

Šis dokuments ir izveidots vienīgi dokumentācijas nolūkos, un iestādes neuzņemas nekādu atbildību par tā saturu

► **B**

KOMISIJAS OTRĀ DIREKTĪVA

(1971. gada 18. novembris),

ar ko nosaka Kopienas analīžu metodes barības oficiālajai kontrolei

(71/393/EEK)

(OV L 279 , 20.12.1971, lpp. 7)

Grozīta ar:

Oficiālais Vēstnesis

	Nr.	Lappuse	Datums
► <u>M1</u> Komisijas direktīva (1972. gada 5. decembris),	L 83	35	30.3.1973
► <u>M2</u> Komisijas Direktīva (1981. gada 30. jūlijs),	L 246	32	29.8.1981
► <u>M3</u> Komisijas direktīva (1983. gada 20. decembris),	L 15	28	18.1.1984
► <u>M4</u> Komisijas Direktīva 98/64/EK (1998. gada 3. septembris)	L 257	14	19.9.1998

▼ **B****KOMISIJAS OTRĀ DIREKTĪVA****(1971. gada 18. novembris),****ar ko nosaka Kopienas analīžu metodes barības oficiālajai kontrolei****(71/393/EEK)**

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

ņemot vērā Padomes 1970. gada 20. jūlija Direktīvu ⁽¹⁾ par paraugu ņemšanas un analīžu Kopienas metožu ieviešanu barības oficiālajai kontrolei un jo īpaši tās 2. pantu,

tā kā šī direktīva nosaka, ka barības oficiālā kontrole jāveic, izmantojot Kopienas paraugu ņemšanas un analīžu metodes, lai pārbaudītu atbilstību barības kvalitātes un sastāva prasībām, kas izriet no normatīvajiem un administratīvajiem aktiem;

tā kā Komisijas 1971. gada 15. jūnija Direktīva Nr. 71/250/EEK ⁽²⁾ jau ir noteikusi vairākas Kopienas analīžu metodes; tā kā, ņemot vērā sasniegumus kopš tā laika, ir ieteicams pieņemt otru metožu kopumu;

tā kā šajā direktīvā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Barības pastāvīgās komitejas atzinumu,

IR PIEŅĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

1. pants

Dalībvalstis pieprasa, lai barības oficiālās kontroles analīzes attiecībā uz mitruma saturu, gaistošajām slāpekļa bāzēm, kopējo fosfora daudzumu un kopeļļām un koptaukiem tiktu veiktas saskaņā ar šīs direktīvas pielikumā aprakstītajām metodēm.

▼ **M2**▼ **B***2. pants*

Dalībvalstīs ne vēlāk kā līdz 1973. gada 1. janvārim stājas spēkā normatīvi un administratīvi akti, kas vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības. Dalībvalstis par to tūlīt informē Komisiju.

3. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

⁽¹⁾ OV L 170, 3.8.1970., 2. lpp.

⁽²⁾ OV L 155, 12.7.1971., 13. lpp.



PIELIKUMS

I. MITRUMA NOTEIKŠANA

1. Mērķis un darbības joma

Šī metode ļauj noteikt mitruma saturu barībā. ►**M1** Tā neiekļauj piena produktu analīzes kā vienkāršas barības analīzes, minerālvielu un maisījumu, ko veido pamatā no minerālvielām, analīzes, to dzīvnieku un augu tauku un eļļas analīzes vai eļļas augu un eļļas augu augļu analīzes, kuri definēti Padomes 1966. gada 22. septembra Regulā Nr. 136/66/EEK par eļļas un tauku tirgus kopīgās organizācijas izveidi. ◀

Eļļas sēklu un eļļas augļu mitruma satura noteikšana ir aprakstīta III pielikumā Komisijas 1968. gada 23. septembra Regulai (EEK) Nr. 1470/682 par paraugu ņemšanu un reducēšanu un eļļas satura, piemaisījumu un mitruma satura noteikšanu eļļas sēklās ⁽¹⁾.

2. Princips

Paraugu kaltē norādītajos apstākļos, ko maina atkarībā no barības rakstura. Masas zudumus nosaka sverot. Ja analizē cietu barību, kurai ir augsts mitruma saturs, jāveic sākotnējā kaltēšana.

3. Iekārta

- 3.1. Rupja maluma dzirnaviņas no materiāla, kas neabsorbē mitrumu un ir viegli tīrāms, ļauj veikt ātru, vienmērīgu sasmalcināšanu, neradot būtisku sakaršanu, un, cik iespējams, novērš saskari ar apkārtējo gaisu, un atbilst 4.1.1. un 4.1.2. punktā minētajām prasībām (piemēram, āmurdzirnaviņas vai āmurdzirnaviņas ar ūdens dzesēšanu, saliekamās konusveida dzirnaviņas, palēninātu apgriezīgu vai zobratu rupja maluma dzirnaviņas).
- 3.2. Analītiskie svāri ar precizitāti līdz 0,5 mg.
- 3.3. Sausi trauki no nerūsējoša metāla vai stikla ar vākiem, kas nodrošina hermētisku noslēgšanu; darba virsma, kas ļauj izklāt analīzes paraugu aptuveni 0,3 g/cm² slānī.
- 3.4. Elektriskā izotermiskā krāsns (± 1 °C), kas tiek pienācīgi ventilēta un nodrošina ātru temperatūras regulēšanu ⁽²⁾.
- 3.5. Regulējama elektriskā vakuumkrāsns, kas aprīkota ar eļļas sūkni un mehānismu karsta, sausa gaisa ievadīšanai vai ar vielu, kas uzsūc mitrumu (piemēram, kalcija oksīds).
- 3.6. Eksikators ar biezu, perforētu metāla vai porcelāna plāksni, kurā ir viela, kas efektīvi uzsūc mitrumu.

4. Darba gaita

Piezīme: Šajā iedaļā aprakstītās operācijas ir jāveic tūlīt pēc paraugu iepakojuma atvēršanas. Analīzes jāatkārto vismaz divas reizes.

4.1. Sagatavošana

4.1.1. Barība, izņemot to, kas minēta 4.1.2. un 4.1.3. punktā

Ņem vismaz 50 g parauga. Pēc vajadzības sasmalcina vai sadala tā, lai izvairītos no mitruma satura izmaiņām (skatīt 6. punktu).

⁽¹⁾ OV L 239, 28.9.1968., 2. lpp.

⁽²⁾ Lai kaltētu graudaugus, miltus, putraimus un rupja maluma miltus, krāsns siltumspējai jābūt tādai, lai pēc tam, kad to noregulē uz 131 °C un vienlaicīgi kaltēšanai ievieto maksimālu skaitu analizējamo paraugu, tā atjauno šo temperatūru ātrāk par 45 minūtēm. Ventilācijai jābūt tādai, lai tad, kad tajā divas stundas ir kaltējušies tik daudzi mīksto kviešu paraugi, cik tajā var ietilpt, šo rezultātu atšķirība no rezultātiem, ko iegūst pēc četrus stundu kaltēšanas, būtu mazāka par 0,15 %.

▼B

4.1.2. *Graudaugi un putraimi*

Ņem vismaz 50 g parauga. Samal daļiņās, no kurām vismaz 50 % izsijājas caur sietu ar 0,5 mm acīm, un atlikums sietā ar 1 mm apaļu acojumu nepārsniedz 10 %.

4.1.3. *Barība šķidrā vai pastas formā un barība, kas galvenokārt sastāv no eļļām un taukiem*

Ņem aptuveni 25 g parauga, nosver ar precizitāti līdz 10 mg, pievieno atbilstīgu daudzumu bezūdens smilts, kas nosvēta ar precizitāti līdz 10 mg, un maisa, kamēr iegūst viendabīgu produktu.

4.2. *Kaltēšana*4.2.1. *Barība, izņemot to, kas minēta 4.2.2. un 4.2.3. punktā*

Nosver trauku (3.3. punkts) ar vāku ar precizitāti līdz 0,5 mg. Nosvērtajā traukā ar precizitāti līdz 1 mg iesver aptuveni 5 g parauga un izlīdzina. Trauku bez vāka ieliek krāsnī, kas iepriekš sakarsēta līdz 103 °C. Lai novērstu krāsns temperatūras pārmērīgu samazināšanos, trauku ievieto pēc iespējas ātrāk. Kaltē četras stundas, skaitot no brīža, kad krāsns temperatūra atkal sasniedz 103 °C. Traukam uzliek vāku, izņem to no krāsns, 30 līdz 45 minūtes atdzesē eksikatorā (3.6. punkts) un nosver ar precizitāti līdz 1 mg.

Barību, kas galvenokārt sastāv no eļļām un taukiem, kaltē krāsnī vēl papildu 30 minūtes 130 °C temperatūrā. Abu svēršanas rezultātu starpība nedrīkst pārsniegt 0,1 % mitruma.

4.2.2. *Graudaugi, milti, putraimi un rupja maluma milti*

Nosver trauku (3.3. punkts) ar vāku ar precizitāti līdz 0,5 mg. Nosvērtajā traukā ar precizitāti līdz 1 mg iesver aptuveni 5 g saberzta parauga un izlīdzina. Trauku bez vāka ieliek krāsnī, kas iepriekš sakarsēta līdz 130 °C. Lai novērstu krāsns temperatūras pārmērīgu samazināšanos, trauku ievieto pēc iespējas ātrāk. Kaltē divas stundas, skaitot no brīža, kad krāsns temperatūra atkal sasniedz 130 °C. Traukam uzliek vāku, izņem to no krāsns, 30 līdz 45 minūtes atdzesē eksikatorā (3.6. punkts) un nosver ar precizitāti līdz 1 mg.

4.2.3. *Kombinētā lopbarība, kas satur vairāk nekā 4 % saharozes vai laktozes: vienkārša barība, piemēram, ceratoniju augļi, hidrolizēti graudaugu produkti, iesalu saturoša barība, kaltēti biešu grauzījumi, zivju un cukura šķīstošie produkti; kombinētā lopbarība, kas satur vairāk nekā 25 % minerālsāļu, ieskaitot kristalizācijas ūdeni*

Nosver trauku (3.3. punkts) ar vāku ar precizitāti līdz 0,5 mg. Nosvērtajā traukā ar precizitāti līdz 1 mg iesver aptuveni 5 g parauga un izlīdzina. Trauku bez vāka ieliek vakuuma krāsnī (3.5. punkts), kas iepriekš sakarsēta 80 °C līdz 85 °C temperatūrā. Lai novērstu krāsns temperatūras pārmērīgu samazināšanos, trauku ievieto pēc iespējas ātrāk.

Palielina spiedienu līdz 100 tor un zem šāda spiediena kaltē četras stundas – vai nu karsta, sausa gaisa plūsmā vai, izmantojot vielu, kas uzsūc mitrumu (aptuveni 300 g uz 20 paraugiem). Pēdējā gadījumā pēc paredzētā spiediena sasniegšanas vakuuma sūkni atvieno. Kaltēšanas laiku skaita no brīža, kad krāsns temperatūra atkal sasniedz 80 °C līdz 85 °C. Krāsnī uzmanīgi atjauno atmosfēras spiedienu. Krāsnī atver, traukam nekavējoties uzliek vāku, izņem trauku no krāsns, 30 līdz 45 minūtes atdzesē eksikatorā (3.6. punkts) un nosver ar precizitāti līdz 1 mg. Vēl 30 minūtes kaltē vakuuma krāsnī 80 °C līdz 85 °C temperatūrā un vēlreiz nosver. Abu svēršanas rezultātu starpība nedrīkst pārsniegt 0,1 % mitruma.

4.3. *Sākotnējā kaltēšana*4.3.1. *Barība, izņemot to, kas minēta 4.3.2. punktā*

Šādi sākotnēji kaltē cietu barību ar augstu mitruma saturu, ko grūti sasmalcināt:

▼B

50 g *nesasmalcināta parauga* (ja vajadzīgs, saspiestu vai aglomerētu barību var nedaudz sadalīt) ar precizitāti līdz 10 mg iesver piemērotā traukā (piemēram, 20 × 12 cm alumīnija plāksne ar 0,5 cm apmali). Kaltē krāsnī 60 °C līdz 70 °C temperatūrā, kamēr mitruma saturs ir samazinājies līdz 8 % - 12 %. Izņem no krāsns, bez vāka atdzesē vienu stundu laboratorijā un nosver ar precizitāti līdz 10 mg. Nekavējoties saberž, kā norādīts 4.1.1. punktā, un kaltē, kā norādīts 4.2.1. vai 4.2.3. punktā saskaņā ar barības raksturu.

4.3.2. *Graudaugi*

Šādi sākotnēji kaltē graudus, kuru mitruma saturs pārsniedz 17 %:

50 g nemaltu graudu ar precizitāti līdz 10 mg iesver piemērotā traukā (piemēram, 20 x 12 cm alumīnija plāksne ar 0,75 cm apmali). Kaltē krāsnī 5 līdz 7 minūtes pie 130 °C. Izņem no krāsns, bez vāka atdzesē laboratorijā divas stundas un nosver ar precizitāti līdz 10 mg. Nekavējoties samal, kā norādīts 4.1.2. punktā, un kaltē, kā norādīts 4.2.1. vai 4.2.2. punktā.

5. **Rezultātu aprēķināšana**

Mitruma saturu, izteiktu procentos no parauga, aprēķina, izmantojot šādas formulas.

5.1. *Kaltēšana bez sākotnējās kaltēšanas*

$$(E-m) \times \frac{100}{E}$$

kur:

E = analizējamā parauga sākotnējā masa gramos,

m = izkaltētā analizējamā parauga masa gramos.

5.2. *Kaltēšana ar sākotnēju kaltēšanu*

$$\left[\frac{(M'-m)M}{M'} + E-M \right] \times \frac{100}{E} = 100 \left(1 - \frac{Mm}{EM'} \right)$$

kur:

E = analizējamā parauga sākotnējā masa gramos,

M = analizējamā parauga masa gramos pēc sākotnējās kaltēšanas,

M' = analizējamā parauga masa gramos pēc sasmalcināšanas vai samalšanas,

m = izkaltētā analizējamā parauga masa gramos.

5.3. *Atkārtojamība*

Starpībai starp rezultātiem, kas iegūti divās paralēlās noteikšanas reizēs, kuras veiktas ar vienu paraugu, nebūtu jāpārsniedz 0,2 % mitruma.

6. **Novērojumi**

Ja sasmalcināšana ir vajadzīga un ja tās rezultātā mainās produkta mitruma saturs, barības sastāvdaļu analīzes rezultāti ir jākorrigē, pamatojoties uz parauga mitruma saturu tā sākotnējā stāvoklī.



II. GAISTOŠO SLĀPEKĻA BĀŽU NOTEIKŠANA

A. MIKRODIFŪZIJA

1. Mērķis un darbības joma

Šī metode ļauj barībā noteikt gaistošo slāpekļa bāžu saturu, izteiktu kā amonjaku.

2. Princips

Paraugu ekstrahē ar ūdeni un šķīdumu attīra un filtrē. Gaistošās slāpekļa bāzes atdala mikrodifūzijas ceļā, izmantojot kālija karbonāta šķīdumu, savāc borskābes šķīdumā un titrē ar sērskābi.

3. Reāģenti

- 3.1. 20 % (m/V) trihloretiķskābes šķīdums.
- 3.2. Indikators: 33 mg bromkrezolzaļā un 65 mg metilsarkanā izšķīdina 100 ml 95 % -96 % (V/V) etanola.
- 3.3. Borskābes šķīdums: 1 litra mērkolbā 200 ml 95 % -96 % (V/V) etanola un 700 ml ūdens izšķīdina 10 g borskābes (analīzes kvalitātes) Pievieno 10 ml indikatora (3.2. punkts). Sajauc un pēc vajadzības koriģē šķīduma krāsu līdz gaiši sarkanai, pievienojot nātrija hidroksīdu. 1 ml šā šķīduma koriģē līdz 300 g NH_3 .
- 3.4. Piesātināts kālija karbonāta šķīdums: 100 g kālija karbonāta (analīzes kvalitātes) izšķīdina 100 ml verdoša ūdens. Atdzesē un filtrē.
- 3.5. Sērskābe 0,02 N.

4. Iekārta

- 4.1. Mikseris (tumbleris): aptuveni 35 līdz 40 *r.p.m.*
- 4.2. Stikla vai plastmasas Konveja trauks (skatīt zīmējumu).
- 4.3. Mikrobiretes, sadalītas 1/100 ml iedaļās.

5. Darba gaita

Nosver 10 g parauga ar precizitāti līdz 1 mg un kopā ar 100 ml ūdens ielej 200 ml mērkolbā. Maisa tumblerī 30 minūtes. Pievieno 50 ml trihloretiķskābes šķīduma (3.1. punkts), papildina līdz tilpumam ar ūdeni, spēcīgi sakrata un izfiltrē caur kroku filtru.

Izmantojot pipeti, Konveja trauka centrā iepilina 1 ml borskābes šķīduma (3.3. punkts) un 1 ml parauga filtrāta – trauka ārējā lokā. Daļēji nosedz ar ieziestu vāku. 1 ml piesātināta kālija karbonāta šķīduma (3.4. punkts) ātri iepilina ārējā lokā un aizver vāku, hermētiski noslēdzot trauku. Trauku uzmanīgi griež, lai tas rotētu horizontālā plaknē un abi reaģenti sajauktos. Inkubācija turpinās vismaz četras stundas istabas temperatūrā vai vienu stundu - 40 °C temperatūrā.

Izmantojot mikrobireti (4.3. punkts), gaistošās bāzes titrē borskābes šķīdumā ar sērskābi 0,02 N (3.5. punkts).

Veic tukšo analīzi, izmantojot to pašu procedūru, bet bez analizējamā parauga.

6. Rezultātu aprēķināšana

1 ml H_2SO_4 0,02 N atbilst 0,34 mg amonjaka.

Rezultātu izsaka procentos no parauga.

Atkārtotjamība

Starpībai starp rezultātiem, kas iegūti divās paralēlās noteikšanas reizēs, kuras veiktas ar vienu paraugu, nebūtu jāpārsniedz:

relatīvais lielums 10 %, ja amonjaka saturs ir mazāks par 1,0 %;

absolūtais lielums 0,1 %, ja amonjaka saturs ir lielāks par 1,0 %;

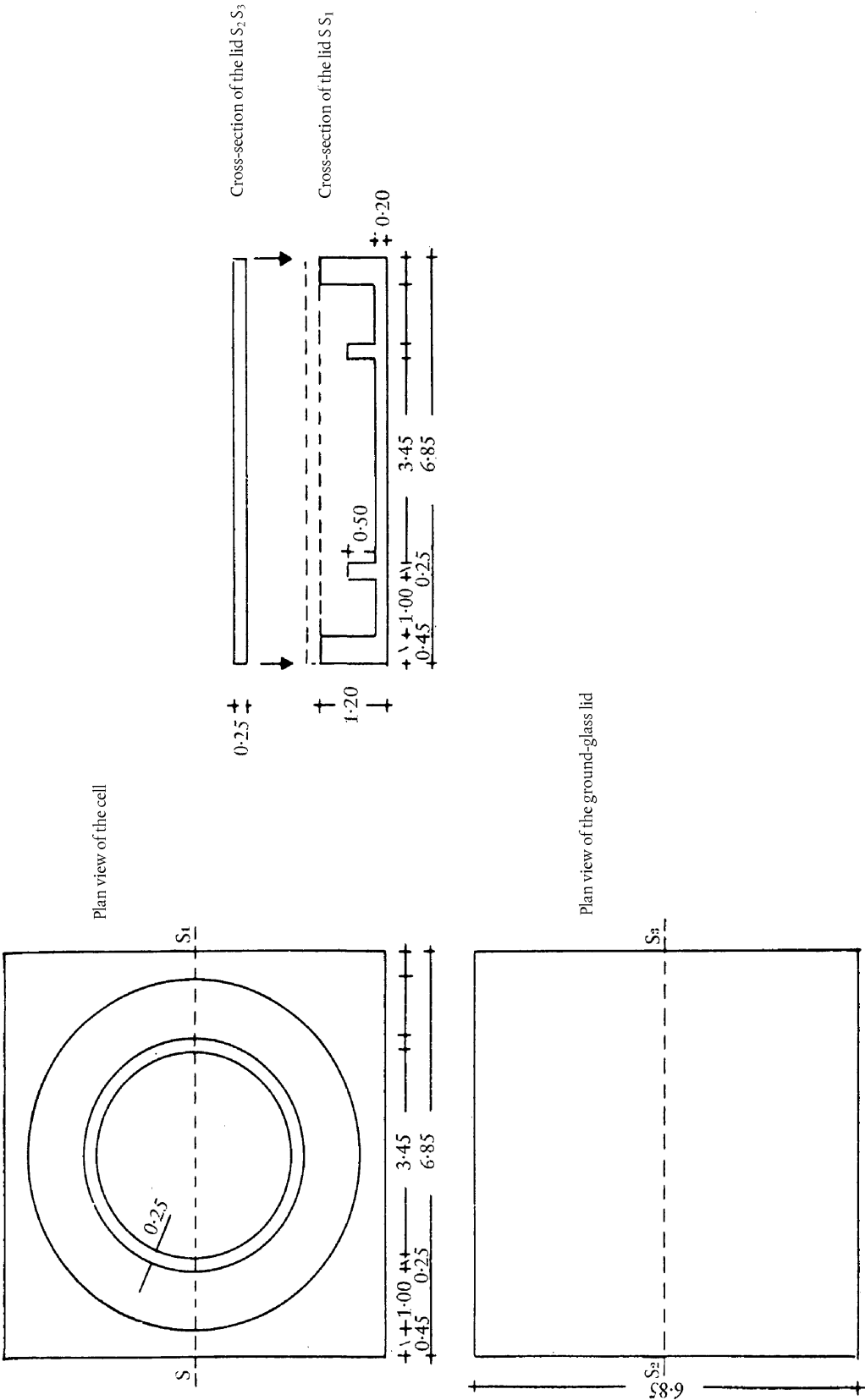
▼ **B**

7. **Novērojumi**

Ja amonjaka saturs paraugā pārsniedz 0,6 %, sākotnējo filtrātu atšķaida.

▼B

KONVEJA TRAUKS
Izmērs 1/1





B. DESTILĒŠANA

1. Mērķis un darbības joma

Šī metode ļauj zivju miltos, kas praktiski nesatur urīnvielu, noteikt gaistošo slāpekļa bāzu saturu, izteiktu kā amonjaku. To piemēro tikai tad, ja amonjaka saturs ir mazāks par 0,25 %.

2. Princips

Paraugu ekstrahē ar ūdeni, un šķīdumu attīra un filtrē. Gaistošās slāpekļa bāzes atdala viršanas temperatūrā, pievienojot magnija oksīdu, savāc konkrētā sērskābes daudzumā, kuras pārpalikumu attitrē ar nātrija hidroksīda šķīdumu.

3. Reaģenti

- 3.1. 20 % (m/V) trihloretikskābes šķīdums.
- 3.2. Magnija oksīds (analīzes kvalitātes).
- 3.3. Putu dzēšanas emulsija (piemēram, silīcijs).
- 3.4. Sērskābe 0,1 N.
- 3.5. Nātrija hidroksīda šķīdums 0,1 N.
- 3.6. 0,3 % (m/V) metilsarkanā šķīduma 95 % -96 % (V/V) etanolā.

4. Iekārta

- 4.1. Mikseris (tumbleris): aptuveni 35 līdz 40 *r.p.m.*
- 4.2. Kjeldāla tipa destilēšanas iekārta.

5. Darba gaita

Nosver 10 g parauga ar precizitāti līdz 1 mg un kopā ar 100 ml ūdens ielej 200 ml mērkolbā. Maisa tumblerī 30 minūtes. Pievieno 50 ml trihloretikskābes šķīduma (3.1. punkts), papildina līdz tilpumam ar ūdeni, spēcīgi sakrata un izfiltrē caur kroku filtru.

Ņem tīra filtrāta daudzumu, kāds ir piemērots prognozētajam gaistošo slāpekļa bāzu saturam (parasti der 100 ml). Atšķaida līdz 200 ml, pievieno 2 g magnija oksīda (3.2. punkts) un dažus putu dzēšanas emulsijas pilienus (3.3. punkts). Izmantojot lakmusa papīru, šķīdumam jāuzrāda sārmaina reakcija, pretējā gadījumā vēl pievieno magnija oksīdu (3.2. punkts). Aptuveni 150 ml šķīduma destilē Kjeldāla iekārtā un destilātu savāc Erlenmeijera kolbā, kurā ir precīzi nomērīts sērskābes 0,1 N (3.4. punkts) daudzums. Destilējot raugās, lai sienas nepārkarstu. Sērskābes šķīdumu vāra divas minūtes, atdzesē un sērskābes pārpalikumu attitrē ar nātrija hidroksīda šķīdumu 0,1 N (3.5. punkts) metilsarkanā indikatora (3.6. punkts) klātbūtnē.

Veic *tukšo analīzi*, izmantojot to pašu procedūru, bet bez analizējamā parauga.

6. Rezultātu aprēķināšana

1 ml H₂SO₄ 0,1 N atbilst 1,7 mg amonjaka.

Rezultātu izsaka procentos no parauga.

Atkārtotamība

Starpībai starp rezultātiem, kas iegūti divās paralēlās noteikšanas reizēs, kuras veiktas ar vienu paraugu, nebūtu jāpārsniedz 10 % no amonjaka relatīvā lieluma.



III. KOPĒJĀ FOSFORA DAUDZUMA NOTEIKŠANA

FOTOMETRISKĀ METODE

1. Mērķis un darbības joma

Šī metode ļauj noteikt kopējo fosfora saturu barībā. Tā ir jo īpaši piemērota tādu produktu analīzei, kuros ir zems fosfora daudzums. Dažos gadījumos (ja produktā ir daudz fosfora) var izmantot gravimetrisko metodi.

2. Princips

Paraugu mineralizē, izmantojot vai nu sauso dedzināšanu (organiskās barības gadījumā) vai skābes hidrolīzi (kombinēto minerālu un šķidrās barības gadījumā), un ieliek skābes šķīdumā. Šķīdumu apstrādā ar molibdovanadāta reaģentu. Šādi iegūtā dzeltenā šķīduma optisko blīvumu mēra spektrofotometrā pie 430 nm.

3. Reaģenti

- 3.1. Kalcija karbonāts (analīzes kvalitātes).
- 3.2. Sālsskābe (analīzes kvalitātes), *d 1,1 (aptuveni 6 N)*.
- 3.3. Slāpekļskābe (analīzes kvalitātes), *d 1,045*.
- 3.4. Slāpekļskābe (analīzes kvalitātes), *d 1,38 līdz 1,42*.
- 3.5. Sērskābe (analīzes kvalitātes), *d 1,84*.
- 3.6. Molibdovanadāta reaģents: 200 ml amonija heptomolibdāta šķīduma (3.6.1. punkts), 200 ml amonija monovanadāta šķīduma (3.6.2. punkts) un 134 ml slāpekļskābes (3.4. punkts) sajauc 1 litra mērkolbā. Uzpilda ar ūdeni līdz tilpumam.
 - 3.6.1. Amonija heptomolibdāta šķīdums: karstā ūdenī izšķīdina 100 g amonija heptomolibdāta (analīzes kvalitātes)
 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Pievieno 10 ml amonjaka (*d*: 0,91) un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.
 - 3.6.2. Amonija monovanadāta šķīdums: karstā ūdenī izšķīdina 2,35 g amonija monovanadāta (analīzes kvalitātes) NH_4VO_3 . Pastāvīgi maisot, lēnām pievieno 20 ml atšķaidītas slāpekļskābes (7 ml HNO_3 (3.4) + 13 ml H_2O) un papildina līdz 1 litram ar ūdeni.
- 3.7. 1 mg fosfora standarta šķīdums uz 1 ml: ūdenī izšķīdina 4,387 g kālija dihidrogēna fosfāta (analīzes kvalitātes) KH_2PO_4 . Uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

4. Iekārta

- 4.1. Silīcija vai porcelāna tīģeļi.
- 4.2. Elektriskā mufelkrāsns, kuras termostats noregulēts uz 550 °C.
- 4.3. 250 ml Kjeldāla kolba.
- 4.4. Mērkolbas un precīzijas pipetes.
- 4.5. Spektrofotometrs.
- 4.6. Pārbaudes caurulītes ar 16 mm diametru un aizbāžņiem ar iedaļām līdz 14,5 mm diametram; tilpums: 25 līdz 30 ml.

5. Darba gaita

5.1. Šķīduma sagatavošana

Saskaņā ar parauga raksturu sagatavo šķīdumu, kā norādīts 5.1.1. vai 5.1.2. punktā.

▼B

5.1.1. *Parastā darba gaita*

1 g parauga vai vairāk nosver ar precizitāti līdz 1 mg. Analizējamo paraugu ieliek Kjeldāla kolbā, pievieno 20 ml sērskābes (3.5. punkts), sakrata, lai vielu pilnībā piesūcinātu ar skābi un neļautu tai pielipt pie kolbas sienām, uzkarsē un uztur viršanas temperatūru 10 minūtes. Nedaudz atdzesē, pievieno 2 ml slāpekļskābes (3.4. punkts), lēnām uzkarsē, nedaudz atdzesē, pievieno vēl nedaudz slāpekļskābes (3.4. punkts) un atjauno viršanas temperatūru. Procedūru atkārto, kamēr iegūst bezkrāsainu šķīdumu. Atdzesē, pievieno mazliet ūdens, pārlej šķidrumu 500 ml mērkolbā, izskalojot Kjeldāla kolbu ar karstu ūdeni. Atdzesē, uzpilda ar ūdeni līdz tilpumam, homogenizē un filtrē.

5.1.2. *Paraugi, kas satur organiskās vielas un kuros nav kalcija un magnija dihidrogēna fosfātu*

Silīcija vai porcelāna tīģelī iesver aptuveni 275 g parauga ar precizitāti līdz 1 mg. Analizējamo paraugu maisa, līdz tas pilnībā sajaucas ar 1 g kalcija karbonāta (3.1. punkts). Karsē krāsnī pie $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, kamēr iegūst pelēkus pelnus (nelielam kokogļu daudzumam nav nozīmes). Pelnus ieliek 250 ml vārglāzē. Pievieno 20 ml ūdens un sālsskābi (3.2. punkts), kamēr beidzas putošana. Pievieno vēl 10 ml sālsskābes (3.2. punkts). Vārglāzi ieliek smilšu vanniņā un tvaicē, kamēr sausa, lai padarītu silīciju nešķīstošu. Atlikumus atkārtoti šķīdina 10 ml slāpekļskābes (3.3. punkts) un 5 minūtes vāra smilšu vanniņā netvaicējot – kamēr sauss. Šķidrumu pārlej 500 ml mērkolbā, izskalojot vārglāzi vairākas reizes ar karstu ūdeni. Atdzesē, uzpilda ar ūdeni līdz tilpumam, homogenizē un filtrē.

5.2. *Nokrāsas iegūšana un optiskā blīvuma mērīšana*

Saskaņā ar 5.1.1. vai 5.1.2. punktu iegūtā filtrāta alikvota daļu atšķaida, lai dabūtu fosfora koncentrāciju, kas nepārsniedz 40 g/ml. 10 ml šā šķīduma ielej pārbaudes caurulītē (4.6. punkts) un pievieno 10 ml molibdovanadāta reaģenta (3.6. punkts). Homogenizē un atstāj 20 °C temperatūrā vismaz uz 10 minūtēm. Spektrofotometrā pie 430 nm izmēra optisko blīvumu pret šķīdumu, ko iegūst, pievienojot 10 ml molibdovanadāta reaģenta (3.6. punkts) 10 ml ūdens.

5.3. *Kalibrācijas līkne*

No standarta šķīduma (3.7. punkts) sagatavo šķīdumus, kas satur attiecīgi 5, 10, 20, 30 un 40 g fosfora uz 1 ml. Ņem 10 ml no katra no šiem šķīdumiem un pievieno 10 ml molibdovanadāta reaģenta (3.6. punkts). Homogenizē un atstāj 20 °C temperatūrā vismaz uz 10 minūtēm. Optisko blīvumu izmēra tā, kā teikts 5.2. punktā.

Veido kalibrācijas līkni, atzīmējot optiskos blīvumus un atbilstīgos fosfora daudzumus. Ja koncentrācija ir 0 līdz 40 g/ml apmērā, līkne būs lineāra.

6. **Rezultātu aprēķināšana**

Nosaka fosfora daudzumu analizējamajā paraugā, izmantojot kalibrācijas līkni.

Rezultātu izsaka procentos no parauga.

Atkārtotamība

Starpībai starp rezultātiem, kas iegūti divās paralēlās noteikšanas reizēs, kuras veiktas ar vienu paraugu, nebūtu jāpārsniedz:

relatīvais lielums 3 %, ja fosfora saturs ir mazāks par 5 %;

absolūtais lielums 0,15 %, ja fosfora saturs ir 5 % vai lielāks.

▼ **M4****IV. KOPEĻĻU UN KOPTAUKU NOTEIKŠANA****1. Mērķis un piemērošanas joma**

Šī metode ir paredzēta kopeļļu un koptauku noteikšanai dzīvnieku barībā. Tā neattiecas uz Padomes 1966. gada 22. septembra Regulā 136/66/EEK minēto eļļasaugu sēklu un eļļu saturošu augļu analīzēm.

Kādu no turpmāk aprakstītajām divām procedūrām izvēlas atkarībā no barības īpašībām un sastāva, kā arī nolūka, kādam veic analīzi.

1.1. A procedūra – tieši ekstrahējamas kopeļļas un koptauki

Šī metode izmantojama augu valsts izcelsmes barības analīzēm, izņemot tos barības veidus, kas iekļauti B procedūras izmantošanas jomā.

1.2. B procedūra – kopējais kopeļļu un koptauku saturs

Šī metode izmantojama dzīvnieku valsts izcelsmes barības vielu analīzēm un visu veidu kombinētās barības analīzēm. Tā jāizmanto visiem materiāliem, no kuriem eļļas un taukus bez iepriekšējas hidrolīzes pilnīgi ekstrahēt nevar (piemēram, glutēniem, rauga, kartupeļu proteīniem un produktiem, kas pārstrādāti ar ekstrūzijas paņēmieni, pārslojot vai karsējot).

1.3. Rezultātu interpretācija

Visos gadījumos, kad pēc B procedūras iegūst augstāku rezultātu nekā pēc A procedūras, par patieso vērtību uzskata pēc B procedūras iegūto rezultātu.

2. Princips**2.1. A procedūra**

Paraugu ekstrahē ar petrolēteri. Pēc šķīdinātāja atdestilēšanas atlikumu izžāvē un nosver.

2.2. B procedūra

Paraugu, apstrādā ar siltu hlorūdeņražskābi. Maisījumu atdzesē un filtrē. Atlikumu skalo, žāvē un veic noteikšanu pēc A procedūras.

3. Reaģenti

- 3.1. Petrolēteris, viršanas temperatūra: 40 līdz 60 °C. Tā broma skaitlim jābūt mazākam par 1 un negaistošajam atlikumam mazākam par 2 mg/100 ml.
- 3.2. Bezūdens nātrija sulfāts.
- 3.3. Sālsskābe, c = 3 mol/l
- 3.4. Filtrēšanas materiāls, piemēram, kīzelgūrs vai *Hyflo-supercel*.

4. Iekārta

- 4.1. Ekstrakcijas aparāti. Ekstraktoros ar sifonu (Soksleta aparāts) atceces ātrumam būtu jānodrošina aptuveni 10 ekstrakcijas cikli stundā; ekstraktoros bez sifona vēlāmais atceces ātrums ir apmēram 10 ml minūtē.
- 4.2. Ekstrakcijas kapsulas, kas attīrītas no petrolēterī šķīstošām vielām un kuru porozitāte atbilst 4.1. punktā noteiktajām prasībām.
- 4.3. Uz darba temperatūru 75 °C ± 3 °C ieregulēts vakuumbāvēšanas skapis vai uz 100 °C ± 3 °C ieregulēts parastais žāvēšanas skapis.

▼ **M4****5. Procedūra****5.1. A procedūra (sk. 8.1. punktu)**

Ar precizitāti līdz 1 mg iesver 5 g parauga, ko pārnes ekstrakcijas kapsulā (4.2.) un pārklāj ar attaukotas kokvilnas vates tamponu.

Kapsulu ievieto ekstraktorā (4.1.) un sešas stundas veic ekstrakciju ar petrolēteri (3.1.). Petrolētera ekstraktu savāc sausā, nosvērtā kolbā, kurā ievietoti pumeka gabaliņi ⁽¹⁾.

Atdestilē šķīdinātāju. Neiztvaikojušo atlikumu izzāvē, kolbu uz pusotru stundu ievietojot žāvēšanas skapī (4.3.). Kolbu atdzesē eksikatorā un nosver. Atkārtoti žāvē 30 minūtes, līdz eļļu un tauku masa nemainās (divos secīgi veiktos svērumos masas zudumam jābūt mazākam par 1 mg.).

5.2. B procedūra

Ar precizitāti līdz 1 mg (sk. 8.2. punktu) iesver 2,5 g parauga, ko ievieto 400 ml tilpuma vārglāzē vai 300 ml tilpuma koniskajā kolbā, pievieno 100 mililitrus sālsskābes (3.3.) un pumeka gabaliņus. Vārglāzi nosedz ar pulksteņstiklu vai koniskajai kolbai pievieno atteces dzesinātāju. Maisījumu uzkarsē līdz viršanas temperatūrai un vienu stundu lēni vāra uz nelielas gāzes degļa liesmas vai elektriskās plītiņas. Neļauj produktam pielipt pie trauka sienām.

Atdzesē un pievieno tādu daudzumu filtrēšanas materiāla (3.4.), kas ir pietiekams, lai novērstu eļļu un tauku zudumus filtrēšanas laikā. Filtrē caur samitrinātu, attaukotu, dubultu filtrpapīru. Atlikumu mazgā aukstā ūdenī līdz filtrāta neitrālai reakcijai. Pārbauda, vai filtrātā nav eļļu vai tauku. Ja filtrātā ir taukvielas, paraugs pirms hidrolīzes jāekstraģē ar petrolēteri pēc A procedūras.

Dubultu filtrpapīru ar atlikumu pēc filtrēšanas novieto uz pulksteņstikla un pusotru stundu žāvē 100 °C ± 3 °C temperatūrā žāvēšanas skapī (4.3.).

Divkārtīgo filtrpapīru ar izzāvēto atlikumu pēc filtrēšanas ievieto ekstrakcijas kapsulā (4.2.) un pārklāj ar attaukotas vates tamponu. Kapsulu ievieto ekstraktorā (4.1.) un rīkojas, kā noteikts 5.1. punkta otrajā un trešajā daļā.

6. Rezultātu izteikšana

Atlikuma masu izsaka procentos no parauga masas.

7. Atkārtojamība

No viena parauga viena analītiķa divās paralēlās noteikšanās iegūto rezultātu atšķirība nedrīkst pārsniegt:

- 0,2 % pēc absolūtā lieluma, ja taukvielu saturs ir mazāks par 5 %,
- 4 % no lielākā rezultāta skaitliskās vērtības, ja taukvielu saturs ir no 5 līdz 10 %,
- 0,4 % pēc absolūtā lieluma, ja taukvielu saturs ir lielāks par 10 %.

8. Piezīmes

8.1. Produktiem ar augstu eļļas un tauku saturu, kas ir grūti sasmalcināmi vai no kā nevar sagatavot viendabīgu samazinātu testa paraugu, to nosaka šādi.

Ar precizitāti līdz 1 mg iesver 20 g parauga un to sajauc ar 10 g vai vairāk bezūdens nātrija sulfāta (3.2.). Ekstraģē ar petrolēteri (3.1.), kā noteikts 5.1. punktā. Iegūto ekstraktu atšķaida līdz 500 ml tilpumam ar petrolēteri (3.1.) un homogenizē. Ņem 50 ml šķīduma, ko pārnes nelielā, sausā, nosvērtā kolbā, kurā ir pumeka gabaliņi ⁽²⁾. Atdestilē šķīdinātāju, izzāvē un rīkojas, kā noteikts 5.1. punkta pēdējā daļā.

⁽¹⁾ Ja eļļai vai taukiem jāizdara turpmākas kvalitātes pārbaudes, pumeka gabaliņu vietā lieto stikla lodītes.

⁽²⁾ Ja eļļai vai taukiem jāizdara turpmākas kvalitātes pārbaudes, pumeka gabaliņu vietā lieto stikla lodītes.

▼ **M4**

Izdala šķīdinātāju no kapsulā palikušajiem ekstrakcijas atlikumiem, ko sasmalcina līdz 1 mm un pēc tam ievieto atpakaļ ekstrakcijas uzgalī (nepievieno nātrija sulfātu), un rīkojas, kā noteikts 5.1. punkta otrajā un trešajā daļā.

Eļļu un tauku saturu procentos no parauga masas aprēķina pēc šādas formulas:

$$(10 a + b) \times 5$$

kur

a = ekstrakcijas atlikuma masa gramos pēc pirmās ekstrakcijas (ekstrakta alikvota daļa),

b = atlikuma masa gramos pēc otrās ekstrakcijas.

- 8.2. Produktiem ar zemu eļļu un tauku saturu analizējamo paraugu var palielināt līdz 5 g.
- 8.3. Barība lolojumdzīvniekiem ar paaugstinātu ūdens saturu, tāpat kā pēc B procedūras, pirms hidrolīzes un ekstrakcijas var būt jāsajauc ar bezūdens nātrija sulfātu.
- 8.4. Efektīvāk 5.2. punktā atlikumu pēc filtrēšanas var būt mazgāt nevis ar aukstu, bet karstu ūdeni.
- 8.5. Dažiem barības veidiem var būt vajadzīgs 1,5 stundu ilgs žāvēšanas laiks. Nedrīkst pārkaltēt, jo tādējādi var iegūt pazeminātus rezultātus. Žāvēšanai var izmantot arī mikroviļņu krāsni.
- 8.6. Iepriekšēju ekstrakciju pirms hidrolīzes pēc A procedūras un atkārtotu ekstrakciju pēc B procedūras ieteicams veikt gadījumos, kad kopējo vai kopējo tauku saturs ir lielāks par 15 %. Daļēji tas atkarīgs arī no barības īpašībām, kā arī barības sastāvā esošo taukvielu īpašībām.