

31985L0503

L 308/12

EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS

20.11.1985.

KOMISIJAS PIRMĀ DIREKTĪVA
(1985. gada 25. oktobris)
par pārtikas kazeīnu un kazeinātu analīzes metodēm
(85/503/EEK)

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

ņemot vērā Padomes 1983. gada 25. jūlija Direktīvu 83/417/EEK par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz atsevišķām piena olbaltumvielām (kazeīniem un kazeinātiem), kas paredzētas cilvēku patēriņam⁽¹⁾ un jo īpaši tās 9. panta b) punktu,

tā kā Direktīvas 83/417/EEK 9. panta b) punkts prasa noteikt Kopienas analīzes metodes pārtikas kazeīnu un kazeinātu sastāva kontrolei;

tā kā ir iespējams pieņemt metožu sākuma sērijas, attiecībā uz kurām pētījumi ir pabeigti;

tā kā šajā direktīvā paredzētie pasākumi atbilst Pārtikas produktu pastāvīgās komitejas atzinumam,

IR PIEŅĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

1. pants

Dalībvalstis veic visus vajadzīgos pasākumus, lai nodrošinātu, ka analīzes, kas nepieciešamas I pielikumā izklāstīto kritēriju

pārbaudei, veiktu saskaņā ar II pielikumā aprakstītajām metodēm.

2. pants

Dalībvalstīs stājas spēkā normatīvie un administratīvie akti, kas vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības vēlākais līdz 1987. gada 1. maijam. Dalībvalstis par to tūlīt informē Komisiju.

3. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

Briselē, 1985. gada 25. oktobrī

*Komisijas vārdā -
priekšsēdētāja vietnieks
COCKFIELD*

⁽¹⁾ OV L 237, 26.8.1983., 25. lpp.

I PIELIKUMS

PIRMO KOPIENAS ANALĪZES METOŽU DIREKTĪVAS MĒRĶIS PĀRTIKAS KAZEĪNIEM UN KAZEINĀTIEM

I. **Vispārīgie noteikumi**II. **Mitruma noteikšana:**

- skābos kazeīnos, izmantojot II pielikuma 1. metodi
- renneta kazeīnos, izmantojot II pielikuma 1. metodi
- kazeinātos, izmantojot II pielikuma 1. metodi

III. **Olbaltumvielu satura noteikšana:**

- skābos kazeīnos, izmantojot II pielikuma 2. metodi
- renneta kazeīnos, izmantojot II pielikuma 2. metodi
- kazeinātos, izmantojot II pielikuma 2. metodi

IV. **Kopējā skābuma noteikšana:**

- skābos kazeīnos, izmantojot II pielikuma 3. metodi

V. **Pelnvielu noteikšana (ietverot P_2O_5):**

- skābos kazeīnos, izmantojot II pielikuma 4. metodi
- renneta kazeīnos, izmantojot II pielikuma 5. metodi

VI. **pH noteikšana:**

- kazeinātos, izmantojot II pielikuma 6. metodi
-

II PIELIKUMS

ANALĪZES METODES, KAS ATTIECAS UZ PĀRTIKAS KAZEĪNU UN KAZEINĀTU SASTĀVU

VISPĀRĪGIE NOTEIKUMI

1. ANALIZĒJAMĀ PARAUGA SAGATAVOŠANA
 - 1.1. **Vispārējs raksturojums**

Laboratorijā analīzei iesniegtā parauga masai jābūt vismaz 200 gramu.
 - 1.2. **Parauga sagatavošana analīzei laboratorijā**
 - 1.2.1. Laboratorijas paraugu rūpīgi samaisa un sadrupina kunkuļus utt., atkārtoti sakratot un apgāžot trauku (ja vajadzīgs, vēlāk visu laboratorijas paraugu pārvieto gaisu necaurlaidīgā pietiekama tilpuma (divkārsš parauga tilpums) traukā, lai varētu veikt šo operāciju).
 - 1.2.2. Uz testa sietā (3.3.) pārvieto paraugu pārstāvošu porciju, t.i., apmēram 50 gramus, rūpīgi samaisīta laboratorijas parauga (1.2.1.).
 - 1.2.3. Ja 50 gramu porcija pilnīgi vai gandrīz pilnīgi (vismaz 95 % no svara) iziet cauri sietam (3.3.), pēc 1.2.1. sagatavoto paraugu izmanto noteikšanai.
 - 1.2.4. Pretējā gadījumā samaļ 50 gramu porciju, izmantojot malšanas iekārtu (3.4.), kamēr tā atbilst sijāšanas kritērijam (1.2.3.). Nekavējoties visu izsijāto paraugu pārvieto gaisu necaurlaidīgā pietiekama tilpuma (divkārsš parauga tilpums) traukā un rūpīgi samaisa, atkārtoti sakratot un apgāžot. Šo operāciju laikā jāievēro piesardzība, lai novērstu jebkādas izmaiņas produkta mitruma saturā.
 - 1.2.5. Jebkura noteikšana jāizdara pēc iespējas ātrāk pēc testa parauga sagatavošanas.
 - 1.3. **Trauki**

Paraugi vienmēr jāglabā gaisu necaurlaidīgā un mitrumu necaurlaidīgā traukā.
2. REAĢENTI
 - 2.1. **Ūdens**
 - 2.1.1. Visos gadījumos šķīdināšanai, atšķaidīšanai vai mazgāšanai izmanto destilētu vai demineralizētu ūdeni ar vismaz līdzvērtīgu tīrību.
 - 2.1.2. Visur, kur bez tālākas norādes ir atsauce uz "šķīdināšanu" vai "atšķaidīšanu", ir domāts "šķīdums ūdenī" vai "atšķaidīšana ar ūdeni".
 - 2.2. **Ķīmikālijas**

Visām izmantotām ķīmikālijām, izņemot ja norādīts citādi, jābūt ar atbilstīgu analītisko reaģentu tīrības pakāpi.
3. APARATŪRA
 - 3.1. **Aparatūras saraksti**

Aparatūras sarakstos iekļauti tikai speciāli izmantotie priekšmeti un priekšmeti ar īpašu specifikāciju.
 - 3.2. **Analītiskie svāri**

Analītiskie svāri ir paredzēti ar precizitāti vismaz līdz 0,1 mg.
 - 3.3. **Testa siets**

Izmantojamie testa sieti ir apgādāti ar vāku, ir 200 mm diametrā un ir izveidoti no stieples pinuma ar nominālo atveru platumu 500 µm. Atļautās caurumu pielaides un stieples diametri ir atbilstīgi ISO 3310/1. (Testa sieti - Tehniskās prasības un testēšana – 1. daļa: Metāla stieples pinums. ISO 3310/1 – 1975.).

Sieti ir apgādāti ar uztvērēju.
 - 3.4. **Malšanas iekārta**

Ja vajadzīga laboratorijas parauga samalšana (skatīt 1.2.4.) bez pārmērīga siltuma veidošanās un bez mitruma zuduma vai absorbcijas, nedrīkst izmantot bumbu dzirnavas.

4. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

4.1. Rezultāti

Analīzes pārskatā minētajam rezultātam jābūt vidējai vērtībai, kas iegūta no divām noteikšanām, kuras atbilst šīs metodes atkārtojamības kritērijiem.

4.2. Procentuālo attiecību aprēķināšana

Ja nav norādīts citādi, rezultātu aprēķina kā procentuālo attiecību pret parauga masu.

5. TESTA PĀRSKATS

Testa pārskatā norāda izmantoto analīzes metodi, tāpat kā iegūtos rezultātus. Papildus tur jāmin visas analīzes metodē nenorādītās procedūras detaļas vai izvēles detaļas, kā arī jebkuri apstākļi, kas var ietekmēt iegūtos rezultātus. Testa pārskatā sniedz visu vajadzīgo informāciju pilnīgai parauga identificēšanai.

1. METODE

MITRUMA SATURA NOTEIKŠANA

1. DARBĪBAS JOMA UN MĒRĶIS

Šī metode nosaka mitruma saturu:

- skābos kazeīnos,
- renneta kazeīnos,
- kazeinātos.

2. DEFINĪCIJA

Kazeīnu un kazeinātu mitruma saturs: ar aprakstīto metodi noteiktais masas zudums.

3. PRINCIPS

Nosaka testa daļas masas atlikumu pēc žāvēšanas krāsnī $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ temperatūrā atmosfēras spiedienā līdz konstantai masai. Masas zudumu aprēķina kā procentuālo attiecību pret parauga masu.

4. APARATŪRA

4.1. Analītiskie svāri

4.2. **Trauki** ir plakandibena un no materiāla, kas nekorodē testa apstākļos, piemēram, niķeļa, alumīnija, nerūsošā tērauda vai stikla. Traukiem jābūt ar cieši noslēdzošiem, bet viegli attaisāmiem vākiem. Piemērotie izmēri: diametrs 60 līdz 80 mm un dziļums apmēram 25 mm.

4.3. **Žāvēšanas krāsns** darbojas atmosfēras spiedienā, ir labi ventilējama un termostatiski kontrolējama, ar temperatūras regulēšanu (pie $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$). Visā krāsnī temperatūrai jābūt vienmērīgai.

4.4. **Desikators** ar svaigi aktivētu silīcija dioksīda gelu ar ūdens satura indikatoru vai ekvivalentu desikantu.

4.5. **Piemērota ierīce trauku paņemšanai**, piemēram, laboratorijas stangas.

5. PROCEDŪRA

5.1. Testa parauga sagatavošana

Kā aprakstīts Vispārīgo noteikumu 1.2. iedaļā.

5.2. Trauka sagatavošana

- 5.2.1. Valēju trauku un tā vāku (4.2.) karsē krāsnī (4.3.), kontrolējot temperatūru $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, vismaz vienu stundu.
- 5.2.2. Uzliek traukam vāku, ievieto nosegto trauku desikatorā (4.4.), ļauj atdzist līdz svaru telpas temperatūrai un nosver ar precizitāti līdz $0,1\text{ mg}$ (m_0).

5.3. Testa daļa

3 līdz 5 gramus testa parauga (5.1.) ievieto traukā, nosedz ar vāku un nosver ar precizitāti līdz $0,1\text{ mg}$ (m_1).

5.4. Noteikšana

- 5.4.1. Trauku atver un kopā ar tā vāku ievieto krāsnī (4.3.), kontrolējot $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ temperatūru, četras stundas.
- 5.4.2. Trauku pārvieto desikatorā, ļauj atdzist līdz svaru telpas temperatūrai un nosver ar precizitāti līdz $0,1\text{ mg}$.
- 5.4.3. Trauku atver, un to atkal kopā ar tā vāku karsē krāsnī vienu stundu. Tad atkārto 5.4.2. operāciju.
- 5.4.4. Ja 5.4.3. iegūtā masa ir mazāka par 5.4.2. iegūto masu vairāk nekā par 1 mg , atkārto 5.4.3. operāciju.

Ja masa palielinās, aprēķinos (6.1.) izmanto viszemāko atrasto masas lielumu. Galīgais pierakstāmais svars ir m_2 .

Kopējais žāvēšanas laiks parasti nepārsniedz sešas stundas.

6. REZULTĀTU IZTEIKŠANA**6.1. Aprēķina metode**

Parauga masas zudumu žāvējot, izteiktu kā procentuālo attiecību pret masu, aprēķina:

$$\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

kur

m_0 = masa, traukam un tā vākam pēc procesa 5.2.;

m_1 = masa, izteikta gramos traukam, tā vākam un testa daļai pirms žāvēšanas (process 5.3.);

m_2 = masa, izteikta gramos traukam, tā vākam un testa daļai pēc žāvēšanas (process 5.4.3. vai 5.4.4.).

Aprēķina masas zudumu žāvējot, ar precizitāti līdz $0,01\%$.

6.2. Atkārtojamība

Rezultātu atšķirība starp divām vienlaicīgām vai ātri viena otrai sekojošām noteikšanām, kuras tajos pašos apstākļos veicis viens analizētājs tam pašam paraugam, nedrīkst pārsniegt $0,5$ gramus mitruma 100 gramos produkta.

Šis atkārtojamības intervāls jāsasniedz 95% no visām precīzi veiktas metodes reizēm.

2. METODE**OLBALTUMVIELU SATURA NOTEIKŠANA****1. DARBĪBAS JOMA UN MĒRĶIS**

Ar šo metodi nosaka olbaltumvielu saturu:

- skābos kazeīnos,
- renneta kazeīnos,
- kazeinātos,

izņemot tos, kuri satur amonija kazeinātu vai citus amonija vai slāpekļa savienojumus, kas nav olbaltumvielas.

2. DEFINĪCIJA

Olbaltumvielu saturs: slāpekļa saturs, kas noteikts ar aprakstīto metodi, tad reizināts ar 6,38 un izteikts kā procentuālā attiecība pret masu.

3. PRINCIPS

Testa daļu kopā ar kālija sulfāta un sērskābes maisījumu iztvaicē divvērtīgā vara sulfāta kā katalizatora klātbūtnē, lai pārvērstu organisko slāpekli amonija slāpekli. Amonjaku destilē un absorbē borskābes šķīdumā un tad titrē ar sālsskābes standartšķīdumu. Slāpekļa saturu pārvērš olbaltumvielas saturā, pareizinot ar 6,38.

4. REAĢENTI

4.1. **Sērskābe, koncentrēta**, S_2O 1,84 g/ml.

4.2. **Kālija sulfāts, bezūdens** (K_2SO_4).

4.3. **Divvērtīgā vara sulfāta pentahidrāts** ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$).

4.4. **Saharoze** ($C_{12}H_{22}O_{11}$).

4.5. **Borskābe, šķīdums** 40 g/l.

4.6. **Nātrija hidroksīds**, koncentrēts ūdens šķīdums 30 % (m/m), kas nesatur karbonātus.

4.7. **Sālsskābe**, 0,1 mol/l.

4.8. **Indikatora maisījums**. Samaisa vienādus tilpumus metilsarkanā šķīduma 2 g/l ar vismaz 95 % (V/V) etanola un metilēnzilā šķīduma 1 g/l vismaz 95 % (V/V) etanolā.

5. APARATŪRA

5.1. Analītiskie sviri.

5.2. **Kjeldāla kolba**, 500 ml tilpums.

5.3. **Iztvaicēšanas aparatūra**, kas notur Kjeldāla kolbu (5.2.) slīpā stāvoklī, un karsējošā ierīce, kas nesilda kolbas daļu virs šķidrā satura virsmas.

5.4. **Dzesinātājs** ar taisnu iekšējo cauruli.

5.5. **Izplūdes caurule ar drošības balonu**, kas pievienots dzesinātāja (5.4.) lejasgalam ar slīpēta stikla savienojumu vai gumijas cauruli. Izmantojot gumijas cauruli, stikla galiem jābūt netālu vienam no otra.

5.6. **Uzgalis**, lai novērstu izšļakstīšanos, pievienots Kjeldāla kolbai (5.2.) un dzesinātājam (5.4.) ar mikstiem, cieši pieguļošiem gumijas vai citādiem piemērotiem aizbāžņiem.

5.7. **Koniskā kolba**, 500 ml tilpums.

5.8. **Mērcilindri**, 50 ml un 100 ml tilpums.

5.9. **Birete**, 50 ml tilpums, graduēta pa 0,1 ml.

5.10. **Palīgīdzekļi vārīšanai:**

5.10.1. Iztvaicēšanai: mazi gabaliņi cietā porcelāna vai stikla lodītes.

5.10.2. Destilēšanai: svaigi kalcinēti pumeka gabaliņi.

6. PROCEDŪRA

6.1. **Testa parauga sagatavošana**

Kā aprakstīts Vispārīgo noteikumu 1.2. iedaļā.

6.2. Amonija slāpekļa klātbūtnes tests

Šādu testu veic, ja sagaidāma amonija kazeināta vai citu amonija savienojumu klātbūtne. Nelielā koniskā kolbā 1 gramam parauga pievieno 10 ml ūdens un 100 mg magnija oksīda. Noskalo pie sienām pielipušo magnija oksīdu un kolbu noslēdz ar korķa aizbāzni, ievietojot gabaliņu samitrināta sarkanā lakmusa papīra starp aizbāzni un kolbas kaklu. Kolbas saturu rūpīgi samaisa, un kolbu karsē ūdens vannā 60 °C līdz 65 °C temperatūrā. Ja lakmusa papīrs krāsojas zils 15 minūšu laikā, tad klāt ir amonjaks, un metodi nevar izmantot (skatīt 1. iedaļu).

6.3. Tukšais tests

Vienlaicīgi ar parauga slāpekļa satura noteikšanu izpilda tukšo noteikšanu, testa daļas vietā izmantojot 0,5 gramus saharozes (4.4.), izmantojot to pašu aparāturu, tos pašus visu reaģentu daudzumus un to pašu aprakstīto procedūru (6.5.). Ja titrēšanas rezultāti tukšajā noteikšanā pārsniedz 0,5 ml uz 0,1 mol/l skābes, reaģenti jāpārbauda un netīrais reaģents vai reaģenti jāatīra vai jānomaina.

6.4. Testa daļa

Kjeldāla kolbā pārvieto (5.2.) 0,3 līdz 0,4 gramus testa parauga (6.1.), kas nosvērti ar precizitāti līdz 0,1 mg.

6.5. Noteikšana

6.5.1. Kolbā ieber dažus gabaliņus porcelāna vai dažas stikla lodītes (5.10.1.) un apmēram 10 gramus bezūdens kālija sulfāta (4.2.).

Pievieno 0,2 g divvērtīgā vara sulfāta (4.3.) un kolbas kaklu noskalo ar nelielu ūdens daudzumu. Pievieno 20 ml koncentrētas sērskābes (4.1.). Kolbas saturu samaisa.

Iztvaicēšanas aparāturu (5.3.) uzmanīgi karsē kamēr jebkāda putošanās izbeidzas, uzmanīgi vāra, kamēr šķīdums ir dzidrs un saglabājas blāva zaļi-zila krāsa. Karsēšanas laikā kolbu periodiski groza.

Vārīšanu turpina, karsēšanu regulējot tā, lai tvaiki kondensējas kolbas kakla vidū. Vārīšanu turpina 90 minūtes, novēršot vietēju pārkaršanu.

Ļauj atdzist līdz istabas temperatūrai. Uzmanīgi pievieno aptuveni 200 ml ūdens un dažus gabaliņus pumeka (5.10.2.). Samaisa un atkal atdzesē.

6.5.2. 50 ml borskābes šķīduma (4.5.) un četrus pilienus indikatora (4.8.) pārvieto koniskā kolbā (5.7.). Samaisa. Konisko kolbu novieto zem dzesinātāja (5.4.) tā, lai izplūdes caurules (5.5.) gals ir iemērķts borskābes šķīdumā. Izmantojot mērcilindru (5.8.), Kjeldāla kolbā pievieno 80 ml nātrija hidroksīda šķīduma (4.6.). Šīs operācijas laikā kolbu tur slīpā stāvoklī tā, lai nātrija hidroksīda šķīdums noskalo kolbas sānu malas, izveidojot apakšējo slāni.

Nekavējoties Kjeldāla kolbu pievieno pie dzesinātāja ar uzgli, lai novērstu izšķakstīšanos (5.6.).

Kjeldāla kolbu uzmanīgi rotē, lai tās saturu samaisītu. Vispirms uzmanīgi vāra, novēršot putošanu. Destilēšanu turpina tā, ka apmēram 30 minūtēs savāc 150 ml destilāta. Destilāta temperatūrai jābūt zemākai par 25 °C. Aptuveni divas minūtes pirms destilēšanas beigām konisko kolbu novieto zemāk tā, lai izplūdes caurules gals vairs nebūtu iemērķts skābes šķīdumā, un galu noskalo ar nelielu ūdens daudzumu. Karsēšanu pārtrauc, izplūdes cauruli noņem, un tās ārējās un iekšējās sienas noskalo ar nelielu ūdens daudzumu, savācot mazgājamos ūdeņus koniskā kolbā.

6.5.3. Destilātu titrē koniskā kolbā, izmantojot standarta titrēšanas sālskābes šķīdumu (4.7.).

7. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

7.1. Formula un aprēķina metode

Parauga olbaltumvielu saturu, izteiktu kā procentuālo attiecību pret masu, aprēķina:

$$\frac{(V_1 - V_2) \times T \times 14 \times 100 \times 6,38}{m \times 100} = \frac{8,932(V_1 - V_2) \times T}{m}$$

kur:

V_1 ir standarta sāļsskābes mēršķiduma (4.7.) tilpums mililitros izmantots (6.5.) noteikšanā;

V_2 ir standarta sāļsskābes mēršķiduma (4.7.) tilpums mililitros izmantots tukšajā testā (6.3);

T ir standarta sāļsskābes mēršķiduma (4.7.) stiprums mol/l;

m ir testa daļas masa gramos.

Olbaltumvielu saturu aprēķina ar precizitāti līdz 0,1 %.

7.2. Atkārtojamība

Rezultātu atšķirība starp divām vienlaicīgām vai ātri viena otrai sekojošām noteikšanām, kuras tajos pašos apstākļos veicis viens analizētājs tam pašam paraugam, nedrīkst pārsniegt 0,5 gramus olbaltumvielu 100 gramos produkta.

Šis atkārtojamības intervāls jāsasniedz 95 % no visām precīzi veiktas metodes reizēm.

3. METODE

KOPĒJĀ SKĀBUMA NOTEIKŠANA

1. DARBĪBAS JOMA UN MĒRĶIS

Ar šo metodi nosaka kopējo skābumu:

— skābiem kazeīniem.

2. DEFINĪCIJA

Kopējais skābums skābos kazeīnos: 0,1 mol/l nātrija hidroksīda standartšķiduma tilpums, mililitros, kas nepieciešams, lai neitralizētu ūdens ekstraktu no produkta 1 grama.

3. PRINCIPS

Iegūst parauga ūdens ekstraktu 60 °C temperatūrā un nofiltrē. Filtrātu titrē pret standarta nātrija hidroksīdu, par indikatoru izmantojot fenolftaleīnu.

4. REAĢENTI

Ūdeni metodes procedūrai vai reaģentu sagatavošanai atbrīvo no oglekļa dioksīda, pirms izmantošanas vārot 10 minūtes.

4.1. Nātrija hidroksīda šķīdums: 0,1 mol/l.

4.2. Fenolftaleīna indikatora šķīdums, 10 g/l etanolā (95 % V/V) neitralizēts indikatoram.

5. APARATŪRA

5.1. Analītiskie sviri.

5.2. **Koniskā kolba**, 500 ml tilpuma, ar slīpētu kaklu un apgādāta ar slīpētu stikla aizbāzni.

5.3. **Vienas atzīmes pipete**, 100 ml tilpuma.

5.4. **Pipete**, piemērota 0,5 ml indikatora šķīduma mērīšanai (4.2.).

5.5. **Koniskā kolba**, 250 ml tilpuma.

5.6. **Mērcilindrs**, 250 ml tilpuma.

5.7. **Birete**, graduēta 0,1 ml.

5.8. **Ūdens vanna**, kuru var karsēt temperatūra 60 °C ± 2 °C.

5.9. **Piemērots filtrs**.

6. PROCEDŪRA

6.1. **Testa parauga sagatavošana**

Kā aprakstīts Vispārīgo noteikumu 1.2. iedaļā.

6.2. **Testa daļa**

Aptuveni 10 gramus testa parauga (6.1.) nosver ar precizitāti līdz 10 mg un pārvieto koniskā kolbā (5.2.).

6.3. **Noteikšana**

Izmantojot 250 ml mērcilindru (5.6.), pievieno 200 ml svaigi vārītu un atdzesētu ūdeni, kas iepriekš uzkaršēts līdz 60 °C temperatūrai. Kolbu noslēdz, grozot samaisa un uz 30 minūtēm ievieto ūdens vannā (5.8.) 60 °C temperatūrā. Aptuveni ar 10 minūšu intervāliem kolbu sakrata.

Filtrē un filtrātu atdzesē līdz aptuveni 20 °C temperatūrai. Filtrātam jābūt dzidram.

Izmantojot pipeti (5.3.), 100 ml atdzesēta filtrāta pārvieto koniskā kolbā (5.5.). Izmantojot pipeti (5.4.), pievieno 0,5 ml fenolftaleīna indikatora šķīdumu (4.2.). Titrē ar standarta nātrija hidroksīda mēršķīdumu (4.1.) kamēr parādījusies blāvi sārtā krāsa saglabājas vismaz 30 sekundes. Nosaka un atzīmē izmantoto tilpumu ar precizitāti līdz 0,01 ml.

7. **REZULTĀTU IZTEIKŠANA**7.1. **Formula un aprēķina metode**

Skābā kazeīna kopējo skābumu izsaka:

$$\frac{20 \times V \times T}{m}$$

kur

V ir izmantotais standarta nātrija hidroksīda mēršķīduma (4.1.) tilpums mililitros;

T ir standarta nātrija hidroksīda mēršķīduma (4.1.) stiprums mol/l;

m ir testa daļas masa gramos.

Kopējo skābumu aprēķina līdz divām decimalzīmēm.

7.2. **Atkārtojamība**

Rezultātu atšķirība starp divām vienlaicīgām vai ātri viena otrai sekojošām noteikšanām, ko tajos pašos apstākļos veicis viens analizētājs tam pašam paraugam, nedrīkst pārsniegt 0,02 ml 0,1 mol/l nātrija hidroksīda 1 gramam produkta.

Šis atkārtojamības intervāls jāsasniedz 95 % no visām precīzi veiktas metodes reizēm.

4. METODE

PELNVIELNU NOTEIKŠANA

(ietverot P₂O₅)

1. **DARBĪBAS JOMA UN MĒRĶIS**

Ar šo metodi nosaka pelnvielu (ietverot P₂O₅) saturu:

— skābiem kazeīniem.

2. **DEFINĪCIJA**

Pelnvielu (ietverot P₂O₅) saturs: pelnvielu saturs, kas noteikts ar aprakstīto metodi.

3. **PRINCIPS**

Daļu parauga pārvērš pelnvielās 825 °C ± 25 °C temperatūrā magnija acetāta klātbūtnē, lai piesaistītu visu organiskas izcelsmes fosforu. Pelnvielu daudzumu beigās aprēķina, nosverot atlikumu un atņemot to pelnvielu masu, kas rodas no magnija acetāta.

4. **REAĢENTI**

4.1. **Magnija acetāta tetrahidrāta šķīdums**, 120 g/l. 120 gramus magnija acetāta tetrahidrāta [Mg(CH₃CO₂)₂·4H₂O] izšķīdina ūdenī un papildina ar ūdeni līdz vienam litram.

5. **APARATŪRA**5.1. **Analītiskie svāri.**

5.2. **Vienas atzīmes pipete**, 5 ml.

5.3. **Kvarca vai platīna trauki**, aptuveni 70 mm diametrā un 25 līdz 50 mm dziļi.

5.4. **Žāvēšanas krāsns**, kuru var karsēt 102 °C ± 1 °C temperatūrā.

5.5. **Elektriskā krāsns**, kurā uzturēta 825 °C ± 25 °C temperatūra.

5.6. **Vārīšanas ūdens vanna.**

- 5.7. **Desikators** ar svaigi aktivētu silika gēlu ar ūdens satura indikatoru vai ekvivalentu desikantu.
6. PROCEDŪRA
- 6.1. **Testa parauga sagatavošana**
- Kā aprakstīts Vispārīgo noteikumu 1.2. iedaļā.
- 6.2. **Trauku sagatavošana**
- Divus traukus (A, B) (5.3.) 30 minūtes karsē elektriskā krāsnī (5.5.) $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ temperatūrā. Traukiem ļauj nedaudz atdzist un tad ievieto desikatorā (5.7.) līdz tie sasniedz svaru telpas temperatūru, un nosver ar precizitāti līdz 0,1 mg.
- 6.3. **Testa daļa**
- Tieši vienā no sagatavotajiem traukiem (A) ar precizitāti līdz 0,1 mg nosver aptuveni 3 gramus testa parauga (6.1.).
- 6.4. **Noteikšana**
- Izmantojot pipeti (5.2.), traukā (A) pievieno tieši 5 ml magnija acetāta šķīduma (4.1.) tā, lai samitrinātu visu testa daļu, un ļauj nostāvēties 20 minūtes.
- Izmantojot pipeti (5.2.), otrā sagatavotajā traukā (B) pievieno tieši 5 ml magnija acetāta šķīdumu (4.1.).
- Abu trauku (A un B) saturu iztvaicē līdz sausam vārošā ūdens vannā (5.6.).
- Abus traukus uz 30 minūtēm ievieto krāsnī (5.4.), kurā uzturēta $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ temperatūra.
- Trauku A ar tā saturu karsē uz nelielas liesmas, karstas plāksnes vai zem infrasarkanās lampas, kamēr testa daļa ir pilnīgi pārogļojusies, uzmanot, lai tā neuzliesmo.
- Abus traukus (A un B) pārvieto elektriskajā krāsnī (5.5.), kurā uztur $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ temperatūru, un karsē vismaz vienu stundu, kamēr no trauka A izzūd viss ogleklis. Abiem traukiem ļauj nedaudz atdzist un tad ievieto desikatorā (5.7.), līdz tie sasniedz svaru telpas temperatūru, un nosver ar precizitāti līdz 0,1 mg.
- Karsēšanu elektriskajā krāsnī (5.5.) atkārtu aptuveni 30 minūtes, atdzesējot un nosverot, kamēr masa paliek konstanta 1 mg robežās vai sāk palielināties. Atzīmē minimālo masu.
7. REZULTĀTU IZTEIKŠANA
- 7.1. **Aprēķina metode**
- Pelnvielu saturu paraugā, ietverot P_2O_5 , kā procentuālo attiecību pret masu, parāda:
- $$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$
- kur:
- m_0 ir testa daļas masa, gramos;
- m_1 ir trauka A un atlikuma masa gramos;
- m_2 ir sagatavotā trauka A masa gramos;
- m_3 ir trauka B un atlikuma masa gramos;
- m_4 ir sagatavotā trauka B masa gramos.
- Aprēķina gala rezultātu ar precizitāti līdz 0,01 %.
- 7.2. **Atkārtojamība**
- Rezultātu atšķirība starp divām vienlaicīgām vai ātri viena otrai sekojošām noteikšanām, ko tajos pašos apstākļos veicis viens analizētājs tam pašam paraugam, nedrīkst pārsniegt 0,1 gramu 100 gramos produkta.
- Šis atkārtojamības intervāls jāasniedz 95 % no visām precīzi veiktas metodes reizēm.

5. METODE

PELNVIELNU NOTEIKŠANA

(ietverot P_2O_5)

1. DARBĪBAS JOMA UN MĒRĶIS

Ar šo metodi nosaka pelnvielu (ietverot P_2O_5) saturu:

— renneta kazeīniem.

2. DEFINĪCIJA

Pelnvielu (ietverot P_2O_5) saturs: pelnvielu saturs, kas noteikts ar aprakstīto metodi.

3. PRINCIPS

Daļu parauga pārvērš pelnvielās $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ temperatūrā līdz konstantai masai. Atlikumu nosaka nosverot, un aprēķina kā procentuālo attiecību pret parauga masu.

4. APARATŪRA

4.1. Analītiskie svāri.

4.2. **Kvarca vai platīna trauki**, aptuveni 70 mm diametrā un 25 līdz 50 mm dziļi.

4.3. **Elektriskā krāsns** ar gaisa cirkulāciju, nodrošināta ar termoregulatoru temperatūrai $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

4.4. **Desikators** ar svaigi aktivētu silīcija oksīda gēlu ar ūdens satura indikatoru vai ekvivalentu desikantu.

5. PROCEDŪRA

5.1. Testa parauga sagatavošana

Kā aprakstīts Vispārīgo noteikumu 1.2. iedaļā.

5.2. Trauku sagatavošana

Trauku (4.2.) 30 minūtes karsē elektriskā krāsnī (4.3.), kurā uztur $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ temperatūru. Traukiem ļauj nedaudz atdzist un tad ievieto desikatorā (4.4.), līdz tie sasniedz svaru telpas temperatūru, un nosver ar precizitāti līdz 0,1 mg.

5.3. Testa daļa

Tieši sagatavotajā traukā nosver, ar precizitāti līdz 0,1 mg, aptuveni 3 gramus testa parauga (5.1.).

5.4. Noteikšana

Trauku ar tā saturu karsē uz nelielas liesmas, karstas plāksnes vai zem infrasarkanās lampas, kamēr testa daļa pilnīgi pārrojlojas, uzmanot, lai tā neuzliesmo.

Trauku pārvieto elektriskajā krāsnī (4.3.), kurā uztur $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ temperatūru un karsē vismaz vienu stundu, kamēr no trauka izzūd viss ogleklis. Traukam ļauj nedaudz atdzist un tad ievieto desikatorā (4.4.), līdz tas sasniedz svaru telpas temperatūru, un nosver ar precizitāti līdz 0,1 mg.

Karsēšanu elektriskajā krāsnī (4.3.) atkārtu aptuveni 30 minūtes, atdzesējot un nosverot, kamēr masa paliek konstanta 1 mg robežās vai sāk palielināties. Atzīmē minimālo masu.

6. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

6.1. Aprēķina metode un formula

Pelnvielu saturu paraugā, ietverot P_2O_5 , procentuālo attiecību pret masu, parāda:

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

kur:

m_0 ir testa daļas masa gramos;

m_1 ir trauka un atlikuma masa gramos;

m_3 ir sagatavotā trauka masa gramos.

Aprēķina gala rezultātu ar precizitāti līdz 0,01 %.

6.2. **Atkārtojamība**

Rezultātu atšķirība starp divām vienlaicīgām vai ātri sekojošām noteikšanām, kuras tajos pašos apstākļos veicis viens analizētājs tam pašam paraugam, nedrīkst pārsniegt 0,15 gramus pelnvielu 100 gramos produkta.

Šis atkārtojamības intervāls jāsasniedz 95 % no visām precīzi veiktas metodes reizēm.

6. METODE

pH NOTEIKŠANA

1. DARBĪBAS JOMA UN MĒRĶIS

Ar šo metodi nosaka pH:

— kazeinātiem.

2. DEFINĪCIJA

pH kazeinātiem: kazeinātu ūdens šķīduma pH 20 °C temperatūrā, kas noteikta ar aprakstīto metodi.

3. PRINCIPS

Elektrometriska pH noteikšana kazeināta ūdens šķīdumam, izmantojot pH-metru.

4. REAĢENTI

Metodes procedūrai (6.) vai reaģentu sagatavošanai izmantotajam ūdenim jābūt svaigi destilētam ūdenim, kas pasargāts no oglekļa dioksīda absorbcijas.

4.1. **Bufersšķīdumi**, pH-metra kalibrēšanai (5.2.)

Divi standarta bufersšķīdumi ar pH vērtībām, kas ir zināmas līdz otrajai decimālzīmei 20 °C temperatūrā un pielīdzināsies testējamā parauga pH vērtībai, piemēram, ftalāta bufersšķīdums ar pH aptuveni 4 un bora bufersšķīdums ar pH aptuveni 9.

5. APARATŪRA

5.1. **Svari**, precizitāte 0,1 grams.

5.2. **pH-metrs**, minimālā jutība 0,05 pH vienības ar piemēroti kalibrētu elektrodu, piemēram, stikla elektrodu un kalomela vai citu norādītu elektrodu.

5.3. **Termometrs**, precizitāte 0,5 °C.

5.4. **Koniskā kolba**, 100 ml tilpuma, apgādāta ar slīpētu stikla aizbāzni.

5.5. **Mērglāze**, 50 ml tilpuma.

5.6. **Mikseris**.

5.7. **Mērglāze**, vismaz 250 ml tilpuma, mikserim (5.6).

6. PROCEDŪRA

6.1. **Testa parauga sagatavošana**

Kā aprakstīts Vispārīgo noteikumu 1.2. iedaļā.

6.2. Noteikšana**6.2.1. pH-metra kalibrēšana**

Buferšķīdumu (4.1.) temperatūru noregulē līdz 20 °C, un pH-metru kalibrē saskaņā ar ražotāja instrukcijām.

PIEZĪMES

1. Kalibrēšana jāveic, kamēr kolbas nostāvas 20 minūtes (skatīt 6.2.2.).

2. Ja testē paraugu sērijas, ar vienu vai vairākiem standarta buferšķīdumiem pārbauda pH-metra kalibrēšanu vismaz katrās 30 minūtēs.

6.2.2. Testa šķīduma sagatavošana

Mērglāzē (5.7.) ielej 95 ml ūdens, pievieno 5,0 gramus testa parauga (6.1.), un maisa, izmantojot mikseri (5.6.) 30 sekundes.

Ļauj nostāvēties 20 minūtes aptuveni 20 °C temperatūrā, pārsedzot ar pulkstenstiklu.

6.2.3. pH mērīšana

6.2.3.1. Aptuveni 20 ml šķīduma ielej mērglāzē (5.5.) un nekavējoties nosaka šī šķīduma pH, izmantojot pH-metru (5.2.), pēc uzmanīgas stikla elektroda noskalošanas ar ūdeni.

6.2.3.2. Mēra pH.

7. REZULTĀTU IZTEIKŠANA**7.1. pH reģistrēšana**

No pH-metra skalas nolasīto vērtību, vismaz līdz divām decimālzīmēm, pieraksta kā kazeināta ūdens šķīduma pH.

7.2. Atkārtojamība

Rezultātu atšķirība starp divām vienlaicīgām vai ātri viena otrai sekojošām noteikšanām, kuras tajos pašos apstākļos veicis viens analizētājs tam pašam paraugam, nedrīkst pārsniegt 0,05 pH vienības.

Šis atkārtojamības intervāls jāsasniedz 95 % no visām precīzi veiktas metodes reizēm.
