ماصة معقمة، ينقل في كل علبة 1 ملل من العينة للتجربة إذا كان المنتج المراد اختباره سائلا، أو 1 ملل من المحلول الأم للمنتجات الأخرى.

تأخذ علبتي بيتري أخريين معقمتين. بواسطة ماصة أخرى معقمة، ينقل 1 ملل من المخفف العشري الأول (10^{-1}) من العينة للتجربة إذا كان المنتج سائلا، أو 1 ملل من المخفف العشري الثاني (10^{-2}) من المحلول الأم للمنتجات الأخرى.

يعاد الإجراء الموصوف مع التخفيفات التي تلي، باستعمال ماصة معقمة جديدة لكل تخفيف.

يضاف لكل علبة بيتري حوالي 15 ملل من هلام بسلفيت الحديد (3 . 1) مبرد بواسطة حمام مائي (4 . 2) في درجة حرارة محصورة بين 44°C و 47°C . من الأنسب عدم تجاوز المدة بين زرع علب بيتري وإضافة الوسط الهلامي 15 دقيقة.

يمزج التطعيم جيدا مع الوسط الهلامي بواسطة حركات أفقية، ثم يترك الوسط ليتجمد.

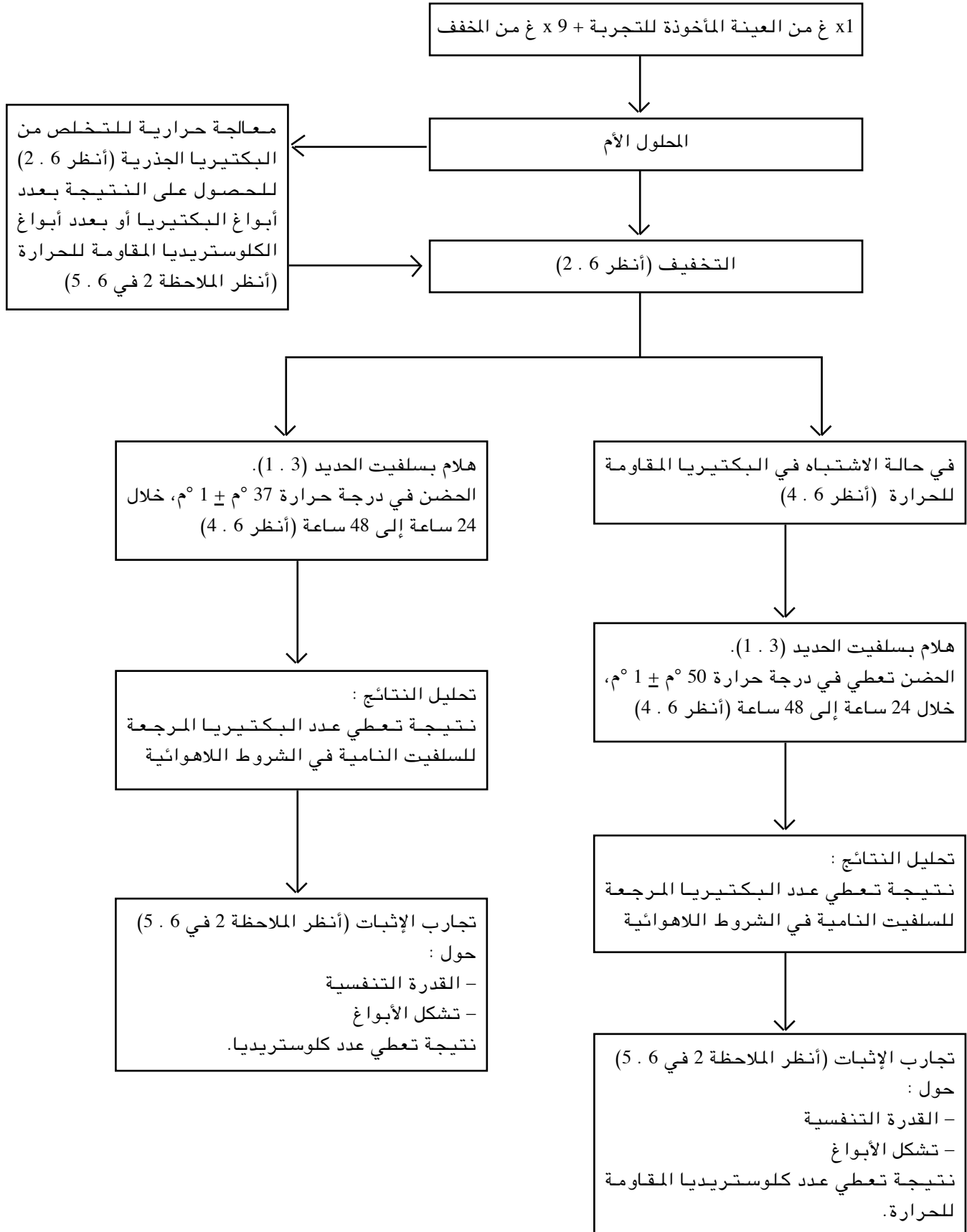
بعد تجمد الوسط، يسكب في علبة من 5 ملل إلى 10 ملل من نفس الوسط، بحيث تغطي الطبقة السابقة.

في حالة استعمال الأنابيب، يلحق 1 ملل من كل من التخفيفات في كل من الأنبوبين المحتويين على الوسط الهلامي، يحفظ في درجة حرارة محصورة بين 44°C و 47°C .

يمزج بلطف مع اجتناب تشكل فقاعات هوائية، ثم يترك الوسط ليتجمد بواسطة حمام مائي (4 . 2).

بعد أن يتجمد الوسط، يسكب 2 ملل إلى 3 ملل من

الجدول التمثيل البياني لطريقة العمل



قرار مؤرخ في 28 رجب عام 1435 الموافق 28 مايو سنة 2014، يجعل منهج تحضير العينات والحلول الأم والتخفيفات العشرية قصد الفحص الميكروبيولوجي إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 14-154 المؤرخ في 5 رجب عام 1435 الموافق 5 مايو سنة 2014 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحضير العينات والحلول الأم والتخفيفات العشرية قصد الفحص الميكروبيولوجي إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحضير العينات والحلول الأم والتخفيفات العشرية قصد الفحص الميكروبيولوجي، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق 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 28 رجب عام 1435 الموافق 28 مايو سنة 2014.

عمار بن يونس

يجب أن تكون المواد الكيميائية ذات نوعية تحليلية معروفة ومناسبة للتحليل الميكروبيولوجي.
يجب أن يكون الماء المستعمل، ماء مقطرا أو ذا نوعية مكافئة.

2.3 مخففات لاستعمالات عامة

1.2.3 محلول بيبتون - ملح

1.1.2.3 التركيب

مستحضر هضم إنزيمي للكازيين.....1 غ
كلورور الصوديوم (NaCl).....8,5 غ
الماء.....1000 ملل

2.1.2.3 التحضير :

تذوب المركبات في الماء مع التسخين إذا كان ضروريا.

يعدل الـ pH إذا كان ضروريا، بحيث يصبح بعد التعقيم $0,2 \pm 7$ في 25°C .

2.2.3 ماء بيبتوني ذو pH مثبت

1.2.2.3 التركيب :

مستحضر هضم إنزيمي لأنسجة حيوانية.....10 غ
كلورور الصوديوم (NaCl).....5 غ
هيدروجينو - فوسفات ثنائي الصوديوم إثنا عشرة هيدراتي ($\text{Na}_2\text{HPO}_4, 12\text{H}_2\text{O}$).....9 غ
ثنائي هيدروجينو - فوسفات البوتاسيوم (KH_2PO_4).....1,5 غ
الماء.....1000 ملل

2.2.2.3 التحضير :

تذوب المركبات في الماء مع التسخين إذا كان ضروريا.

يعدل الـ pH إذا كان ضروريا، بحيث يصبح بعد التعقيم $0,2 \pm 7$ في 25°C .

3.3 توزيع وتعقيم المخفف

يوزع المخفف (2.3) بالأحجام اللازمة لتحضير المعلقات الأم في حوجلات (4.4) ذات سعة مناسبة.

يوزع المخفف (2.3) بالأحجام اللازمة لتحضير تخفيفات عشرية في أنابيب اختبار (5.4) أو حوجلات (4.4) بحيث يحتوي كل أنبوب أو حوجلة على 9 ملل بعد

الملحق

منهج تحضير العينات والمحاليل الأم والتخفيفات العشرية قصد الفحص الميكروبيولوجي

يحدد هذا المنهج القواعد العامة لتحضير المحلول الأم والتخفيفات العشرية المنجزة في وسط هوائي قصد الفحوصات الميكروبيولوجية للمواد الموجهة للاستهلاك البشري أو التغذية الحيوانية.

1. مصطلحات وتعريف :

من أجل متطلبات هذا المنهج تطبق المصطلحات والتعاريف الآتية :

1.1 المحلول الأم (التخفيف الأول)

معلق أو محلول أو مستحلب متحصل عليه بعد وزن أو قياس المادة المراد تحليلها (أو من عينة التجربة المحضرة من هذه المادة) ممزوجة مع كمية تساوي 9 مرات كمية المخفف مع ترك الجزيئات الكبيرة تترسب إذا وجدت. (3) والملاحظات 1 و 2 في 1.6)

2.1 التخفيفات العشرية التي تلي :

معلقات أو محاليل متحصل عليها بخلط حجم موزون من المحلول الأم (1.1) مع كمية تساوي 9 مرات كمية المخفف مع إعادة هذه العملية على التخفيفات العشرية التي تلي حتى الحصول على مجموعة من التخفيفات العشرية المناسبة لتطعيم أوساط الزرع.

2. المبدأ

تحضير المحلول الأم (1.1) بحيث نحصل قدر الإمكان، على توزيع موحد للأحياء الدقيقة الموجودة في عينة التجربة.

تحضير تخفيفات عشرية (2.1)، إذا اقتضى الأمر، لتقليص عدد الأحياء الدقيقة بوحدة الحجم من أجل السماح بملاحظة نموها المحتمل بعد التحضين (حالة الأنابيب) أو لإجراء إحصاء مستعمرات (حالة العلب)، كما هو محدد في كل منهج خاص.

ملاحظة : للتقليص من مجال الإحصاء إلى حد معين أو إذا كان عدد الأحياء الدقيقة المرتقبة كبيرا جدا، يمكن زرع التخفيفات العشرية الضرورية فقط (تخفيفين متتاليين على الأقل).

3. المخففات

1.1 التركيبات الأساسية :

لتحسين تكرارية النتائج، ينصح لتحضير المخفف باستعمال مركبات أساسية مجففة أو تحضير كامل مجفف. يجب اتباع تعليمات المصنع بدقة.

ملاحظة 1 :

في بعض الحالات يمكن أن يكون ضروريا إضافة المخفف بكثرة، خاصة بالنسبة للمواد التي تعطي محلول الأم 1 + 9 لزج جدا أو سميك، يجب إذا أخذه بعين الاعتبار في العمليات الموالية و / أو في التعبير عن النتائج.

ملاحظة 2 :

يشترط هذا التخفيف الأول جزئيا قيمة الحد الأدنى للإحصاء الذي يتعلق كذلك بالتقنية المستعملة (على سبيل المثال، الزرع في الكتلة بالايونوكيلوم ذو 1 ملل في محلول 1 / 10 حيث يقدر هذا الحد بـ 10 أحياء دقيقة بالغرام).

إذا كان ضروريا التنزيل تحت هذا الحد بالنسبة لبعض الإحصاءات في بعض المواد، يمكن استعمال حجم أصغر من المخفف. يجدر الذكر بأن زرع هذا المحلول الأم يؤدي احتمال حدوث صعوبات مرتبطة بعدم توازن نسبة الاينوكيلوم / وسط (منع النمو البكتيري بتركيز كبير لمركبات المنتج).

من أجل تجنب تضرر الأحياء الدقيقة بالتغيرات المفاجئة لدرجة الحرارة، يجب أن تكون درجة حرارة المخفف خلال العمليات المذكورة أعلاه قريبة من درجة حرارة الوسط ما عدا في المنتجات الخاصة. يجانس الخليط.

إذا لزم الأمر، تترك الجزيئات الكبيرة تترسب لمدة 15 دقيقة على الأكثر كما يمكن استعمال أجهزة التشريح المكافئة.

في حالة حساب الأبواغ، يجب أن يسخن مباشرة المحلول الأم (مثلا 80° م على الأقل لمدة 10 دقائق) بعد تحضيره ويتبع بتبريد سريع.

2.6 التخفيفات العشرية التي تلي :

ينقل، بواسطة ماصة معقمة (6.4) وبارتياب قياسي $\pm 5\%$ ، 1 ملل من المحلول الأم في أنبوب يحتوي على 9 ملل من المخفف في درجة حرارة مناسبة.

ملاحظة : إذا كان الأمر يستلزم حجما كبيرا، فيمكن أن يضاف حجم محدد من المحلول الأم (أكثر من 1 ملل)، بارتياب قياسي $\pm 5\%$ ، في حوجة (4.4) تحتوي على 9 مرات من حجم المخفف المعقم.

من أجل تدقيق أفضل، لا تدخل الماصة في المحلول الأم أكثر من 1 سم.

التعقيم. يجب ألا يتجاوز ترتيب القياس لهذا الحجم النهائي، بعد التعقيم $\pm 2\%$.

ملاحظة : إذا كان مقرر حساب عدة مجموعات من الأحياء الدقيقة بواسطة أوساط زرع مختلفة، يمكن أن يصبح ضروريا توزيع كل المخففات (أو البعض منها فقط) بكميات أكبر من 9 ملل فيجب إذا الأخذ بعين الاعتبار أبعاد الحوجلات (4.4) وأنابيب الاختبار (5.4).

تسد الأنابيب أو الحوجلات.

تعقم بجهاز التعقيم في 121° م لمدة 15 دقيقة.

4. التجهيزات و الأدوات الزجاجية

الأدوات المستعملة في مخبر الميكروبيولوجيا ولا سيما ما يأتي :

1.4 أجهزة للتعقيم بحرارة جافة (فرن) و بحرارة رطبة (جهاز التعقيم).

2.4 أجهزة للمجانسة.

3.4 رجاج ميكانيكي

4.4 حوجلات، ذات ساعات مناسبة.

5.4 أنابيب اختبار، ذات سعة مناسبة.

6.4 ماصات مدرجة ذات سيلان كامل، ذات سعة اسمية 1 ملل و 10 ملل مدرجة على التوالي في 0,1 ملل و 0,5 ملل.

7.4 جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH)، له تدقيق بقراءة $\pm 0,1$ وحدة pH في 25° م ويسمح بإجراء قياسات دقيقة في $\pm 0,1$ وحدة pH.

8.4 ميزان، له القدرة على الوزن بتقريب 0,01 غ.

5. اقتطاع العينات

تجرى عملية اقتطاع العينات في شروط مناسبة.

6. طريقة العمل

1.6 مينة التجربة و المحلول الأم (التخفيف الأول)

يوزن في قرح أو كيس بلاستيكي معقمين بارتياب قياسي $\pm 5\%$ ، كتلة ك (غ) أو يقاس بارتياب قياسي $\pm 5\%$ حجم ح (ملل) (10 غ أو 10 ملل على الأقل إلا في حالة وجود تحديدات مخالفة) يمثلان عينة التجربة.

تضاف كمية من المخفف تساوي 9 x ك (غ) أو 9 x ح (ملل). من الأفضل قياس هذه الكمية بالكتلة وبارتياب قياسي يقدر بـ $\pm 5\%$ أو بالحجم وبارتياب قياسي يقدر بـ $\pm 5\%$.

يجب تجنب كل اتصال بين الماصة (6.4) المحتوية على الاينوكيلوم والمخفف المعقم.

تخلط العينة المأخوذة للتجربة و المخفف بعناية باستعمال رجاج ميكانيكي (3.4) ومن الأفضل لمدة خمس إلى عشر ثوان للحصول على تخفيف 2-10.

إذا لزم الأمر، تعاد هذه العمليات على التخفيف 2-10 والتخفيفات العشرية الموالية باستعمال ماصة جديدة معقمة لكل تخفيف من أجل الحصول على التخفيفات 10⁻³، 10⁻⁴..... الخ وذلك إلى غاية الحصول على عدد مناسب من الأحياء الدقيقة.

3.6 مدة العمليات

يجب ألا يتجاوز الوقت الجاري بين نهاية تحضير المحلول الأم ولحظة اتصال الاينوكيلوم بوسط الزرع، 45 دقيقة مع تحديد 30 دقيقة كزمن فاصل بين تحضير المحلول الأم (1.6) وبداية تحضير التخفيفات العشرية الموالية.

ملاحظة : إذا كانت درجة حرارة وسط المخبر عالية جدا، يجب تقليص هاتين المدتين القصويتين.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 21 رجب عام 1435 الموافق 21 مايو سنة 2014 ، يجعل منهج إحصاء ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب إجباريا (ستافيلوكوكوس أوريس وأنواع أخرى).

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 14-154 المؤرخ في 5 رجب عام 1435 الموافق 5 مايو سنة 2014 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

– وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالموصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج إحصاء ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب إجباريا.

المادة 2 : من أجل إحصاء ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر 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 21 رجب عام 1435 الموافق 21 مايو سنة 2014.

عمارة بن يونس

الملحق

منهج أفقي لإحصاء ستافيلوكوكوس ذات إنزيم

تخثر موجب

(ستافيلوكوكوس أوريس وأنواع أخرى)

(تقنية تستعمل وسط هلامي لبارد باركر)

وإدخال معطيات الدقة

يحدد هذا المنهج تقنية أفقية لإحصاء ستافيلوكوكوس ذات أنزيم تخثر موجب في المواد الموجهة للاستهلاك البشري أو لتغذية الحيوانات عن طريق حساب المستعمرات المتحصل عليها في الوسط الصلب (وسط بارد باركر) (Baird - Parker) بعد التحضين في وسط هوائي في 35°م أو 37°م).

1 - مصطلحات وتعريف :

لتطلبات هذا المنهج تطبق المصطلحات والتعريف الآتية :

1.1 - ستافيلوكوكوس ذات أنزيم تخثر موجب، بكتيريا تشكل مستعمرات مميزة و/ أو غير مميزة على سطح وسط الزرع الانتقائي وتعطي تفاعل موجب لأنزيم التخثر عندما تجرى التجربة حسب هذا المنهج.

2.1 - إحصاء ستافيلوكوكوس ذات أنزيم تخثر موجب، تحديد عدد ستافيلوكوكوس ذات أنزيم تخثر موجب، الموجودة في الميليلتر أو في الغرام من العينة عند إجراء التجربة حسب هذا المنهج.

2 - المبدأ

1.2 - الزرع على السطح لوسط هلامي انتقائي مسكوب في سلسلتين من العلب مع كمية محدودة من عينة التجربة إذا كانت المادة المراد فحصها سائلة، أو المطول الأم في حالة المواد الأخرى.

الماء، للحصول على الحجم النهائي يقدر بـ 1000 ملل.

(أ) (حسب قدرة التهلل للأغار - أغار)

2.1.2.3 - التحضير :

تذوب المركبات أو الوسط الكامل المجفف في الماء وتوضع للغليان. إذا كان ضروريا، يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث يصبح بعد التعقيم، $7,2 \pm 0,2$ في 25°C .

يوزع الوسط بكميات تقدر بـ 100 ملل في قارورات أو حوجلات (5.4) ذات سعة مناسبة.

يعقم الوسط في 121°C لمدة 15 دقيقة.

2.2.3 - المحاليل :

1.2.2.3 - محلول تيلوريت البوتاسيوم :

1.1.2.2.3 - التركيب :

تيلوريت البوتاسيوم (K_2TeO_3) (أ)..... 1 غ

ماء 100 ملل

(أ) : يوصي بالتأكد مسبقا بأن تيلوريت البوتاسيوم المتوفر لدينا يناسب هذه التجربة (2.1.2.2.3).

2.1.2.2.3 - التحضير :

يذوب تيلوريت البوتاسيوم بالكامل في الماء ويسخن أقصى ما يمكن.

يجب أن يكون المسحوق سريع الذوبان وإذا وجد مركب أبيض غير ذائب في الماء فلا يأخذ هذا المسحوق.

يعقم بالترشيح على أغشية نفاذيتها 0,22 ميكرومتر.

يمكن حفظ المحلول، شهرا على الأكثر في $3^\circ \text{C} \pm 2^\circ \text{C}$

ويستبعد المحلول إذا تشكل راسب أبيض.

2.2.2.3 - مستحلب صفار البيض (في تركيز 20%)

تقريبا أو حسب تعليمات المصنّع).

ملاحظة : إذا توفر المستحضر التجاري من المستحسن استعماله.

الزرع وفي نفس الشروط لتخفيفات عشرية متحصل عليها انطلاقا من عينة التجربة أو المحلول الأم بمقدار علبتين لكل تخفيف.

2.2 - التحضين : تحضين هذه العلب في 35°C

أو 37°C (يشار إلى درجة الحرارة في كشف التحاليل) في وسط هوائي والفحص بعد 24 ساعة و 48 ساعة.

3.2 - حساب عدد ستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر

موجب في الميليلتر أو في الغرام من العينة، انطلاقا من عدد المستعمرات المميزة و/ أو غير المميزة المتحصل عليها في العلب المقبولة من التخفيفات التي أعطت نتيجة ممثلة ومؤكدة بنتيجة موجبة لتجربة أنزيم التخثر.

3 - المخفف وأوساط الزرع :

1.3 - المخفف :

أنظر منهج تحضير العينات، المحلول الأم والتخفيفات العشرية قصد الفحص الميكروبيولوجي - القواعد العامة لتحضير المحلول الأم والتخفيفات العشرية.

2.3 - وسط هلامي لبارد باركر (الوسط الهلامي

هو محلول بارد باركر بإضافة السولفاميزاتين، عند الشك في وجود البروتيتوس.

ملاحظة : يمكن استعمال أوساط تباع في السوق

وفي هذه الحالة يجب اتباع الصارم لتعليمات المصنّع.

1.2.3 - الوسط الأساسي :

1.1.2.3 - التركيب :

خلاصة الهضم البنكرياسي للكازيين..... 10 غ

مستخلص الخميرة..... 1 غ

مستخلص اللحم..... 5 غ

بيروقات الصوديوم..... 10 غ

L - غليسين..... 12 غ

كلورور الليتيوم..... 5 غ

أغار - أغار من 12 إلى 22 غ (أ)

يستعمل بيض دجاج طازج ذو قشرة كاملة. ينظف البيض بمشط بواسطة مطهر سائل.

يغسل بالماء الجاري ثم تعقم القشور إما بغمرها في الإيثانول ذي 70% (جزء حجمي) لمدة 30 ثانية وتركها تجف بالهواء وإما برشها بالكحول متبوع بلهب.

بإجراء العملية بطريقة معقمة، تكسر كل بيضة ويفصل الصفار عن البياض بالنقل المتكرر لصفار البيض من نصف القشرة إلى أخرى. يوضع صفار البيض في قارورة معقمة (5.4) ويضاف إليه أربع مرات من حجمه ماء معقم. تخلط بشدة. يسخن الخليط في حمام مائي (4.4) مضبوط في 47°م لمدة ساعتين ويوضع في 3±2°م لمدة 18 إلى 24 ساعة من أجل السماح بتشكيل راسب. يجمع بطريقة معقم السائل الذي يطفو في قارورة معقمة حديثا من أجل الاستعمال.

يمكن حفظ المستحلب في مدة أقصاها 72 ساعة لعينة التجربة في 3±2°م.

3.2.2.3 - محلول سولفاميزاتين (سولفاميتازين، سولفاديمدين) :

ملاحظة : يستعمل المحلول فقط في حالة الشك في وجود أنواع من البروتيتوس في عينة التجربة.

1.3.2.2.3 - التركيب :

سولفاميزاتين 0,2غ
محلول هيدروكسيد الصوديوم c(NaOH) ذو 0,1
مول/ل 10 ملل
ماء 90 ملل

2.3.2.2.3 - التحضير :

يذوب السولفاميزاتين في محلول هيدروكسيد الصوديوم.

- يكمل الحجم بالماء إلى 100 ملل.

- يعقم بالترشيح على أغشية نفاذيتها 0,22 ميكرومتر.

يمكن حفظ المحلول شهرا على الأكثر في 3±2°م.

3.2.3 - وسط كامل :

1.3.2.3 - التركيب :

الوسط الأساسي (1.2.3) 100ملل
محلول تيلوريت البوتاسيوم (1.2.2.3) 1ملل
مستحلب صفار البيض (2.2.2.3) 5 ملل
محلول السولفاميزاتين (3.2.2.3)
إذا كان ضروريا) 2,5 ملل

2.3.2.3 - التحضير :

يذوب الوسط الأساسي، ثم يبرد في 47°م تقريبا في حمام مائي (4.4).

يضاف بصفة معقمة، المحلولين الآخرين (1.2.2.3) و (2.2.2.3) وإذا كان ضروريا (إذا اشتبهنا في وجود أنواع البروتيتوس في عينة التجربة)، محلول سولفاميزاتين (3.2.2.3)، كل محلول تم تسخينه مسبقا في حمام مائي في 47°م، بالخلط بعناية بعد كل إضافة.

4.2.3 - تحضير علب الوسط الهلامي :

تسكب الكمية اللازمة من الوسط الكامل (3.2.3) في علب بيتري معقمة بحيث نتحصل فيها على سمك الهلام يساوي 4 مم، ويترك ليتجمد.

يمكن حفظ العلب قبل التجفيف خلال 24 ساعة على الأكثر في 3±2°م.

ملاحظة : يجب اتباع تعليمات المصنع، فيما يخص مدة حفظ العلب المحضرة صناعيا.

يفضل تجفيف العلب قبل الاستعمال، برفع الغطاء عنها ويكون سطح الهلام متجها نحو الأسفل في جهاز تجفيف مضبوط في 25°م و 50°م وذلك حتى زوال القطرات الموجودة على سطح الوسط.

3.3 - مرق قلب - مخ :

1.3.3 - التركيب :

مستحضر هضم أنزيمي لأنسجة حيوانية 10 غ

4 - التجهيزات والأدوات الزجاجية

ملاحظة: تقبل الأجهزة ذات استعمال واحد بما في ذلك الأدوات الزجاجية القابلة للاستعمال، بشرط أن تكون خصائصها ملائمة.

أجهزة عادية للمخبر الميكروبيولوجي خاصة ما يأتي.

1.4 - جهاز للتعقيم في حرارة جافة (فرن) وفي حرارة رطبة (جهاز التعقيم).

2.4 - جهاز التجفيف، يسمح بتثبيت الأوساط المزروعة، العلب، القارورات في الداخل في درجة حرارة $35^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ أو في $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

3.4 - غرفة التجفيف أو جهاز التجفيف، الذي يمكن تثبيته في درجة حرارة بين $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ و $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

4.4 - حمام مائي، أو جهاز مشابه معدل في $47^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

5.4 - أنابيب اختبار أو قارورات أو حوجلات بسدادات لولبية سعتها تلائم عملية التعقيم وحفظ أوساط الزرع وتحضين الأوساط السائلة، خاصة الأنابيب المعقمة المستعملة في انحلال الدم، أو قارورات ذات قاع دائري أبعادها 10 مم و 75 مم تقريبا.

6.4 - ملب بيتري، معقمة من زجاج أو من مادة بلاستيكية.

7.4 - سلك مستقيم، وماصات باستور.

8.4 - ماصات مدرجة ذات سيلان كامل، سعتها على التوالي 1 ملل، 2 ملل و 10 ملل ومدرجة في 0,1 ملل و 0,5 ملل.

9.4 - ناشر، معقم من زجاج أو من مادة بلاستيكية.

10.4 - جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH)، له قراءة بتدقيق $\pm 0,01$ وحدة الـ pH في 25°C ويسمح بإنجاز قياسات دقيقة في $\pm 0,1$ وحدة الـ pH.

5 - اقتطاع العينات

يجب أن يجرى اقتطاع وتحضير العينات في شروط مناسبة.

مستخلص مجفف من مخ العجل..... 12,5 غ
مستخلص مجفف من قلب البقر..... 5 غ
سكر عنب..... 2 غ
كلورور الصوديوم..... 5 غ
هيدروجينو - أورتوفوسفات ثنائي الصوديوم
خال من الماء

(Na_2HPO_4)..... 2,5 غ
ماء..... 1000 ملل

2.3.3 - التحضير :

تذوب المركبات أو الوسط الكامل المجفف في الماء وذلك بالتسخين إذا كان ضروريا.

يعدل العامل الهيدروجيني (pH) بحيث يصبح بعد التعقيم، $7,4 \pm 0,2$ في 25°C .

يوزع بوسط الزرع بكميات تقدر بـ 5 ملل إلى 10 ملل في أنابيب أو حوجلات (4.5) ذات سعة مناسبة.

يعقم الوسط في 121°C لمدة 15 د.

4.3 - بلازما الأرنب :

تستعمل بلازما الأرنب المجففة المتوفرة في السوق ويعاد تمييزها حسب تعليمات المصنّع.

إذا كان من غير الممكن الحصول على بلازما الأرنب المجففة، تخفف بلازما الأرنب الطازجة والمعقمة في حجم واحد لـ 3 أحجام من الماء المعقم.

إذا استعمل سترات البوتاسيوم أو سترات الصوديوم كمضاد التخثر للبلازما، يضاف محلول حمض الإيثيلين ثنائي أمين رباعي أستيك (الـ EDTA) بطريقة نتحصل فيها على 0,1% من EDTA في البلازما المعاد تجفيفها أو المخففة (لا يتطلب البلازما المضاف إليه الأكزالات أو الهيارين، محلول الـ EDTA).

في حالة غياب تعليمات المصنّع، يجب استعمال البلازما المجففة أو المخففة فورا.

قبل الاستعمال، تراقب كل حصة من البلازما مع أصناف ستافيلوكوكوس ذات إنزيم تخثر موجب وأخرى ذات إنزيم تخثر سالب.

4.6 - انتقاء العلب والتفسير :

1.4.6 - بعد 24 سا $\pm$ 2 سا من التحضين، يؤشر على قاع العلب مواقع المستعمرات المميزة المحتمل وجودها (الملاحظة 1).

تحضن من جديد كل العلب في 35°م أو 37°م (يشار إلى درجة الحرارة في كشف التحليل) لمدة 24 سا $\pm$ 2 سا إضافية ويؤشر على المستعمرات المميزة الجديدة. كذلك يؤشر على المستعمرات غير المميزة المحتمل وجودها (الملاحظة 2).

بالنسبة للإحصاء لا تقبل إلا العلب التي تحتوي على 300 مستعمرة على الأكثر بحيث تكون 150 مستعمرة مميزة و/ أو غير مميزة على مستوى تخفيفين متتاليين. يجب أن تحتوي إحدى العلب على 15 مستعمرة على الأقل.

نختار من أجل التأكد (5.6) عدد محدد A (على العموم، 5 مستعمرات مميزة إذا لم توجد إلا المستعمرات المميزة أو 5 مستعمرات غير مميزة إذا لم توجد إلا المستعمرات المميزة أو 5 مستعمرات مميزة و 5 مستعمرات غير مميزة إذا كان النوعان موجودين انطلاقا من كل علبة).

- يمكن إجراء تقدير كما هو مبين في (3.4.6) وفي (2.7) إذا كانت على الأقل 15 مستعمرة مميزة و/ أو غير مميزة على العلب المزروعة بمادة سائلة غير مخففة أو بتخفيف أضعف بالنسبة للمواد الأخرى.

ملاحظة 1 :

تكون المستعمرات المميزة، سوداء أو رمادية ولماعة ومحدبة (قطرها يساوي 1 مم إلى 1,5 مم بعد 24 سا من التحضين و 1,5 مم إلى 2,5 مم بعد 48 سا من التحضين) ومحاطة بدائرة واضحة يمكن أن تكون كثيفة جزئيا. بعد 24 ساعة من التحضين على الأقل يمكن ظهور حلقة عائمة في هذه المنطقة الواضحة تتصل مباشرة بالمستعمرات.

ملاحظة 2 :

المستعمرات غير المميزة، لها نفس حجم المستعمرات المميزة ويمكنها أن تظهر على الشكل التالي :

من المهم جدا أن يستقبل المخبر عينة ممثلة، غير متلفة أو تتغير أثناء النقل والتخزين.

6 - طريقة العمل :

1.6 - العينة المأخوذة للتجربة، المحلول الأم والتخفيفات

أنظر منهج تحضير العينات، المحلول الأم والتخفيفات العشرية قصد الفحص الميكروبيولوجي - القواعد العامة لتحضير المحلول الأم والتخفيفات العشرية.

2.6 - الزرع :

1.2.6 - بواسطة ماصة معقمة (8.4) ينقل 0,1 ملل من عينة التجربة إذا كان سائلا أو 0,1 ملل من المحلول الأم (تخفيف 1-10) بالنسبة للمواد الأخرى، إلى سطح علبتي الوسط الهلامي (4.2.3).

تعد العملية بتخفيف 2-10 والتخفيفات الموالية إذا كان ضروريا.

2.2.6 - بالنسبة لبعض المواد وإذا كان من الضروري إجراء تقدير لأعداد صغيرة من الستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب، يمكن رفع حدود الإحصاء بقوة 10 بزرع 1 ملل من عينة التجربة إذا كانت سائلة أو 1 ملل من المحلول الأم بالنسبة للمواد الأخرى، إما على سطح علبة كبيرة (140 مم) من الوسط الهلامي وإما على سطح ثلاث (3) علب صغيرة (90 مم) من الوسط الهلامي. تجرى هذه العمليات في كلتا الحالتين مرتين بطريقة نتحصل فيها على علبتين كبيرتين أو ست علب صغيرة.

3.2.6 - ينشر الإينوكيلوم بعناية وبأكبر سرعة ممكنة على سطح الوسط الهلامي مع تجنب لمس أطراف العلبة بالناشر (9.4). تترك العلب لتجف بأغطيتها لمدة 15 دقيقة في درجة حرارة المحيط.

3.6 - التحضين :

تقلب العلب المحضرة حسب (3.2.6) وتحضن لمدة 24 سا $\pm$ 2 سا ثم يعاد تحضينها لمدة 24 سا $\pm$ 2 سا إضافية في جهاز التجفيف (2.4) في 35°م أو في 37°م (يشار إلى درجة الحرارة في كشف التحليل).

- مستعمرات سوداء ولّاعة لها حافة بيضاء ضيقة
أم لا مع غياب المنطقة الواضحة والحلقة العاتمة أو
ظهورهما بشكل طفيف.

- مستعمرات رمادية عديمة المنطقة الواضحة.

تتشكل المستعمرات غير المميزة خاصة من
الأصناف الملوثة من شتافيلوكوك ذات إنزيم تخثر
موجب مثل الحليب ومشتقاته، الجمبري، الأحشاء.
أصناف ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب هي الأقل
تلويثا للمنتجات الأخرى.

ملاحظة 3 :

المستعمرات الأخرى هي تلك المحتمل وجودها في
العلب التي ليست لها المظهر المبين في الملاحظتين 1
و2 بالنسبة للمستعمرات المميزة وغير المميزة. تعتبر
هذه المستعمرات كتكاثر ملحق.

2.4.6 - إذا وزع 1 ملل من الإينوكيلوم على ثلاث
علب (2.2.7) تجرى عمليات الإحصاء والتأكد على جميع
هذه العلب باعتبارها علبة واحدة.

3.4.6 - من أجل تقدير الأعداد الصغيرة
لـ ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب، يحتفظ بالعلب
التي تحتوي على مستعمرات مميزة وغير مميزة.
تأخذ كل المستعمرات للتأكد على ألا تتجاوز الحدود
المبينة أعلاه.

5.6 - التأكد (البحث من إنزيم التخثر).

يقتطع كل قسم من عينة منتقاة (4.6) بواسطة
سلك معقم (7.4) ويزرع في أنبوب أو في قارورة مرق
قلب - مخ (3.3).

يحضن في 35°م أو في 37°م (يشار إلى درجة
الحرارة في كشف التحليل) لمدة 24 ساعة ± 2 ساعة.

يضاف بصفة معقمة 0,1 ملل من كل زرع
إلى 0,3 ملل من بلازما الأرنب (4.3) (إلا إذا حددت
كميات أخرى من طرف المصنّع) في أنابيب معقمة
تستعمل لانحلال الدم أو قارورات (المذكورة في 5.4)
وتحضنها في 35°م أو في 37°م (يشار إلى درجة
الحرارة في كشف التحليل).

مع إمالة الأنبوب، يفحص تخثر البلازما بعد أربع
ساعات إلى 6 ساعات من التحضين وإذا كان الاختبار

سالبا، يعاد الفحص بعد 24 ساعة من التحضين،
أو يفحص بعد وقت التحضين الذي يوصي به
المصنّع.

يعتبر تفاعل إنزيم التخثر موجبا، إذا احتلت
الخثارة مساحة أكثر من نصف الحجم المشغول سابقا
من طرف السائل.

في إطار مراقبة سلبية، يضاف لكل حصة بلازما،
0,1 ملل من مرق قلب - مخ معقم (3.3) إلى الكمية
المطلوبة من بلازما الأرنب (4.3) وتحضن بدون عملية
الزرع. من أجل أن يكون التفاعل صحيحا يجب ألا
يظهر بلازما الأنبوب الشاهد علامات التخثر.

7 - تفسير النتائج :

1.7 - حالة عامة :

1.1.7 - حساب العدد α من ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب معرفة لكل علبة متحصل عليها :

يحسب لكل واحدة من العلب، العدد a من
ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب معرفة حسب
المعادلة التالية :

$$\alpha = \frac{b_c}{A_c} \times C_c + \frac{b_{nc}}{A_{nc}} \times C_{nc}$$

بحيث :

A_c : عدد المستعمرات المميزة الخاضعة لاختبار
إنزيم التخثر (5.6)،

A_{nc} : عدد المستعمرات غير المميزة الخاضعة
لاختبار إنزيم التخثر (5.6)،

b_c : عدد المستعمرات المميزة التي أظهرت اختبار
إيجابي لإنزيم التخثر.

b_{nc} : عدد المستعمرات غير المميزة التي تستجيب
لاختبار أنزيم التخثر بالإيجاب،

C_c : العدد الإجمالي للمستعمرات المميزة المؤشرة
على العلب (4.6)،

C_{nc} : العدد الإجمالي للمستعمرات غير المميزة
المؤشرة على العلب (4.6)،

يتم العدد a إلى عدد كامل.

2.1.7 - حساب العدد N من الستافيلوكوك المعرفة ذات إنزيم تخثر موجب الموجودة في العلبة المأخوذة للتجربة.

من بين 85 مستعمرة، حيث خمس (5) مستعمرات ظهرت فيها ثلاث مستعمرات ذات إنزيم تخثر موجب أين $\alpha = 51$

من بين المستعمرات الثلاث، ظهرت ثلاث (3) مستعمرات ذات إنزيم تخثر موجب أين $\alpha = 3$

من بين المستعمرات السبع، ظهرت خمس (5) مستعمرات ذات إنزيم تخثر موجب أين $\alpha = 7$

$$N = \frac{65 + 51 + 3 + 7}{0,22 \times 10^{-2}} = 57272$$

النتيجة بعد إتمام العدد هي : $10^4 \times 5,7$

2.7 - تقدير الأعداد الصغيرة :

1.2.7 - إذا كانت العلبتين تحتوي كل واحدة منها على 15 مستعمرة على الأقل بالنسبة لعينة التجربة (مادة سائلة) أو المحلول الأم (مواد أخرى)، يعبر عن النتائج كالتالي :

أ) بالنسبة للمواد السائلة، يقدر عدد ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب في الميليلتر.

$$N\alpha = \frac{\sum \alpha}{V \times 2}$$

حيث :

$\sum \alpha$: مجموع مستعمرات الستافيلوكوك المعرفة ذات إنزيم تخثر موجب (1.1.7) على العلبتين المحتفظ بهما،

V : الحجم المنشور على كل علبة.

ب) بالنسبة للمواد الأخرى، العدد المقدر لستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب في الغرام :

$$Ne = \frac{\sum \alpha}{V \times 2 \times d}$$

حيث :

$\sum \alpha$: مجموع مستعمرات الستافيلوكوك المعرفة ذات إنزيم تخثر موجب (1.1.7) على العلبتين المقبولتين.

بالنسبة للعلب التي تحتوي على 300 مستعمرة على الأكثر حيث 150 منها مميزة و/ أو غير مميزة لتخفيفين متتاليين، يحسب عدد ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب لكل علبة كما هو مبين في (1.1.7) ويحسب العدد N من الستافيلوكوك المعرفة ذات إنزيم تخثر موجب الموجودة في عينة التجربة كعدد متوازن انطلاقاً من تخفيفين متتاليين عن طريق المعادلة الآتية :

$$N = \frac{\sum \alpha}{V (n_1 + 0,1n_2) d}$$

حيث :

$\sum \alpha$: مجموع مستعمرات الستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب على جميع العلب المحتفظ بها.

V : حجم الإينوكيلوم المطبق على كل علبة بالميليلتر.

n1 : عدد العلب المحتفظ بها في التخفيف الأول،

n2 : عدد العلب المحتفظ بها في التخفيف الثاني،

d : نسبة التخفيف المقابل للتخفيف الأول المحتفظ بها (يعتبر المحلول الأم كتخفيف).

يتم العدد على شكل رقمين ممثلين للنتائج المتحصل عليها.

تسجل النتيجة بعدد ستافيلوكوك ذات إنزيم التخثر موجب في الميليلتر (مادة سائلة) أو في الغرام (مواد أخرى، معبر عنها بعدد يتراوح بين 1 و 9,9 مضروب في 10^x حيث x القوة المناسبة لـ 10).

3.1.7 - مثال : أعطي إحصاء مادة بعد زرع 0,1 ملل

منها النتائج الآتية :

في التخفيف الأول المتحصل عليه (10-2) : 65 مستعمرة مميزة و 85 مستعمرة مميزة (لا توجد أي مستعمرة غير مميزة)،

- في التخفيف الثاني المتحصل عليه (10-3) : 3 مستعمرات مميزة و 7 مستعمرات مميزة (لا توجد أي مستعمرة غير مميزة)،

- تم إعادة الزرع :

من بين 65 مستعمرة، ظهرت خمس (5) مستعمرات ذات إنزيم تخثر موجب أين $\alpha = 65$

التجربة متحصل عليهما بمنهج واحد على مادة خاضعة للتجربة في مخابر مختلفة منجزة من طرف عدة مجربين باستعمال تجهيزات مختلفة زيادة 5% من الحالات لحدود التكرارية مابين المخابر.

d : نسبة تخفيف حجم محلول الأم،

V : الحجم المنشور على كل علبة.

2.2.7 - إذا كانت العلبتان لا تحتويان على أي

مستعمرة من ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب وإذا كان الزرع المجري بـ 0,1 ملل من العينة بالنسبة لعينة التجربة (مادة سائلة) أو المحلول الأم (مواد أخرى)، يعبر عن النتائج (0,1 ملل من الإينوكلوم على العموم) كالآتي :

- أقل من 10 ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب في الميليلتر (مواد سائلة).

- أقل من 10/d ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب في الغرام (مواد أخرى) حيث d هي كمية تخفيف المحلول الأم.

إذا أجري الزرع بـ 1 ملل من العينة، يعبر عن النتيجة كالآتي :

- أقل من ستافيلوكوك واحد ذات إنزيم تخثر موجب في الميليلتر (مواد سائلة)،

- أقل من 1/d ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب في الغرام (مواد أخرى).

8 - الدقة :

1.8 - التكرارية :

لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتي تجربتين فرديتين، مستقلتين (محوالة إلى لغ 10) (عدد ستافيلوكوك ذات إنزيم تخثر موجب في الغرام أو في الميليلتر) حيث تكون النسبة على سلم عادي، بين أعلى وأدنى لنتيجتي التجربة متحصل عليهما بمنهج واحد على مادة خاضعة للتجربة في نفس المخبر منجز من طرف نفس المجرب باستعمال نفس التجهيزات في مجال زمني قصير جدا، لا تزيد عن 5% من الحالات التي تجتاز حدود التكرارية.

2.8 - إمادة التجربة :

لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتي تجربتين فرديتين (محوالة إلى لغ 10) (عدد ستافيلوكوك ذات إنزيم موجب في الغرام أو في الميليلتر) أين تكون النسبة على سلم عادي، بين أعلى وأدنى لنتيجتي

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 4 شوال عام 1435 الموافق 31 يوليو سنة 2014، يجعل المنهج الذي يستعمل الوسط الهلامي ببلانزما الأرنب والفيبرينوجين لإحصاء الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 14-154 المؤرخ في 5 رجب عام 1435 الموافق 5 مايو سنة 2014 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

– وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل المنهج الذي يستعمل الوسط الهلامي ببلانزما الأرنب و الفيبرينوجين لإحصاء الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب إجباريا.

المادة 2 : من أجل إحصاء الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب ، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق.

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 4 شوال عام 1435 الموافق 31 يوليو سنة 2014.

عمارة بن يونس

الملحق

المنهج الذي يستعمل الوسط الهلامي ببلانزما الأرنب والفيبرينوجين لإحصاء الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب

يحدد هذا المنهج تقنية لإحصاء الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب (ستافيلوكوكوس أوريوس وأصناف أخرى) في المواد الموجهة للاستهلاك البشري أو التغذية الحيوانية، بإحصاء المستعمرات المتحصل عليها في وسط صلب (وسط يحتوي على بلازما الأرنب والفيبرينوجين) بعد التحضين في الشروط الهوائية في 35° م أو 37° م.

1. مصطلحات وتعريف

لاحتياجات هذا المنهج، تطبق المصطلحات والتعاريف الآتية.

1.1 ستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب

تشكل هذه البكتيريا مستعمرات مميزة في وسط هلامي انتقائي يحتوي على بلازما الأرنب والفيبرينوجين، عندما تنجز التجربة حسب التقنية المحددة في هذا المنهج.

2.1 إحصاء الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب

تحديد عدد الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب الموجود في الميليلتر أو الغرام من العينة، عندما تنجز التجربة حسب التقنية المحددة في هذا المنهج.

2. المبدأ

2.1 تزرع في عمق وسط هلامي يحتوي على بلازما الأرنب و الفيبرينوجين، مسكوب في علبتي بتري، كمية محددة من عينة التجربة إذا كانت المادة سائلة أو كمية محددة من المحلول الأم في حالة المواد الأخرى.

في نفس الشروط، تزرع التخفيفات العشرية المتحصل عليها انطلاقا من عينة التجربة أو من المحلول الأم ، بمعدل علبتين لكل تخفيف.

2.2 تحضن هذه العلب في 35° م أو 37° م لمدة 18 إلى 24 ساعة و إذا اقتضى الأمر، لمدة 24 ساعة إضافية.

3.2 يحسب عدد الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب انطلاقا من عدد المستعمرات المميزة لكل علبة بتري في ميليلتر أو في غرام من عينة التجربة.

3. المخفف و أوساط الزرع

1.3 المخفف

يستند إلى القواعد العامة لتحضير المحلول الأم والتخفيفات العشرية قصد الفحص الميكروبيولوجي.

2.3 وسط هلامي يحتوي على بلازما الأرنب والفيبرينوجين.

ملاحظة - يمكن استعمال أوساط متوفرة في السوق مطابقة لمواصفات هذا المنهج. غير أنه و نظرا للتنوع الملاحظ في حصص المضاف المصنعة، ينصح بفحص كل حصة من محلول فيبرينوجين البقر وبلازما الأرنب، قبل الاستعمال وذلك بالقيام بمراقبات إيجابية وسلبية.

1.2.3 الوسط الأساسي

أنظر منهج إحصاء الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب (ستافيلوكوكوس اوريوس وأصناف أخرى) وهي تقنية يستعمل فيها الوسط الهلامي لبارد-باركر (Baird-Parker) باستثناء توزيع الوسط الأساسي، بكمية 90 ملل في كل قارورة.

2.2.3 المحاليل

1.2.2.3 محلول تلوريت البوتاسيوم

يحضر محلول تلوريت البوتاسيوم كما هو مبين في المنهج الأفقي لإحصاء الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب (ستافيلوكوكوس اوريوس وأصناف أخرى) وهي تقنية يستعمل فيها الوسط الهلامي لبارد-باركر (Baird-Parker).

2.2.2.3 محلول فيبرينوجين البقر

1.2.2.2.3 التركيب

فيبرينوجين البقر.....5غ إلى 7غ

(حسب نقاوة فيبرينوجين البقر)

ماء معقم..... 100 ملل

2.2.2.2.3 التحضير

يذوب فيبرينوجين البقر بنقاوة في الماء مباشرة قبل الاستعمال.

3.2.2.3 محلول بلازما الأرنب و مانع التريبسين

1.3.2.2.3 التركيب

بلازما الأرنب مع EDTA للتخثر (بلازما التخثر EDTA)

..... 30 ملل

مانع التريبسين..... 30 ملغ

2.3.2.2.3 التحضير

تذوب المكونات بنقاوة في الماء مباشرة قبل الاستعمال.

3.2.3 الوسط الكامل

1.3.2.3 التركيبة

الوسط الأساسي (1.2.3)..... 90 ملل
محلول تلوريت البوتاسيوم (1.2.2.3)..... 0,25 ملل
محلول فيبرينوجين البقر (2.2.2.3)..... 7,5 ملل
محلول بلازما الأرنب و مانع التريبسين (3.2.2.3)..... 2,5 ملل.

2.3.2.3 التحضير

يذوب الوسط الأساسي، ثم يترك ليبرد في 48°م ± 1°م في حمام مائي (3.4).

تضاف بطريقة معقمة المحاليل الثلاثة، المسخنة مسبقا في 48°م ± 1°م في حمام مائي، وبعد كل إضافة يخلط بعناية بالدوران، للتقليل من تشكل رغوة.

يستعمل الوسط الكامل مباشرة بعد تحضيره، لتجنب ترسب البلازما.

ملاحظة - في حالة استعمال محلول متوفر في السوق من فيبرينوجين البقر وبلازما الأرنب، تحترم تعليمات المصنّع بدقة لتحضير هذا المحلول والوسط الكامل (لاسيما درجة حرارة وسط الأساس) وإلا، يمكن للوسط أن يفقد نشاطه كليا.

3.3 تحضير علب الوسط الصلب (الهلامي)

أنظر المنهج الأفقي لإحصاء الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب (ستافيلوكوكوس اوريوس وأصناف أخرى) وهي تقنية يستعمل فيها الوسط الهلامي لبارد-باركر (Baird-Parker).

4. التجهيزات و الأدوات الزجاجية

ملاحظة - يسمح باستخدام أدوات ذات استعمال وحيد على غرار الأدوات الزجاجية التي تستعمل لعدة مرات بشرط أن تكون مواصفاتها مناسبة.

الأدوات المستعملة في مخبر الميكروبيولوجيا ولا سيما ما يأتي :

يخلط التطعيم في وسط الزرع بعناية و يترك ليتجمد بوضع علب بتري فوق سطح بارد وأفقي.

3.2.7 بعد التجمد الكامل للوسط، تقلب العلب المحضرة وتحضن في جهاز التجفيف (2.4) مضبوط في درجة حرارة 35°م أو 37°م لمدة 18 سا إلى 24 سا وإذا استلزم الأمر يعاد تحضينها لمدة 18 سا إلى 24 سا إضافية.

3.7 حساب المستعمرات

بعد مدة من التحضين (3.2.7) تشكل الستافيلوكوك مستعمرات صغيرة سوداء أو رمادية أو حتى بيضاء، محاطة بهالة من الترسيب تدل على نشاط التخثر. يمكن لمستعمرات البروتيس أن تشكل في بداية التحضين مظهرا مماثلا لمستعمرات الستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب. غير أنه بعد التحضين لمدة 24 سا أو 48 سا تؤخذ المستعمرات مظهر بساط أسمر نوعا ما واجتياحي مما يسمح بتمييزها عن الستافيلوكوك.

يتم إحصاء المستعمرات المميزة لكل علبة.

ملاحظة - بما أن الوسط الهلامي ببلازما الأرنب والفيبرينوجين مبني على تفاعل التخثر فليس من الضروري تأكيد هذا النشاط.

8. التعبير من النتائج

1.8 حالة مامة

تؤخذ بعين الاعتبار العلب التي تحتوي على 300 مستعمرة على الأكثر، حيث تكون فيها 100 مستعمرة مميزة في تخفيفين متتاليين. يجب أن تحتوي العلبة على 15 مستعمرة مميزة على الأقل.

يحسب العدد N للستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب الموجود في ميليلتر أو غرام من المادة كمعدل الوزن انطلاقا من تخفيفين متتاليين باستعمال المعادلة الآتية :

$$N = \frac{\sum c}{V(n1+0,1n2)d}$$

حيث :

$\sum c$: مجموع مستعمرات الستافيلوكوك المميزة في جميع العلب المأخوذة بعين الاعتبار،

V : حجم التطعيم الموضوع في كل علبة بالميليلتر،

n1 : عدد العلب المأخوذة بعين الاعتبار في التخفيف الأول،

n2 : عدد العلب المأخوذة بعين الاعتبار في التخفيف الثاني،

1.4 جهاز للتعميم بالحرارة الجافة (فرن) وبالحرارة الرطبة (جهاز التعقيم)،

2.4 جهاز التجفيف، يسمح بحفظ الأوساط المزروعة، العلب والقارورات في درجة حرارة من 35°م ± 1°م أو 37°م ± 1°م.

3.4 حمام مائي أو جهاز مشابه يمكن ضبطه في 48°م ± 1°م.

4.4 علب بتري معقمة من الزجاج أو من مادة بلاستيكية.

5.4 ماصات مدرجة ذات تدفق كلي، سعتها 1ملل، 2 ملل و 10 ملل، مدرجة على الترتيب في 0,1 ملل و 0,1 ملل و 0,5 ملل.

5. اقتطاع العينات

من الضروري أن يحصل المخبر على عينة ممثلة، غير متلفة ولم تتغير أثناء النقل والتخزين.

6. تحضير العينة للتجربة

تحضر العينة للتجربة طبقا لمنهج تحضير العينات، والمحلول الأم والتخفيفات العشرية قصد الفحص الميكروبيولوجي.

7. طريقة العمل

1.7 العينة المأخوذة للتجربة، المحلول الأم والتخفيف

أنظر منهج تحضير العينات، المحلول الأم والتخفيفات العشرية قصد الفحص الميكروبيولوجي.

2.7 الزرع والتحضين

1.2.7 تؤخذ علبتي بتري معقمتين (4.4). يوضع في كل واحدة منهما باستعمال ماصة معقمة (5.4) 1 ملل من العينة المأخوذة للتجربة إذا كانت المادة سائلة أو 1ملل من المحلول الأم بالنسبة للمواد الأخرى.

تؤخذ علبتا بتري أخريان معقمتان، يوضع في كل منهما 1 ملل من التخفيف العشري الأول.

تعاد هذه العمليات مع تخفيفات متتالية باستعمال ماصة معقمة جديدة لكل تخفيف عشري.

2.2.7 يسكب في الحين الوسط الكامل (3.2.3) المستعمل في كلتا علبتي بتري (1.2.7) (يجب ألا يحفظ متبلورا)، بحيث نتحصل على سملك يقدر بحوالي 3 ملم.

d : هو نسبة التخفيف الموافقة للتخفيف الأول
المأخوذ بعين الاعتبار (المحلول الأم هو عبارة عن
تخفيف).

تقرب النتائج المتحصل عليها باعتبار عددين.

تعطى النتيجة بعدد الستافيلوكوك ذات أنزيم
تخثر موجب في الميليلتر (مادة سائلة) أو في الغرام
(مواد أخرى) معبر عنها بعدد محصور بين 1 و 9,9
مضروب في 10^x ، حيث x هو القوة المناسبة لـ 10.

مثال

يعطي إحصاء المستعمرات بعد زرع 0,1 ملل من
المادة النتائج الآتية :

- عند التخفيف الأول المأخوذ بعين الاعتبار
(10^{-2}) : 66 مستعمرة مميزة و 54 مستعمرة مميزة،

- عند التخفيف الثاني المأخوذ بعين
الاعتبار (10^{-3}) : 4 مستعمرات مميزة و 7 مستعمرات
مميزة،

$$N = \frac{66 + 54 + 4 + 7}{2,2 \times 10^{-2}} = 5955$$

النتيجة، بعد التقريب هي 6×10^3 .

2.8 تقييم الأعداد الصغيرة

1.2.8 إذا احتوت كل علبية من العلبتين على
مستوى العينة المأخوذة للتجربة (مواد سائلة) أو من
المحلول الأم (مواد أخرى)، أقل من 15 مستعمرة، يعبر عن
النتيجة كالآتي :

(أ) بالنسبة للمواد السائلة، عدد الستافيلوكوك
ذات أنزيم تخثر موجب المحصاة في الميليلتر :

$$Ne = \frac{C}{2}$$

حيث :

C : مجموع مستعمرات الستافيلوكوك ذات أنزيم
تخثر موجب المحصاة (3.7) على مستوى العلبتين
المأخوذتين بعين الاعتبار .

(ب) بالنسبة للمواد الأخرى، عدد الستافيلوكوك
ذات أنزيم تخثر موجب في الغرام :

$$Ne = \frac{C}{2Xd}$$

حيث :

C : مجموع مستعمرات الستافيلوكوك ذات أنزيم
تخثر موجب المحصاة (3.7) على مستوى العلبتين
المأخوذتين بعين الاعتبار،

d : هو نسبة التخفيف للمحلول الأم.

2.2.8 إذا لم تحتو العلبتان على مستوى عينة
التجربة (مواد سائلة) أو المحلول الأم (مواد أخرى) على
أي مستعمرة للستافيلوكوك ذات أنزيم التخثر موجب
يعبر عن النتيجة كالآتي :

- أقل من 1 ستافيلوكوك ذات أنزيم التخثر
موجب في الميليلتر (مواد سائلة)،

- أقل من $1/d$ ستافيلوكوك ذات أنزيم التخثر
موجب في الغرام (مواد أخرى) حيث d هو نسبة
التخفيف للمحلول الأم.

9. الدقة

1.9 التكرارية

لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتين منفردتين،
ومنفصلتين (عدد ستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب
في الغرام أو في الميليلتر، محولة إلى لغ 10) أو النسبة
على سلم عادي، بين أعلى و أدنى نتيجتي التجربتين
متحصل عليهما بواسطة نفس المنهج على نفس المادة
الخاضعة للتجربة في نفس المخبر منجز من طرف نفس
المحلل الذي يستعمل نفس التجهيزات في أقصر مجال
زماني، إلا في 5% من الحالات على الأكثر لمجال التكرارية.

2.9 قابلية إعادة التجربة

لا يتجاوز الفرق المطلق بين نتيجتين منفردتين
(عدد ستافيلوكوك ذات أنزيم تخثر موجب في الغرام أو
في الميليلتر، محولة إلى لغ 10) أو النسبة على سلم
عادي، بين أعلى وأدنى نتيجتين متحصل عليهما
بواسطة نفس المنهج على نفس المادة الخاضعة للتجربة
في مخابر مختلفة من طرف عدة محللين
يستعملون تجهيزات مختلفة، إلا في 5% من الحالات
على الأكثر لمجال قابلية إعادة التجربة.



وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 14 شعبان عام 1436 الموافق 2 يونيو سنة 2015، يجعل المنهج الأفقي لإحصاء الخمائر والعفنات بعد المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أكبر من 0,95، إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 15-125 المؤرخ في 25 رجب عام 1436 الموافق 14 مايو سنة 2015 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

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

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 13-328 المؤرخ في 20 ذي القعدة عام 1434 الموافق 26 سبتمبر سنة 2013 الذي يحدد شروط وكيفيات اعتماد المخابر قصد حماية المستهلك وقمع الغش،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 المتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل المنهج الأفقي لإحصاء الخمائر والعفنات بعد المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أكبر من 0,95، إجباريا.

المادة 2 : من أجل إحصاء الخمائر والعفنات بعد المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أكبر من 0,95، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار.

هناك خمائر تتطور بالأحرى في العمق أكثر منه على سطح الوسط والتي بإمكانها تشكيل مستعمرات دائرية أو عدسية الشكل.

2.2 العفنات :

جسم دقيق هوائي محب للحرارة المعتدلة، ليفي، يطور عادة على سطح وسط هلامي، وفي الشروط المحددة في هذا المنهج، خلايا برعمية أو جراثيم (3.2) مسطحة أو زغبية أو مستعمرات (4.2) تمثل غالبا أثمارا ملونة وأشكالا ذات أبواغ.

هناك عفنات تتطور بالأحرى في العمق أكثر منه على سطح الوسط، بإمكانها تشكيل مستعمرات دائرية وعدسية الشكل.

ملاحظة : هناك أشكال متقاربة من الأجسام الدقيقة، ويمكن أن يكون التمييز بين الخمائر (1.2) والعفنات (2.2) اعتباطيا.

3.2 خلايا برعمية أو جراثيم :

أجسام قابلة للحياة قادرة على النمو في وسط مغذ.

مثلا : خلية منبثية، مجموعة من الخلايا، بوغ، مجموعة من الأبواغ أو قطعة من المشيجة الفطرية.

4.2 المستعمرة :

هي تراكب ملحوظ متركز لكتلة من الأجسام الدقيقة المتطورة فوق أو داخل وسط مغذ صلب انطلاقا من خلية قابلة للحياة.

3. المبدأ

1.3 تزرع علب بيتري محضرة باستعمال وسط زرع انتقائي محدد.

تستعمل كمية معينة من عينة التجربة (إذا كانت المادة سائلة) أو من المحلول الأم (في حالة المواد الأخرى) أو تخفيفات عشرية للعينة أو المحلول الأم، حسب عدد المستعمرات المرتقبة.

يمكن زرع علب إضافية في نفس الشروط باستعمال تخفيفات عشرية متحصل عليها انطلاقا من عينة التجربة أو المحلول الأم.

2.3 تحضن بعد ذلك العلب في شروط هوائية في درجة حرارة $25 \pm 1^\circ \text{C}$ خلال خمسة (5) أيام، ثم تترك علب الهلام لترتاح في ضوء النهار من يوم (1) إلى يومين (2) إذا اقتضى الأمر.

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 شعبان عام 1436 الموافق 2 يونيو سنة 2015.

عمارة بن يونس

الملحق

المنهج الأفقي لإحصاء الخمائر والعفنات

بعد المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أكبر من 0,95

1. مجال التطبيق

يحدد هذا المنهج طريقة أفقية لإحصاء الخمائر والعفنات القابلة للحياة الموجودة في المنتجات الموجهة للاستهلاك البشري أو الحيواني، حيث يكون نشاط الماء أكبر من 0,95 [بيض، لحم، منتجات الحليب (ما عدا مسحوق الحليب)، الفواكه، الخضروات، عجائن طرية... إلخ]، بواسطة تقنية إحصاء المستعمرات في درجة حرارة $25 \pm 1^\circ \text{C}$.

لا يسمح هذا المنهج بإحصاء أبواغ العفنات ولا يطبق لتحديد المجموعة الفطرية أو لاختبار الأغذية للبحث عن السموم الفطرية.

لا يتلاءم هذا المنهج لإحصاء الفطريات المقاومة للحرارة مثل بيسوكلاميس فولفا (*Byssochlamys fulva*) أو بيسوكلاميس نيفيا (*Byssochlamys nivea*) المتواجدة في الفواكه والخضروات المعلبة أو المعلبة في قارورات.

2. مصطلحات وتعريف

لاحتياجات هذا المنهج، تطبيق المصطلحات والتعاريف الآتية :

1.2 الخمائر:

جسم دقيق هوائي محب للحرارة المعتدلة، يتطور على سطح الوسط على شكل مستعمرات (4.2) غالبا ما تشكل محيطا منتظما و سطحا محدبا نوعا ما، باستعمال وسط هلامي في الشروط الموصوفة في هذا المنهج وفي درجة حرارة 25°C .

2.4 وسط الزرع

1.2.4 ديكلوران الوردى بانغال كلورام فينيكول أغار (DRBC)

1.1.2.4 التركيب

عصارة أنزيمية من نسيج حيواني و نباتي	5 غ
D - غلوكوز ($C_6H_{12}O_6$)	10 غ
فوسفات أحادي البوتاسيوم (KH_2PO_4)	1 غ
سولفيت المغنزيوم ($MgSO_4 \cdot H_2O$)	0,5 غ
ديكلوران (2,6 ثنائي كلورو -4- نيترو أنيلين) (Dichloran 2,6-dichloro -4- nitroaniline)	0,002 غ
بانغال وردى	0,025 غ
هلام	12 غ إلى 15 غ أ
كلوروم فينيكول	0,1 غ
ماء مقطر أو منزوع الشوارد	1000 ملل
(أ) : حسب قدرة تهلم الهلام	

* يمكن استعمال مواد أخرى مماثلة إذا ثبت أنها تعطي نفس النتائج.

2.1.2.4 التحضير

1.2.1.2.4.4 مميزات

توضع كل المكونات عدا الكلورام فينيكول معلقة في الماء ثم تغلى لإذابتها كلياً، وإذا اقتضى الأمر، يعدل العامل الهيدروجيني (pH) عند $5,6 \pm 0,2$ في درجة حرارة 25 °م بعد التعقيم.

يضاف إلى الإيثانول 10 ملل من محلول الكلورام فينيكول بـ 1 % (تركيز في الكتلة) ويمزج. يوزع الوسط في أوعية ملائمة (5.5) ثم يعقم في جهاز التعقيم في 121 °م خلال 15 دقيقة.

يبرد الوسط مباشرة في حمام مائي (3.5) مضبوط في درجة حرارة محصورة بين 44 °م و 47 °م. يوزع هذا الوسط على شكل حصص بـ 15 ملل في علب بيتري معقمة (6.5).

3.3 تحصى إذن المستعمرات أو الخلايا البرعمية، (ومن أجل التمييز بين مستعمرات الخمائر والبكتيريا) تفحص المستعمرات المشكوك فيها، إذا اقتضى الأمر، بواسطة مكبرة بعدستين أو مجهر للتأكد من هويتها.

4.3 يحسب عدد الخمائر والعفنيات بالغرام أو بالملييلتر من العينة، انطلاقاً من عدد المستعمرات أو الخلايا البرعمية أو الجراثيم المتحصل عليها في العلب المختارة بنسب تخفيفات تسمح بالحصول على مستعمرات يمكن إحصاؤها. وإذا اقتضى الأمر، تحصى العفنيات و الخمائر على حدة.

4. المخفف ووسط الزرع

1.4 المخفف

1.1.4 مميزات

لتقليل التحام أبواغ العفنيات والفطريات (conidies) يمكن أن تضاف عوامل منشطة للضغط الحلولي (tensioactifs) كمتعدد الأوكسيتيلان سوربتون مونولييات [على سبيل المثال Tween 80 *]. (0,05 % تركيز في الكتلة).

يوصى باستعمال ماء بيببتوني بـ 0,1 % (تركيز في الكتلة) كمخفف، إلا في حالة تحضير خاص للعينة المأخوذة للتجربة.

2.1.4 تركيب الماء البيببتوني بـ 0,1 % (تركيز في الكتلة)

عصارة أنزيمية من نسيج حيواني و نباتي	1 غ
الماء	1000 ملل

3.1.4 تحضير ماء بيببتوني بـ 0,1 % (تركيز في الكتلة)

تذاب المركبات في الماء مع التسخين إذا اقتضى الأمر.

وإذا اقتضى الأمر، يعدل العامل الهيدروجيني (pH) عند $7 \pm 0,2$ في درجة حرارة 25 °م بعد التعقيم.

3.1.2.4 تجارب الفعالية لضمان نوعية وسط الزرع

1.3.1.2.4 عموميات

وسط DRBC هو وسط صلب. يجب أن تخضع الإنتاجية والانتقائية فيه إلى تجربة حسب المواصفات الآتية :

2.3.1.2.4 الإنتاجية

- التحضين : خمسة (5) أيام في درجة حرارة $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

- السلالات :

- سكارومييساس سيريفيسي ATCC 9763
- كونديدا ألبكانس ATCC 10231
- أسبرجيلوس نيجر ATCC 16404
- موكور راسموسوس ATCC 42647
أو سلالات مسجلة كمكافئة في مجموعة فطرية أخرى.

* يمكن استعمال مواد أخرى مماثلة إذا ثبت أنها تعطي نفس النتائج.

- الوسط المرجعي : وسط زرع

«Sabouraud Dextrose Agar» (SDA)

- منهج المراقبة : كمي.

- المعايير: تقدير الإنتاجية $P_R \geq 0,5$

- التفاعلات الخاصة : مستعمرات أو خلايا برعمية أو جراثيم مميزة حسب كل نوع.

3.3.1.2.4 الانتقائية

- التحضين : خمسة (5) أيام في درجة حرارة $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$

- السلالات :

إشيريشيا كولي ATCC 25922
أو باسيلوس سوبتيلوس ATCC 6633
أو سلالات مسجلة كمكافئة في مجموعة بكتيرية أخرى.

- منهج المراقبة : نوعي.

- المعايير : تثبيط تام.

5. الأجهزة و الأدوات الزجاجية

يسمح باستعمال الأجهزة ذات الاستعمال الوحيد بدلا من الأدوات الزجاجية المستعملة لأكثر من مرة، شرط أن توافق المتطلبات المحددة.

يترك الوسط ليتجمد ويجف.

يستعمل مباشرة أو يحفظ في الظلام إلى حين استعماله.

ملاحظة - يجب تفادي تعرض الوسط للضوء لأن المواد الناتجة من تحلل السموم الفطرية يمكن أن تتسبب في سوء تقييم المجموعات الفطرية في العينات.

2.2.1.2.4 إضافة اختيارية لكلورهيديرات

الكلوريتيراسيكلين

بما أنه يمكن للتكاثر البكتيري أن يحدث مشكلا (في اللحوم النيئة على سبيل المثال)، يوصى باستعمال الكلورام فينيكول (50 مغ/ل) والكلور تيتراسيكلين (50 مغ/ل).

في هذه الحالة، يحضّر الوسط الأساسي (2.1.2.4)، كما هو مبين أعلاه، مع 50 مغ من الكلورام فينيكول فقط ثم يوزع بكميات 100 ملل ويعقم.

يحضّر كذلك في الماء محلول بـ 0,1 % (تركيز في الكتلة) من كلورهيديرات الكلوريتيراسيكلين (لعدم استقراره النسبي في المحلول ، يجب أن يحضّر فورا) ويعقم بالترشيح مباشرة قبل الاستعمال، يضاف بطريقة معقمة 5 ملل من هذا المحلول إلى 100 ملل من الوسط الأساسي، ويسكب في العلب. لا ينصح باستعمال الجونتاميسين لأنه بإمكانه تثبيط بعض أصناف الخمائر.

3.2.1.2.4 إضافة اختيارية لعناصر مؤشرة

حتى تبين العفنات جميع أشكالها و خاصة جميع الصباغ التي تنتجها في العادة، تحتاج إلى عناصر مؤشرة غير موجودة في DRBC.

للكشف عن العفنات في هذا الوسط، يضاف محلول العناصر المؤشرة التالي إلى 1 ملل/ل من هذا الوسط وذلك قبل وضعه في جهاز التعقيم :

- $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: 1 غ،

- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 0,5 غ،

- 100 ملل من الماء المقطر أو منزوع الشوارد.

4.2.1.2.4 إضافة اختيارية للترجيتول* (Tergitol)

لتفادي تكاثر ميكوراسي (Mucoraceae) داخل علب الهلام ، يوصى بإضافة الترجيتول (Tergitol) 1 ملل/ل إلى وسط الزرع.

يفضل استعمال جهاز مجانسة ذي حركة تموجية بدلا من الخلاط أو جهاز الرج.

عندما تملأ الماصة (2.5) بالكمية المناسبة من المحلول الأم والتخفيفات، يفضل إبقاؤها أفقيا (وليس عموديا) وهذا بسبب الترسيب السريع للأبواغ بداخلها. يرج المحلول الأم والتخفيفات لتفادي ترسيب الجزيئات التي تحتوي على أحياء دقيقة.

2.7 الزرع والتحصين

1.2.7 بواسطة ماصة (2.5) معقمة، يوضع 0,1 ملل من عينة التجربة في حالة المواد السائلة أو 0,1 ملل من المحلول الأم في حالة المواد الأخرى، في علبة بيتري تحتوي على هلام DRBC (1.2.4).

بواسطة ماصة معقمة جديدة يوضع 0,1 ملل من التخفيف العشري الأول (10⁻¹) (في حالة المواد السائلة) أو 0,1 ملل من التخفيف (10⁻²) (في حالة المواد الأخرى) في علبة بيتري ثانية تحتوي على هلام DRBC (1.2.4).

لتسهيل إحصاء المستعمرات الضعيفة للخمائر والعفنيات، يمكن توزيع كميات تصل إلى 0,3 ملل من التخفيف (10⁻¹) من العينة أو عينة التجربة من المواد السائلة على ثلاث علب.

تجرى العملية بنفس الطريقة مع التخفيفات الموالية باستعمال ماصة جديدة معقمة (2.5) لكل تخفيف عشري.

ملاحظة : إذا وقع الشك في وجود عفنيات سريعة النمو، يستند إلى المنهج الأفقي لإحصاء الخمائر والعفنيات بعد المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أصغر أو يساوي 0,95.

2.2.7 يوزع التطعيم على سطح علبة الوسط الهلامي بواسطة ناشر (8.5) معقم إلى غاية امتصاصه كلياً من الوسط.

يمكن كذلك استعمال طريقة الزرع بالدمج، لكن في هذه الحالة يجب المصادقة على معادلة النتائج بالنسبة للزرع على السطح كما أن التمييز والتفريق بين العفنيات والخمائر غير ممكن.

يمكن أن يعطي منهج الزرع على السطح إحصاءات أعلى. تسهل تقنية الزرع بالتطعيم على السطح، تعرض أقصى للخلايا للأكسجين الجوي وتجنب تعطيل النشاط الحاراري للخلايا البرعمية الفطرية.

ترتبط النتائج بنوع الفطريات.

3.2.7 تحضن العلب المحضرة (2.2.7) في شروط هوائية، الأغذية نحو الأعلى، في وضعية مستقيمة داخل جهاز التحضين (1.5) في درجة حرارة 25 ± 1 °م خلال خمسة (5) أيام. إذا اقتضى الأمر، تترك علب الهلام لضوء النهار لمدة يوم (1) إلى يومين (2).

الأجهزة المتداولة في مخبر الميكروبيولوجيا ولا سيما ما يأتي :

1.5 جهاز التحضين، بإمكانه العمل في درجة حرارة 25 ± 1 °م.

2.5 ماصات ذات سيلان تام، معقمة، سعتها 1 ملل ومدرجة بـ 0,1 ملل.

3.5 حمام مائي، أو جهاز مماثل، بإمكانه العمل في درجة حرارة تتراوح من 44 °م إلى 47 °م.

4.5 جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH - متر)، بتدقيق ± 0,1 وحدة من العامل الهيدروجيني (pH) في درجة حرارة 25 °م.

5.5 قارورات، حوجلات وأنابيب، لتغلية وحفظ أوساط الزرع لإجراء التخفيفات.

6.5 ملب بيتري، معقمة، من الزجاج أو من البلاستيك، يتراوح قطرها من 90 ملم إلى 100 ملم.

7.5 مجهر، لتمييز الخمائر عن الخلايا البكتيرية (قاع فاتح، تكبير من 250 x إلى 1000 x).

8.5 نواشر، من الزجاج أو من البلاستيك (قطرها أقل من 2 ملم وطولها 80 ملم). من الأحسن ألا يتجاوز قطر النواشر 2 ملم للتقليل من كمية العينة الملتصقة بها عند نهاية نشرها.

9.5 مكبرة بعدستين، (تكبيرها 6,5 x إلى 50 x) للتمييز وللتفريق بين المستعمرات أو خلايا الخمائر والعفنيات.

6. اقتطاع العينة

من الأحسن أن يتلقى المخبر عينة ممثلة حقا، غير متلفة أو تغيرت أثناء النقل والتخزين. يجب عدم تجميد عينة المخبر.

يجرى اقتطاع و تحضير العينة للتجربة في ظروف ملائمة.

7. طريقة العمل

1.7 العينة المأخوذة للتجربة، المحلول الأم والتخفيفات :

يتم تحضير العينة المأخوذة للتجربة والمحلول الأم (التخفيف الأول) والتخفيفات الموالية حسب متطلبات التنظيمات والمقاييس الخاصة والمناسبة للمادة المعنية. ما عدا حالة تحضير خاص لعينة التجربة، يوصى باستعمال ماء بيبنتوني بـ 0,1 % (تركيز في الكتلة) (3.1.4) كمخفف.

يوصى بتحضير العلب (6.5) داخل كيس بلاستيكي مفتوح لتفادي تلوث جهاز التحضين في حالة انتشار العفنيات خارج العلب.

3.7 إحصاء وانتقاء المستعمرات للإثبات

تجرى قراءة العلب بين يومين (2) وخمسة أيام (5) من التحضين، تنتقى العلب (3.2.7) المحتوية على أقل من 150 مستعمرة أو خلايا برعمية أو جراثيم وتحسب هذه المستعمرة أو الخلايا البرعمية أو الجراثيم.

إذا لوحظ اجتياح سريع في العلب، يحتفظ بالإحصاءات المتحصل عليها بعد يومين (2) ثم من جديد بعد خمسة (5) أيام من التحضين.

ملاحظة 1: تعتبر مناهج إحصاء الخمائر والعفنيات على وجه الخصوص غير دقيقة بسبب احتوائها على خليط من الميسيليوم، والأبواغ الجنسية وعديمة الجنس. يرتبط عدد الوحدات المشكلة للمستعمرات بدرجة انقسام الميسيلوم وبنسبة الأبواغ القادرة على النمو فوق الوسط.

ملاحظة 2: تحدث غالبا إحصاءات غير خطية إنطلاقا من تخفيفات عشرية، أي أن تخفيفا واحدا للعينة ذا عامل 10 لا يؤدي عموما إلى تخفيض العامل 10 لعدد المستعمرات على سطح علبة بيتري. وهذا ناتج عن انقسام الميسيليوم وانتشار الأبواغ أثناء التخفيف وكذلك إلى المنافسة بين الفصائل في حالة وجود عدد كبير من المستعمرات في علبة بيتري.

تنبيه - تنتشر أبواغ العفنيات في الهواء بسهولة، لذلك تعالج ملب بيتري بحذر لتفادي تكاثر أبواغ العفنيات الذي يمكن أن يؤدي إلى تقدير مبالغ فيه لعدد المستعمرات في العينة.

يجرى، إذا اقتضى الأمر، اختبار بواسطة مكبرة بعدستين (9.5) أو مجهر (7.5) للتفريق بين خلايا الخمائر أو العفنيات والمستعمرات البكتيرية.

تحسب مستعمرات الخمائر والمستعمرات أو الخلايا البرعمية للعفنيات، كل على حدة، إذا اقتضى الأمر.

لتعيين الخمائر والعفنيات، يتم انتقاء مناطق تكاثر الفطريات ويجرى اقتطاع عينة لاختبار مجهرى معمق أو زرع في أوساط العزل أو التعيين الملائمين.

8. التعبير من النتائج وحدود الثقة

يجب التعبير عن النتائج وحدود الثقة حسب المتطلبات العامة والتوصيات المتعلقة بميكروبيولوجيا الأغذية.

إذا اقتضى الأمر، تُعدُّ مستعمرات الخمائر والمستعمرات أو الخلايا البرعمية للعفنيات، كل على حدة.

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 19 شوال عام 1436 الموافق 4 غشت سنة 2015.

بختي بلعاب

الملحق

المنهج الأفقي لإحصاء الخمائر والعفنات

بعدُ المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أصغر أو يساوي 0,95

1 . مجال التطبيق

يحدد هذا المنهج طريقة أفقية لإحصاء الخمائر المحبة للماء و العفنات المحبة للجفاف الموجودة في المنتجات الموجهة للاستهلاك البشري أو الحيواني، حيث يكون نشاط الماء أصغر أو يساوي 0,95 (الفواكه الجافة، الحلويات، المعجون، اللحم المجفف، السمك المملح، البذور، الحبوب ومشتقاتها، الطحين، الجوز، التوابل والبهارات، إلخ....)، بواسطة تقنية إحصاء المستعمرات في درجة حرارة 25 °م ± 1 °م.

لا يطبق هذا المنهج على المنتجات المجففة حيث يكون نشاط الماء أصغر أو يساوي 0,60 (الحبوب المجففة، المنتجات الزيتية، التوابل، البقول، البذور، مسحوق المشروبات الفورية، المنتجات المجففة الموجهة للحيوانات الأليفة، إلخ....) ولا يسمح بإحصاء أبواغ العفنات. كما لا يطبق هذا المنهج في تحديد المجموعة الفطرية أو في اختبار الأغذية للبحث على السموم الفطرية (الميكوتوكسين)، كما أنه لا يتلاءم مع إحصاء الفطريات المحبة للملح و المحبة للجفاف (بوليباسيليوم بيسي Polypaecilum pisce) وبازيبيتوسبورا ألو فيلا (Basipetospora halophila)، الممكن وجودها في الأسماك المجففة على وجه الخصوص.

2. مصطلحات وتعريفات

لاحتياجات هذا المنهج، تطبق المصطلحات والتعاريف الآتية :

1.2 الخمائر: جسم دقيق هوائي، محب للحرارة المعتدلة، يتطور على سطح الوسط على شكل

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 19 شوال عام 1436 الموافق 4 غشت سنة 2015، يجعل المنهج الأفقي لإحصاء الخمائر والعفنات بعدُ المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أصغر أو يساوي 0,95، إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 15-125 المؤرخ في 25 رجب عام 1436 الموافق 14 مايو سنة 2015 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة، المعدل،

- 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 والمتعلق بتقييم المطابقة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 13-328 المؤرخ في 20 ذي القعدة عام 1434 الموافق 26 سبتمبر سنة 2013 الذي يحدد شروط وكيفيات اعتماد المخابر قصد حماية المستهلك وقمع الغش،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 14 صفر عام 1415 الموافق 23 يوليو سنة 1994 والمتعلق بالمواصفات الميكروبيولوجية لبعض المواد الغذائية، المعدل والمتمم،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل المنهج الأفقي لإحصاء الخمائر والعفنات بعدُ المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أصغر أو يساوي 0,95، إجباريا.

المادة 2 : من أجل إحصاء الخمائر والعفنات بعدُ المستعمرات في المنتجات ذات نشاط مائي أصغر أو يساوي 0,95، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار.

3.3 تحصى إذن المستعمرات أو الخلايا البرعمية، وإذا اقتضى الأمر (من أجل التمييز بين مستعمرات الخمائر والبكتيريا)، تفحص المستعمرات المشكوك فيها بواسطة مكبرة بعدستين أو مجهر للتأكد من هويتها.

4.3 يحسب عدد الخمائر والعفنيات بالغرام أو بالميليلتر من العينة انطلاقا من عدد المستعمرات أو الخلايا البرعمية أو الجراثيم المتحصل عليها في علب البيتري المختارة بنسب تخفيفات تسمح بالحصول على مستعمرات يمكن إحصاؤها. وإذا اقتضى الأمر، تحصى العفنيات والخمائر على حدة.

4. المخفف ووسط الزرع

1.4 المخفف

1.1.4 مميزات

عند إجراء سلسلة تخفيفات قبل الزرع، يوصى باستعمال مخفف يحتوي على كمية كافية من المذاب [على سبيل المثال محلول بـ 20 % إلى 35 % (تركيز في الكتلة) من الغليسول أو D- غلوكوز] وهذا لتفادي الصدمة الحولية للعفنيات المحبة للجفاف والخمائر المحبة للماء.

ملاحظة : لتقليل التحام أبواغ العفنيات والفطريات (conidies) يمكن أن تضاف عوامل منشطة للضغط الحولي (tensioactifs) كمتعدد الأوكسيتيلان سوربتون مونولييات بـ 0,05 % (تركيز في الكتلة).

يوصى باستعمال ماء بيببتوني بـ 0,1 % (تركيز في الكتلة) كمخفف، إلا في حالة تحضير خاص للعينة المأخوذة للتجربة.

2.1.4 تركيب الماء البيبتوني بـ 0,1 % (تركيز في

(الكتلة)

عصارة أنزيمية من نسيج حيواني و نباتي	1 غ
الماء	1000 ملل

3.1.4 تحضير ماء بيببتوني بـ 0,1 % (تركيز في

(الكتلة)

تذاب المركبات في الماء، مع التسخين إذا اقتضى الأمر، يعدل العامل الهيدروجيني (pH) (4.5) عند $0,2 \pm 7$ في درجة حرارة 25 °م بعد التعقيم إذا اقتضى الأمر.

مستعمرات (4.2) باستعمال وسط هلامي في الشروط الموصوفة في هذا المنهج وفي درجة حرارة 25 °م، غالبا ما يشكل محيطا منتظما و سطحا محدبا نوعا ما.

هناك خمائر تتطور بالأحرى في العمق أكثر منه على سطح الوسط والتي بإمكانها تشكيل مستعمرات دائرية أو عدسية الشكل.

2.2 العفنيات : جسم دقيق هوائي، محب للحرارة

المعتدلة ليفي، يطور عادة على سطح وسط هلامي، حسب الشروط المحددة في هذا المنهج، خلايا برعمية أو جراثيم (3.2) مسطحة أو زغبية أو مستعمرات (4.2) تمثل غالبا أثمارا ملونة وأشكالا ذات أبواغ.

هناك عفنيات تتطور بالأحرى في العمق أكثر منه على سطح الوسط، بإمكانها تشكيل مستعمرات دائرية أو عدسية الشكل.

ملاحظة : هناك أشكال متقاربة من الأجسام

الدقيقة ويمكن أن يكون التمييز بين الخمائر (1.2) والعفنيات (2.2) اعتباطيا.

3.2 خلايا برعمية أو جراثيم : أجسام قابلة للحياة

قادرة على النمو في وسط مغذٍ.

مثلا : خلية منبثية، مجموعة من الخلايا، بوغ، مجموعة من الأبواغ أو قطعة من المشيجة الفطرية.

4.2 المستعمرة : هي تراكم ملحوظ ממركز لكتلة من

الأجسام الدقيقة المتطورة فوق أو داخل وسط مغذٍ صلب انطلاقا من خلية قابلة للحياة.

5.2 خمائر محبة للماء وعفنيات محبة للجفاف

فطريات قادرة على النمو مع نشاط مائي أصغر أو يساوي 0,95.

3. المبدأ

1.3 تزرع علب بيتري محضرة باستعمال وسط

زرع انتقائي محدد. حسب عدد المستعمرات المرتقبة، تستعمل كمية معينة من عينة التجربة (إذا كان المنتج سائلا) أو من المحلول الأم (في حالة المنتجات الأخرى) أو من التخفيفات العشرية لعينة التجربة أو للمحلول الأم.

يمكن زرع علب بيتري إضافية في نفس الشروط، باستعمال تخفيفات عشرية متحصل عليها انطلاقا من عينة التجربة أو من المحلول الأم.

2.3 تحضن بعد ذلك علب البيتري في شروط

هوائية في درجة حرارة 25 °م ± 1 °م لمدة خمسة (5) إلى سبعة (7) أيام. ثم تترك علب الهلام لترتاح في ضوء النهار لمدة يوم (1) إلى يومين (2) إذا اقتضى الأمر.

تنبيه : يجب تفادي تعرض الوسط للضوء لأن المواد الناتجة من تحليل السموم الفطرية يمكن أن تسبب سوء تقييم المجموعات الفطرية في العينات.

2.2.1.2.4 إضافة اختيارية لكلورهدرات الكلور

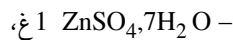
تيتراسيكلين

عندما يمكن أن يحدث التكاثر البيكتيري مشكلا، يوصى باستعمال الكلورام فينيكول (50 مغ/ل) والكلور تيتراسيكلين (50 مغ/ل). في هذه الحالة، يحضر الوسط الأساسي كما هو مبين أعلاه (2.1.2.4) مع 50 مغ من الكلورام فينيكول فقط، ثم يوزع بكميات 100 ملل ويعقم. يحضر كذلك محلول تيتراسيكلين بـ 0,1 % (تركيز في الكتلة) من كلورهدرات الكلور تيتراسيكلين في الماء (يجب أن يحضر فوراً لعدم استقراره في المحلول) ويعقم بالترشيح. مباشرة قبل الاستعمال، يضاف 5 ملل من هذا المحلول إلى 100 ملل من الوسط الأساسي بطريقة معقمة ويسكب في علب البيتري. لا ينصح باستعمال الجنتاميسين لأنه بإمكانه تثبيط بعض أصناف الخمائر.

3.2.1.2.4 إضافة اختيارية للعناصر المؤشرة

تحتاج العفنات للعناصر المؤشرة غير الموجودة في DG 18 (1.2.4) لكي يظهر شكلها، ولا سيما الصبغ الذي تنتجها عادةً.

للكشف عن العفنات الموجودة في هذا الوسط، يضاف إلى كل 1 لتر منه 1 ملل من المحلول المحتوي على العناصر المؤشرة، قبل إدخاله في جهاز التعقيم :



100 ملل من ماء معقم أو منزوع الأيونات.

3.1.2.4 تجارب الفعالية لضمان نوعية وسط الزرع

1.3.1.2.4 مميزات

وسط DG18 (1.2.4) هو وسط صلب. يجب أن تخضع كل من الإنتاجية والانتقائية إلى تجربة حسب المواصفات الآتية :

2.3.1.2.4 الإنتاجية

التحضير : خمسة (5) أيام في درجة 25 ± 1 °م.

السلالات :

– سكارومييساس سيريفيزيا ATCC 9763

– واليميا سيببي ATCC 42694

2.4 وسط الزرع

1.2.4 هلام ديكلوران بـ 18 % (تركيز في الكتلة) من الغليسيرول (DG 18)

1.1.2.4 التركيب

عصارة أنزيمية من الكازين	5 غ
D – غلوكوز ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$)	10 غ
فوسفات أحادي البوتاسيوم (KH_2PO_4)	1 غ
سulfates المغنيزيوم ($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	0,5 غ
ديكلوران (2,6 ثنائي كلور -4- نيترو أنيلين) (Dichloran 2,6-dichloro -4- nitroaniline)	0,002 غ
غليسرول خال من الماء	220 غ
هلام	12 غ إلى 15 غ أ
كلوروم فينيكول	0,1 غ
ماء مقطر أو منزوع الأيونات	1000 ملل
(أ) : حسب قدرة تهلم الهلام	

2.1.2.4 التحضير

1.2.1.2.4 مميزات

توضع كل المكونات عدا الكلورام فينيكول في الماء ثم تغلى لإذابتها كلياً. إذا اقتضى الأمر، يعدل العامل الهيدروجيني (pH) (4.5) عند 5,6 ± 0,2 في درجة حرارة 25 °م بعد التعقيم.

يضاف إلى الإيثانول 10 ملل من محلول كلورام فينيكول بـ 1 % (تركيز في الكتلة) ويمزج. يوزع الوسط على أوعية ملائمة (5.5). ثم يعقم في جهاز التعقيم عند 121 °م خلال 15 دقيقة.

يبرد الوسط مباشرة في حمام مائي (3.5) مضبوط في درجة حرارة محصورة بين 44 °م و 47 °م. يوزع هذا الوسط على حصص ذات 15 ملل في علب بيتري معقمة (6.5).

يترك الوسط ليتجمد و يجف سطح علب البيتري، إذ اقتضى الأمر. يستعمل الوسط مباشرة أو يحفظ في الظلام إلى حين استعماله.

– أسبرجيلوس ريستريكتوس ATCC 42693

– أورتوميوم روبروم ATCC 42690

– أو سلالات مسجلة كمكافئة في مجموعة فطرية أخرى.

الوسط المرجعي : وسط زرع SDA

(Sabouraud Dextrose Agar)

منهج المراقبة : كمي.

المعايير : نسبة الإنتاجية $P_R \geq 0,5$

التفاعلات المميزة : مستعمرات أو خلايا برعمية أو جراثيم مميزة حسب كل نوع.

3.3.1.2.4 الانتقائية

التحضير : خمسة (5) أيام في درجة $25^\circ \text{C} \pm 1^\circ \text{C}$

السلالات :

– إشيريشياكولي ATCC 25922

– أو باسيلوس سوبتيليس ATCC 6633

– أو سلالات مسجلة كمكافئة في مجموعات فطرية أخرى.

منهج المراقبة : نوعي.

المعايير : توقف كلي.

5. الأجهزة والأدوات الزجاجية

يسمح باستعمال الأجهزة ذات الاستعمال الوحيد بدلا من الأدوات الزجاجية المستعملة لأكثر من مرة، شرط أن تخضع للمتطلبات المحددة.

الأجهزة المتداولة في مخابر الميكروبيولوجيا، ولا سيما ما يأتي :

1.5 جهاز التحضير، بإمكانه العمل في درجة

حرارة $25^\circ \text{C} \pm 1^\circ \text{C}$.

2.5 ماصات ذات سيلان تام، معقمة، سعتها 1 ملل

ومدرجة بـ 0,1 ملل.

3.5 حمام مائي أو جهاز مماثل، بإمكانه العمل في

درجة حرارة تتراوح من 44°C إلى 47°C .

4.5 جهاز قياس العامل الهيدروجيني (pH - متر)،

بتدقيق $\pm 0,1$ وحدة من العامل الهيدروجيني (pH) في درجة حرارة 25°C .

5.5 قارورات، حجلات وأنابيب، لجليان وحفظ

أوساط الزرع ولإجراء التخفيفات.

6.5 ملب بيتري، معقمة، من الزجاج أو من

البلاستيك، يتراوح قطرها من 90 ملم إلى 100 ملم.

7.5 مجهر، لتمييز الخمائر عن الخلايا البكتيرية

(قاع فاتح، تكبير من $250 \times$ إلى $1000 \times$).

8.5 نواشر، من الزجاج أو من البلاستيك (قطرها

أقل من 2 ملم وطولها 80 ملم). من الأحسن أن لا يتجاوز قطر النواشر 2 ملم للتقليل من كمية العينة الملتصقة بها عند نهاية نشرها.

9.5 مكبرة بعدستين، (تكبيرها $6,5 \times$ إلى $50 \times$)

للتمييز وللتفريق بين المستعمرات أو خلايا الخمائر والعفنيات.

6. اقتطاع العينة

من الأحسن أن يتلقى المخبر عينة ممثلة، غير متلفة أو تغيرت أثناء النقل والتخزين، ويجب ألا تكون مجمدة.

7. الطريقة العملية لتحضير عينة التجربة

1.7 العينة المأخوذة للتجربة، المحلول الأم

والتخفيفات

تحضر العينة المأخوذة للتجربة و المحلول الأم (التخفيف الأول) والتخفيفات الموالية حسب متطلبات التنظيمات والمقاييس الخاصة والمناسبة للمادة المعنية.

ماعدا في حالة تحضير خاص لعينة التجربة، يوصى باستعمال ماء بيتوني (3.1.4) بـ 0,1 % (تركيز في الكتلة) كمخفف. يفضل استعمال جهاز مجانسة ذي حركة تموجية بدلا من الخلاط أو جهاز الرج.

عندما تملأ الماصة (2.5) بالكمية المناسبة من المحلول الأم أو التخفيفات، يفضل إبقاؤها أفقيا وهذا بسبب الترسيب السريع للأبواغ بداخلها.

يرج المحلول الأم والتخفيفات لتفادي ترسيب الجزيئات التي تحتوي على أجسام دقيقة.

2.7 الزرع والتحضير

1.2.7 بواسطة ماصة (2.5) معقمة ينقل إلى علبة

بيتري تحتوي على هلام DG18 (1.2.4) 0,1 ملل من عينة التجربة (في حالة المواد السائلة) أو 0,1 ملل من المحلول الأم (في حالة المواد الأخرى).

3.7 إحصاء وانتقاء المستعمرات للإثبات

بعد المدة المخصصة للتحضين، تنتقى العلب (3.2.7) التي تحتوي على أقل من 150 مستعمرة أو خلايا برعمية أو جراثيم وتحصى هذه المستعمرات أو الخلايا البرعمية أو الجراثيم.

إذا لوحظ اجتياح سريع في العلب، تحصى المستعمرات أو الخلايا البرعمية أو الجراثيم بعد يومين (2) ويعاد إحصاؤها من جديد بعد خمسة (5) إلى سبعة (7) أيام من التحضين.

ملاحظة 1: تعتبر مناهج إحصاء الخمائر

والعفنيات على وجه الخصوص غير دقيقة بسبب احتوائها على خليط من الميسيليوم والأبواغ الجنسية وعديمة الجنس. يرتبط عدد الوحدات المشكّلة للمستعمرات بدرجة انقسام الميسيليوم وبنسبة الأبواغ القادرة على النمو فوق الوسط.

ملاحظة 2: تحدث غالبا إحصاءات غير خطية

انطلاقا من تخفيفات عشرية، أي أن تخفيفا واحدا للعيننة ذا عامل 10 لا يؤدي عموما إلى تخفيض العامل 10 لعدد المستعمرات على سطح علب بيتري. وهذا ناتج عن انقسام الميسيليوم وانتشار الأبواغ أثناء التخفيف وكذلك إلى المنافسة بين الفصائل في حالة وجود عدد كبير من المستعمرات في علب بيتري.

تنبيه: تنتشر أبواغ العفنيات في الهواء

بسهولة، لذلك تعالج علب البيتري بحذر لتفادي تكاثر أبواغ العفنيات الذي يمكن أن يؤدي إلى تقدير مبالغ فيه لعدد المستعمرات في العيننة.

يجرى إذا اقتضى الأمر، اختبار بواسطة مكبرة بعدستين (9.5) أو مجهر (7.5) للتمييز بين خلايا الخمائر أو العفنيات ومستعمرات البكتيريا.

تحصى، إذا اقتضى الأمر، مستعمرات الخمائر والمستعمرات أو الخلايا البرعمية للعفنيات على حدة.

لتعيين الخمائر والعفنيات، يتم انتقاء مناطق تكاثر الفطريات وجرى اقتطاع عينة لاختبار مجهرى معمق أو الزرع في أوساط العزل أو التعيين الملائمين.

8. التعبير من النتائج وحدود الثقة

يجب التعبير عن النتائج وحدود الثقة حسب المتطلبات العامة والتوصيات المتعلقة بميكروبيولوجيا الأغذية.

بواسطة ماصة معقمة جديدة ينقل إلى علبة بيتري ثانية تحتوي على هلام DG18 (1.2.4) 0,1 ملل من التخفيف العشري الأول (10⁻¹) (في حالة المواد السائلة) أو 0,1 ملل من التخفيف (10⁻²) (في حالة المواد الأخرى).

لتسهيل إحصاء المستعمرات الضعيفة للخمائر والعفنيات، يمكن توزيع كميات تصل إلى 0,3 ملل من التخفيف (10⁻¹) من العيننة أو عيننة التجربة من المواد السائلة على ثلاث (3) علب بيتري.

تجرى العملية بنفس الطريقة مع التخفيفات الموالية باستعمال ماصة جديدة معقمة لكل تخفيف عشري.

يوصى بالزرع المباشر بالنسبة للأغذية الصلبة أو الجزيئية مثل الجوز أو البذور.

يعقم سطح عينات هذا النوع من المواد في محلول إيبوكلوريت الصوديوم بـ 0,35 % (1000 µغ/غ) لمدة دقيقتين، ثم تغسل بماء مقطر معقم، تجفف فوق ورق معقم وتوضع فوق وسط هلامي.

2.2.7 يوزع السائل على سطح علب الهلام بواسطة ناشر (8.5 غ) معقم إلى غاية امتصاصه كليا من الوسط.

يمكن كذلك استعمال طريقة زرع العلب بالدمج. غير أنه في هذه الحالة، يجب التصديق على معادلة النتائج بالنسبة للزرع كما أن التمييز والتفريق بين العفنيات والخمائر في هذه الحالة غير ممكن. يمكن أن يعطي منهج الزرع على السطح إحصاءات أعلى. تسهل تقنية الزرع بالتطعيم على السطح تعرضا أقصى للخلايا للأكسجين الجوي وتجنب تعطيل النشاط الحراري للخلايا البرعمية الفطرية. تتوقف النتائج على نوع الفطريات.

3.2.7 تحضن العلب المحضرة (2.2.7) في شروط هوائية، الأغذية نحو الأعلى وفي وضعية مستقيمة، داخل جهاز التحضين (1.5) في درجة حرارة 25 ± 1°م خلال خمسة (5) إلى سبعة (7) أيام. إذا اقتضى الأمر، تترك العلب لضوء النهار خلال يوم (1) إلى يومين (2).

إذا وقع الشك في وجود كسيروميساس بيسبوروس (*Xeromyces bisporus*) تحضن العلب لمدة عشرة (10) أيام.

ينصح بتحضين علب البيتري داخل كيس بلاستيكي مفتوح لتفادي تلوث جهاز التحضين في حالة انتشار العفنيات خارج العلب.

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التجارة

المديرية العامة للرقابة الاقتصادية
وقمع الغش

مديرية مخابر التجارب

و تحاليل الجودة

المناهج الرسمية للتحاليل المتعلقة بمواد غير الغذائية



الفهرس

01	1. قرار مؤرخ في 25 نوفمبر سنة 2006، يجعل منهج تحديد كمية الكلور الفعال و إبوكلوريت الصوديوم في ماء جافيل إجباريا. (ج ر عدد 13 - 2007)
----	---

قرارات، مقررات، آراء

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

حرر بالجزائر في 4 ذي القعدة عام 1427 الموافق 25 نوفمبر سنة 2006.

الهاشمي جعوب

الملحق

منهج تحديد كمية الكلور الفعال وإبوكلوريت الصوديوم في ماء جافيل

1. التعريف :

1.1 الكلور الفعال : هو عبارة عن تركيز إبوكلوريت الصوديوم المنحل. الكلور الفعال عبارة عن قياس القدرة المؤكسدة لمحاليل الإبوكلوريت. يسمح بتحديد كمية الكلور المكافئة كيميائيا للأكسجين الذي يحدث نفس الفعالية خلال التحلل الكامل للإبوكلوريت إلى كلورير الصوديوم والأكسجين.

نسبة الكلور الفعال في جزيئة واحدة من الإبوكلوريت هي 95,3 %.

2.1 الدرجة الكلورومترية : هي عدد لترات الكلور الجاف التي يمكن استخلاصها، في 0 م° وتحت ضغط 1 بار (0,1 ملبيسكال) عند استعمال لتر واحد من محلول إبوكلوريت الصوديوم في 20 م° بوجود حمض. يزن لتر واحد من الكلور الغازي في 0 م° وتحت ضغط 1 بار، 3,17 غرام.

2. المبدأ :

أكسدة يودور البوتاسيوم في وسط حمض الأستيك ومعايرة اليود المحرر بواسطة محلول ثيوسلفات الصوديوم في وجود النشاء.

3. الكواشف :

يجب أن تكون الكواشف ذات نقاوة تحليلية معترف بها.

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 4 ذي القعدة عام 1427 الموافق 25 نوفمبر سنة 2006، يجعل منهج تحديد كمية الكلور الفعال وإبوكلوريت الصوديوم في ماء جافيل إجباريا.

إن وزير التجارة،

– بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 176-06 المؤرخ في 27 ربيع الثاني عام 1427 الموافق 25 مايو سنة 2006 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 يحدد صلاحيات وزير التجارة،

– وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 16 ذي القعدة عام 1417 الموافق 24 مارس سنة 1997 والمتعلق بالمواصفات التقنية لوضع مستخلصات ماء جافيل رهن الاستهلاك وشروطها وكيفياتها،

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، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد كمية الكلور الفعال وإبوكلوريت الصوديوم في ماء جافيل إجباريا.

المادة 2 : من أجل تحديد كمية الكلور الفعال وإبوكلوريت الصوديوم في ماء جافيل، فإن مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش وتلك المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق.

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

1.3 حمض الأسيتيك بارد (glacial).

2.3 يودور البوتاسيوم (KI) نقي مبلور وخال من اليودات.

3.3 محلول ثيوسلفات الصوديوم ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$) 0,1 نظامية.

تذوب 25 غ من ثيوسلفات الصوديوم خماسي التمييه ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) مبلور حديثا في لتر من الماء المغلي ثم يترك ليبرد.

يكون المحلول ثابتا أكثر إذا كانت الأواني الزجاجية منظفة مسبقا بواسطة حمض سولفوكروميك وتنقى بالماء المقطر بعناية.

تجرى معايرة محلول ثيوسلفات الصوديوم بواسطة محلول يودات البوتاسيوم (KIO_3) المحضر كما يأتي :

توزن 3,567 غ من يودات البوتاسيوم، خال من الرطوبة، تنقل في قنينة سعتها 1 لتر، تذوب في الماء ثم تخلط بعناية : نظامية هذا المحلول 0,1 بالضبط. لمعايرة محلول ثيوسلفات الصوديوم ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$)، تؤخذ 50 ملل من محلول اليودات المحضرة مسبقا، تسكب داخل إرلن ماير (erlenmeyer) سعته 250 ملل، تخفف 100 ملل بالماء المقطر وتضاف 1 غ من يودور البوتاسيوم المبلورة، عند ذوبان الـ KI، تضاف 15 ملل من حمض الكلور (HCL) 0,1 نظامية، ثم تعير مباشرة بعد ذلك بمحلول ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$).

عند تغير لون المحلول إلى الأصفر، يضاف 1 ملل من محلول النشاء (مؤشر) وتواصل المعايرة حتى زوال اللون الأزرق.

تجرى معايرات محلول ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$) مرة في الشهر على الأقل.

تساوي نظامية محلول ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$) :

0,1 . 50

ح م

بحيث :

ح م : هو الحجم بالميليلتر لمحلول ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$) اللازم لمعايرة محلول (KIO_3).

50 : هو الحجم بالميليلتر لمحلول (KIO_3).

0,1 : هي نظامية محلول (KIO_3).

4.3 النشاء : محلول مؤشر بـ 0,5 %

- يخلط 0,5 غ من النشاء مع 5 ملل من الماء البارد ويضاف 95 ملل من الماء المغلي. يخلط، يبرد ثم يحفظ في قارورة نظيفة.

- باعتبار أن محلول النشاء غير ثابت، يعوض مرارا أو يضاف إليه ما يعادل 0,1 % من حمض السليسليك لتقليل عملية الهدم.

4 . التجهيزات :

الأجهزة المتداولة في المختبر.

5. طريقة العمل :

1.5 تحضير العينة :

حسب التركيز الأولي لمحلول إيبوكلوريت الصوديوم، تجرى تخفيفات للحصول على كمية الكلور الفعال قريبة من 1 م° كلوروميتر (مثلا تخفيف 1/10 بالنسبة لمحاليل الإيبوكلوريت ذات 10 م° - 12 م° و 1/20 بالنسبة للمحاليل ذات 18 م° - 20 م° و 1/50 بالنسبة للمحاليل ذات 47 م° - 50 م°).

2.5 العينة المأخوذة للتجربة :

تقتطع 10 ملل من التخفيف المحضر في (1.5) بواسطة ماصة.

3.5 المعايرة :

يذوب في إرلن ماير (erlenmeyer) سعته 250 ملل، 2 إلى 3 غ من يودور البوتاسيوم (2.3) في 50 ملل من الماء. يضاف 10 ملل من حمض الأسيتيك (1.3)، ثم تسكب العينة (1.5) داخل إرلن ماير بإبقاء طرف الماصة تحت سطح السائل.

يعاير اليود المنطلق في مرحلة واحدة بواسطة محلول ثيوسلفات الصوديوم (3.3). عند تغير لون المحلول من الأسمر الداكن إلى الأصفر الشاحب (لون قشي)، يضاف 1 ملل من محلول النشاء (4.3) ثم تواصل عملية المعايرة حتى زوال اللون الأزرق. يسجل حجم الثيوسلفات المستعمل.