31971L0250

12.7.1971. *EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS* L 155/13

KOMISIJAS PIRMĀ DIREKTĪVA

(1971. gada 15. jūnijs),

ar ko nosaka Kopienas analīžu metodes barības oficiālajai kontrolei

(71/250/EEK)

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

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

tā kā minētajā direktīvā prasīts veikt oficiālu barības kontroli, izmantojot Kopienas paraugu ņemšanas un analīžu metodes, lai pārbaudītu atbilstību prasībām, kas normatīvo un administratīvo aktu noteikumos paredzētas attiecībā uz barības kvalitāti un sastāvu;

tā kā iespējami īsā laikā būtu jānosaka visas vajadzīgās analīžu metodes; tā kā šā procesa pirmajā posmā nosaka metodes zilskābes, kalcija, karbonātu, koppelnu, HCl nešķīstošo pelnu, hlorīdu hlora, sinepju eļļas, laktozes, kālija, nātrija, cukuru, teobromīna un urīnvielas noteikšanai, kā arī lupīnas alkaloīdu noteikšanai un sojas produktu ureāzes aktivitātes novērtēšanai;

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

IR PIEŅĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

1. pants

Dalībvalstis nosaka, ka barības oficiālajai kontrolei analīzes attiecībā uz zilskābes, kalcija, karbonātu, koppelnu, HCl nešķīstošo pelnu, hlorīdu hlora, sinepju eļļas, laktozes, kālija, nātrija, cukuru, teobromīna un urīnvielas līmeni, lupīnas alkaloīdu saturu un sojas produktu ureāzes aktivitātes noteikšanu veic, izmantojot metodes, kas noteiktas šīs direktīvas pielikumā.

2. pants

Dalībvalstīs ne vēlāk kā līdz 1972. gada 1. jūlijam stājas spēkā normatīvi un administratīvi akti, kas vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības. Par to dalībvalstis tūlīt informē Komisiju.

3. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

Briselē, 1971. gada 15. jūnijā

Komisijas vārdā —
priekšsēdētājs
Franco M. MALFATTI

([1]) OV L 170, 3.8.1970., 2. lpp.

PIELIKUMS

BARĪBAS KOMPONENTU ANALĪŽU METODES

1. IEVADS

Barības komponentu analīžu metodes izmantojamas attiecībā uz visiem vienkāršās un kombinētās barības veidiem. Tomēr dažiem barības veidiem sastāva īpatnību dēļ jāizmanto īpašas analīžu metodes. Šie gadījumi attiecīgo metožu aprakstos norādīti nodaļā "piezīmes".

Ja kādu barības komponentu var noteikt pēc vairākām metodēm, izņemot īpaši noteiktus gadījumus, metodi izvēlas attiecīgā testēšanas laboratorija; lietotā metode jānorāda testa ziņojumā.

Parauga sagatavošana analīzēm

Ķīmiskās analīzes noteikti jāveic homogenizētam paraugam. Taču jābūt iespējai veikt dažas mikroskopiskas un makroskopiskas analīzes un mitruma noteikšanu paraugiem tādā stāvoklī, kādā tie nonāk laboratorijā. *Šo prasību ievērošanai paraugu sadala divās daļās. Vienu daļu atstāj neizmanītā veidā, bet otru sagatavo ķīmiskajām analīzēm.*

Paraugu sadala ar mehānisku ierīci vai ar rokām pēc tam, kad tas viss rūpīgi sajaukts uz tīras, sausas virsmas. Tādā gadījumā ieteicams izmantot diagonāļu metodi, pēc kuras paraugu sadala, secīgi ņemot tā daļas no divām pretējām pusēm. Visbeidzot, analīzēm ņem parauga daļu ar masu apmēram 100 g un, ja vajadzīgs, sasmalcina tā, lai viss paraugs izietu caur sietu, kura acu lielums ir 1 mm. Paraugu nekavējoties pārnes sausā konteinerā ar cieši piegulošu vāku un to noslēdz.

Ļoti mitrus paraugus iepriekš apžāvē, samazinot to mitruma saturu līdz 8 - 12 %. Šim nolūkam paraugus vajadzīgo laiku žāvē piemērotā temperatūrā.

Reaģenti un aparatūra

Analīžu metožu aprakstos norādīti tikai speciāli instrumenti vai aparatūra, kam jāatbilst īpašām prasībām. Netiek uzskatīts par vajadzīgu norādīt visu aparatūru vai instrumentus, kas pieder pie testēšanas laboratoriju standartaprīkojuma.

Bez tam, visos gadījumos, kad minēts ūdens atšķaidīšanai vai mazgāšanai, ar to jāsaprot destilēts ūdens. *Tāpat arī tad, kad minēts reaģenta šķīdums bez kādām citām norādēm, tas nozīmē šķīdumu destilētā ūdenī.*

Rezultātu izteikšana

Testa ziņojumā norādītais rezultāts ir vidējais lielums, kas iegūts vismaz divos testa atkārtojumos. Ievērojot īpašus noteikumus, tos izsaka procentos no sākotnējā parauga masas, kāda tā bija, nonākot laboratorijā. Rezultātā nedrīkst norādīt vairāk būtisku ciparu, nekā to atļauj analīžu metodes precizitāte.

2. ZILSKĀBES NOTEIKŠANA

1. Mērķis un darbības joma

Šī metode ļauj noteikt brīvo zilskābi un glikozīdu sastāvā saistīto zilskābi barībā, jo īpaši produktos, ko iegūst no linsēklām, maniokas miltiem un dažām pākšaugu sugām.

2. Princips

Paraugu suspendē ūdenī. Zilskābi izdala fermentatīvā reakcijā, atdestilē ar tvaiku un uztver noteiktā tilpumā paskābināta sudraba nitrāta šķīduma. Sudraba cianīdu atdala filtrējot, un sudraba nitrāta pārākumu titrē ar amonija tiocianāta šķīdumu.

3. Reaģenti

3.1. Saldo mandeļu suspensija: divdesmit izlobītas saldās mandeles 37 līdz 40 °C temperatūrā saberž 100 ml ūdens. Ņem 10 ml suspensijas un pārbauda, vai tajā nav zilskābes, izmantojot nātrija pikrāta papīru vai veicot tukšā parauga analīzi pēc 5. punkta pēdējā daļā dotā apraksta.

3.2. Pēc fenolftaleīna neitrāls nātrija acetāta 10 % (m/V) šķīdums.

3.3. Pretputu emulsija (piemēram, silikona emulsija).

3.4. Slāpekļskābe, d: 1,40.

3.5. Sudraba nitrāta šķīdums: 0,02 n.

3.6. Amonija tiocianāta šķīdums: 0,02 n.

3.7. Amonija dzelzs sulfāta piesātināts šķīdums.

3.8. Amonjaka šķīdums, d: 0,958.

4. Aparatūra

4.1. Žāvēšanas skapis ar termostatu, kas ieregulēts 38 °C temperatūrā.

4.2. Aparāts destilēšanai ar ūdens tvaiku, kas aprīkots ar dzesinātāju un liektu alonžu.

4.3. 4.3.1000. ml tilpuma kolbas ar pieslīpēta stikla aizbāžņiem.

4.4. Eļļas vanna.

4.5. Birete ar 1/20 ml tilpuma iedaļām.

5. Procedūra

Ar precizitāti līdz 5 mg ņem 20 g parauga iesvara, ko pārnes 1 litra tilpuma kolbā, pievieno 50 ml ūdens un 10 ml saldo mandeļu suspensijas (3.1.). Kolbu noslēdz ar aizbāzni un uz sešpadsmit stundām ievieto žāvēšanas skapī 38 °C temperatūrā. Tālāk atdzesē līdz istabas temperatūrai, pievieno 80 ml ūdens, 10 ml nātrija acetāta šķīduma (3.2.) un pilienu pretputu emulsijas (3.3.).

Kolbu pievieno destilēšanas aparātam ar ūdens tvaiku un ievieto eļļas vannā, ko iepriekš uzkarsē līdz temperatūrai, kas nedaudz pārsniedz 100 °C. Ar spēcīgu ūdens tvaika plūsmu, ko laiž cauri kolbai, kuru uzmanīgi silda eļļas vannā, atdestilē 200 līdz 300 ml šķidruma. Destilātu uztver Erlenmeijera kolbā, kas aizsargāta no gaismas iedarbības un kurā ir precīzi 50 ml 0,02 n sudraba nitrāta šķīduma (3.5.) un 1 ml slāpekļskābes (3.4.). Pārbauda, vai dzesinātāja alonža gals ir iemērkts sudraba nitrāta šķīdumā.

Erlenmeijera kolbas saturu pārnes 500 ml tilpuma mērkolbā, uzpilda līdz zīmei ar ūdeni, samaisa un filtrē. Ņem 250 ml filtrāta, kam pievieno apmēram 1 ml amonija dzelzs sulfāta šķīduma (3.7.), un, lietojot bireti ar 1/20 ml tilpuma iedaļām, sudraba nitrāta pārākumu attitrē ar 0,02 n amonija tiocianāta šķīdumu (3.6.).

Ja vajadzīgs, piemērojot šo pašu procedūru, veic tukšā parauga analīzi, tai ņemot tikai 10 ml saldo mandeļu suspensijas (3.1.).

6. **Rezultātu aprēķināšana**

Ja tukšā parauga titrēšanai patērēts 0,02 n sudraba nitrāta šķīduma, tā tilpumu atņem no parauga destilāta titrēšanai patērētā šķīduma tilpuma. 1 ml 0,02 n $AgNO_3$ atbilst 0,54 mg HCN. Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

7. **Piezīmes**

Ja paraugā lielā daudzumā ir sulfīdi (piemēram, pupās), veidojas melnas sudraba sulfīda nogulsnes, kuras nofiltrē kopā ar sudraba cianīda nogulsnēm. Šo nogulšņu veidošanās dēļ rodas 0,02 n sudraba nitrāta šķīduma zudumi, un šis tilpums ir jāatņem no HCN satura aprēķināšanai izmantojamā tilpuma. To izdara šādi.

Sudraba cianīdu izšķīdina, nogulsnes uz filtra apstrādājot ar 50 ml amonjakūdens (3.8.). Atlikumu mazgā ar atšķaidītu amonjakūdeni un tad nosaka tā sudraba saturu. Iegūto lielumu pārvērš ml 0,02 n sudraba nitrāta šķīduma.

Parauga HCN saturu var noteikt arī, amonjakālo filtrātu pēc paskābināšanas titrējot ar slāpekļskābi.

---

3. KALCIJA NOTEIKŠANA

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt barības kopējo kalcija saturu.

2. **Princips**

Paraugu pārpelno, pelnus izšķīdina sālsskābē un kalciju izgulsnē kalcija oksalāta veidā. Nogulsnes izšķīdina sērskābē un radušos skābeņskābi titrē ar kālija permanganāta šķīdumu.

3. **Reaģenti**

3.1. Sālsskābe, a.k., d: 1,14.

3.2. Slāpekļskābe, a.k.,d: 1,40.

3.3. Sērskābe, a.k.,d: 1,13.

3.4. Amonija hidroksīds, a.k., d: 0,98.

3.5. Aukstumā piesātināts amonija oksalāta šķīdums, a.k.

3.6. Citronskābes šķīdums, a.k., 30 % (m/V).

3.7. Amonija hlorīda šķīdums, a.k., 5 % (m/V).

3.8. Bromkrezola zaļā 0,04 % (m/V) šķīdums

3.9. Kālija permanganāta 0,1 n šķīdums.

4. **Aparatūra**

4.1. Termostatējama ventilācijas tipa elektriskā mufeļkrāsns.

4.2. Platīna, kvarca vai porcelāna tīģeļi pārpelnošanai.

4.3. Stikla filtrtīģeļi ar G4 porainību.

5. **Procedūra**

Ar precizitāti līdz mg ņem apmēram 5 g parauga iesvara (vai lielāku, ja vajadzīgs), pārpelno 550 °C temperatūrā un pelnus pārnes 250 ml tilpuma vārglāzē.

Pievieno 40 ml sālsskābes (3.1.), 60 ml ūdens un dažus pilienus slāpekļskābes (3.2.). Uzkarsē līdz vārīšanās temperatūrai un vāra trīsdesmit minūtes. Šķīdumu atdzesē un pārnes 250 ml tilpuma mērkolbā. Noskalo, ar ūdeni uzpilda līdz zīmei, homogenizē un filtrē.

Ar pipeti 250 ml tilpuma vārglāzē pārnes šķīduma alikvoto daļu, kurā atkarībā no sagaidāmā kalcija satura ir 10 līdz 40 mg kalcija. Pievieno 1 ml citronskābes šķīduma (3.6.) un 5 ml amonija hlorīda šķīduma (3.7.). Šķīdumu papildina ar ūdeni līdz apmēram 100 ml tilpumam. Uzkarsē līdz vārīšanās temperatūrai, pievieno astoņus līdz desmit pilienus bromkrezola zaļā šķīduma (3.8.) un 30 ml silta amonija oksalāta šķīduma (3.5.). Ja veidojas nogulsnes, tās izšķīdina, pievienojot dažus pilienus sālsskābes (3.1.).

Ļoti lēnām, pastāvīgi maisot, neitralizē ar amonija hidroksīdu (3.4.) līdz pH 4,4 – 4,6 (, t.i., līdz indikatora krāsas maiņai). Vārglāzi uz trīsdesmit minūtēm ievieto verdoša ūdens vannā, līdz nogulsnējas radušās nogulsnes. Vārglāzi izņem no ūdens vannas. Stundu nostādina un filtrē G4 filtrtīģelī.

Vārglāzi un filtrtīģeli mazgā ar ūdeni, līdz pilnībā atdalīts amonija oksalāta pārākums (ja mazgāšanas ūdenī nav hlorīdu, tas liecina, ka mazgāts pietiekami).

Nogulsnes uz filtra izšķīdina 50 ml silta sērskābes šķīduma (3.3.). Filtrtīģeli izskalo ar siltu ūdeni un filtrāta tilpumu papildina līdz apmēram 100 ml. Uzsilda līdz 70 – 80 °C un pa pilienam titrē ar kālija permanganāta šķīdumu (3.9.), līdz parādās sārts krāsojums, kas saglabājas vienu minūti.

6. **Rezultātu aprēķināšana**

1 ml 0,1 n kālija permanganāta šķīduma atbilst 2,004 mg kalcija. Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

7. **Piezīmes**

7.1. Ja kalcija saturs ir ļoti zems, rīkojas šādi: kalcija oksalāta nogulsnes filtrē caur bezpelnu filtrpapīru. Pēc mazgāšanas filtru izžāvē un pārpelno platīna tīģelī 550 °C temperatūrā. Nogulsnes izšķīdina dažos pilienos sērskābes (3.3.), iztvaicē, atkārtoti pārpelno 550 °C temperatūrā un nosver. Ja W ir iegūtā kalcija sulfāta masa, kalcija saturs alikvotajā daudzumā ir = W × 0,2944.

7.2. Ja parauga sastāvā ir tikai minerālvielas, to izšķīdina sālsskābē, iepriekš nepārpelnojot. Analizējot skābē grūti šķīdināmus produktus, piemēram, kalcija alumīnija fosfātu, tos pirms šķīdināšanas sakausē ar sārmu: analizējamo paraugu platīna tīģelī rūpīgi sajauc ar pieckārtīgu maisījuma pārākumu, kurā līdzīgās daļās ir kālija karbonāts un nātrija karbonāts. Uzmanīgi karsē, līdz maisījums pilnīgi izkūst. Atdzesē un izšķīdina sālsskābē.

7.3. Ja paraugos ir augsts magnija saturs, kalcija oksalātu izgulsnē otrreiz.

4. KARBONĀTU NOTEIKŠANA

1. Mērķis un darbības joma

Šī metode lielākajā daļā barības veidu ļauj noteikt karbonātu daudzumu, ko parasti izsaka kā kalcija karbonātu.

Tomēr dažos gadījumos (piemēram, dzelzs karbonāta noteikšanai) jāizmanto speciāla metode.

2. Princips

Karbonātus sadala ar sālsskābi; izdalījušos oglekļa dioksīdu uztver gāzu biretē un tā tilpumu salīdzina ar oglekļa dioksīda tilpumu, kas izdalās, tādos pašos apstākļos sadaloties zināmam daudzumam a.k. kalcija karbonāta.

3. Reaģenti

3.1. Sālsskābe, d: 1,10.

3.2. Kalcija karbonāts, a.k.

3.3. Sērskābes aptuveni 0,1 n šķīdums, kas iekrāsots ar metilsarkano.

4. Aparatūra

Šaiblera-Dītriha aparāts (sk. diagrammu) vai tam līdzvērtīga iekārta.

5. Procedūra

Atkarībā no karbonātu satura paraugā, analīzei ņemtā iesvara lielums ir:

0,5 g produktiem, kas satur 50 līdz 100 % karbonātus, pārrēķinot kalcija karbonātā;

1 g produktiem, kas satur 40 līdz 50 % karbonātus, pārrēķinot kalcija karbonātā;

2 līdz 3 g pārējiem produktiem.

Paraugu pārnes aparāta speciālajā kolbā (4), kas aprīkota ar nelielu neplīstoša materiāla mēģeni, kurā ir 10 ml sālsskābes (3.1.), un kolbu pievieno aparātam. Pagriež trīsceļu krānu (5) tā, lai gāzu birete (1) būtu savienota ar atmosfēru. Izmantojot pārvietojamu cauruli (2), kas piepildīta ar iekrāsotu sērskābes šķīdumu (3.3.) un pievienota gāzu biretei (1), šķidruma līmeni iestāda līdz nulles atzīmei. Pagriež krānu (5), savienojot gāzu bireti (1) ar cauruli (3), un pārbauda, vai līmenis ir pret nulles atzīmi.

Kolbu (4) pagāžot uz sāna, paraugam lēni pārlej sālsskābi (3.1.). Nolaižot zemāk cauruli (2), izlīdzina spiedienu. Kolbu (4) krata, līdz pilnīgi izbeidzas oglekļa dioksīda izdalīšanās. Atjauno spiedienu, izlīdzinot šķidruma līmeni biretē (1) un caurulē (2). Pēc *dažām minūtēm*, kad gāzes tilpums kļuvis nemainīgs, izdara nolasījumu.

Tādos pašos apstākļos analizē 0,5 g kalcija karbonāta (3.2.) kontrolparaugu.

6. Rezultātu aprēķināšana

Kalcija karbonātā pārrēķinātu parauga karbonātu saturu gramos aprēķina pēc šādas formulas:

$$\frac{V \times 100}{T \times 2W}$$

kur:

V = no parauga iesvara izdalītais CO_2 tilpums, ml.

T = no 0,5 g a.k. $CaCO_3$ izdalītais CO_2 tilpums, ml.

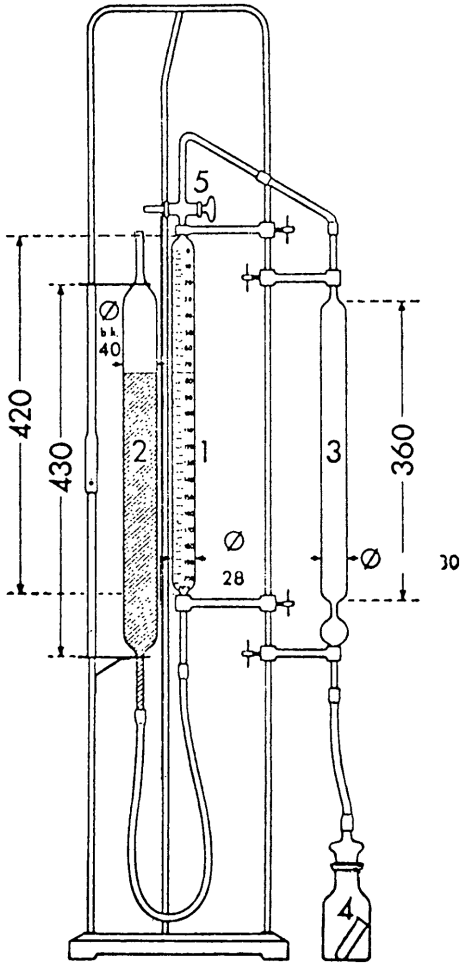
W = analizējamā parauga iesvara masa, g.

7. **Piezīmes**

7.1. Ja parauga iesvars ir lielāks par 2 g, kolbā (4) vispirms iepilda 15 ml ūdens un pirms analīzes sajauc. Kontrolparauga analīzei ņem tādu pašu ūdens daudzumu.

7.2. Ja izmantotajam aparātam ir no Šaiblera-Dītriha aparāta atšķirīgs tilpums, attiecīgi jāmaina parauga un kontrolei izmantotās vielas iesvars, kā arī jākoriģē rezultātu aprēķini.

ŠAIBLERA-DĪTRIHA APARĀTS CO_2 NOTEIKŠANAI



Mērogs 1:8

(izmēri milimetros)

5. KOPPELNU NOTEIKŠANA

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt koppelnu saturu barībā.

2. **Princips**

Paraugu pārpelno 550 °C temperatūrā; atlikumu nosver.

3. **Reaģenti**

Amonija nitrāta 20 % (m/V) šķīdums.

4. **Aparatūra**

4.1. Elektriskā plītiņa.

4.2. Termostatējama elektriskā mufeļkrāsns.

4.3. Tīģeļi pārpelnošanai no platīna vai platīna un zelta sakausējuma (10 % Pt, 90 % Au), taisnstūraini (60 × 40 × 25 mm) vai apaļi (60 līdz 70 mm diametrā, augstums no 20 līdz 25 mm).

5. **Procedūra**

Ar precizitāti līdz mg ņem apmēram 5 g lielu parauga iesvaru (2,5 g - produktiem, kam ir tendence uzbriest), ievieto iepriekš izkarsētā un nosvērtā tīģelī pārpelnošanai. Tīģeli novieto uz elektriskās plītiņas un pakāpeniski karsē, līdz materiāls pārogļojas. Tīģeli ievieto mufeļkrāsnī, kas ieregulēta 550 ± 5 °C temperatūrā. Iztur šajā temperatūrā, līdz iegūst baltus, gaišpelēkus vai sarkanīgas nokrāsas pelnus, kuros nav acīmredzamu ogles daļiņu. Tīģeli ievieto eksikatorā, atdzesē un nekavējoties nosver.

6. **Rezultātu aprēķināšana**

Aprēķina atlikuma masu, atņemot tīģeļa masu.

Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

7. **Piezīmes**

7.1. *Grūti pārpelnojamiem materiāliem* vispirms jāizdara vismaz trīs stundas ilga sākotnējā pārpelnošana, pēc kuras paraugu atdzesē, tam uzmanīgi pievieno dažus pilienus 20 % amonija nitrāta šķīduma (raugoties, lai pelni neizkaisītos vai nesaķeptu gabalos). Pēc izžāvēšanas žāvēšanas skapī turpina dedzināšanu turpina. Ja vajadzīgs, šo darbību atkārto, līdz paraugs ir pilnībā pārpelnots.

7.2. Materiālus, kurus nevar apstrādāt saskaņā ar 7.1. punktā doto aprakstu, pārpelno šādi: pēc trīs stundas ilgas pārpelnošanas, pelnus pārnes siltā ūdenī un filtrē caur nelielu bezpelnu filtru. Tajā pašā tīģelī pārpelno filtru kopā ar atlikumu uz tā. Filtrātu pārnes atdzesētā tīģelī, iztvaicē, pārpelno un nosver.

7.3. Analizējot *eļļas un taukus*, piemērota izmēra tīģelī precīzi iesver apmēram 25 g parauga. Pārogļo, materiālu aizdedzinot ar bezpelnu filtrpapīra strēmeli. Pēc sadedzināšanas samitrina ar iespējami mazu ūdens daudzumu. Izžāvē un pārpelno pēc 5. punktā dotā apraksta.

6. SĀLSSKĀBĒ NEŠĶĪSTOŠO PELNU NOTEIKŠANA

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt sālsskābē nešķīstošu minerālvielu saturu barībā. Atkarībā no parauga īpašībām, izmanto kādu no divām metodēm.

1.1. *A metode*: izmantojama vienkāršās organiskās barības un kombinētās barības veidu lielākās daļas analīzēm.

1.2. *B metode*: izmantojama tādas kombinētās minerālbarības, minerālvielu maisījumu un kombinētās barības analīzēm, kuru sālsskābē nešķīstošo pelnu saturs, kas noteikts pēc A metodes, ir lielāks par 1 %.

2. **Princips**

2.1. *A metode*: paraugu pārpelno, pelnus vāra sālsskābē, nešķīstošo atlikumu filtrē un sver.

2.2. *B metode*: paraugu apstrādā ar sālsskābi. Šķīdumu filtrē, atlikumu pārpelno un šādi iegūtos pelnus apstrādā pēc A metodes.

3. **Reaģenti**

3.1. Sālsskābes 3 n šķīdums.

3.2. Trihloretiķskābes 20 % (m/V) šķīdums.

3.3. Trihloretiķskābes 1 % (m/V) šķīdums.

4. **Aparatūra**

4.1. Elektriskā plītiņa.

4.2. Termostatējama elektriskā mufeļkrāsns.

4.3. Tīģeļi pārpelnošanai no platīna vai platīna sakausējuma ar zeltu (10 % Pt, 90 % Au), taisnstūraini (60 × 40 × 25 mm) vai apaļi (60 līdz 70 mm diametrā, augstums no 20 līdz 25 mm).

5. **Procedūra**

5.1. *A metode*

Paraugu pārpelno pēc koppelnu noteikšanai aprakstītās metodes. Var izmantot arī pelnus, kas iegūti, nosakot koppelnu saturu.

Pelnus ar 75 ml 3 n sālsskābes šķīduma (3.1.) pārnes 250 līdz 400 ml tilpuma vārglāzē. Lēnām uzkarsē līdz viršanas temperatūrai un lēni vāra 15 minūtes. Siltu šķīdumu filtrē caur bezpelnu filtrpapīru un atlikumu mazgā ar siltu ūdeni līdz neitrālai reakcijai. Filtru ar atlikumu izžāvē un nosvērtā tīģelī pārpelno 550 līdz 700 °C temperatūrā. Atdzesē eksikatorā un nosver.

5.2. *B metode*

Ar precizitāti līdz mg ņem 5g lielu parauga iesvaru, ko pārnes 250 līdz 400 ml tilpuma vārglāzē. Pievieno vispirms 25 ml ūdens, tad 25 ml 3 n sālsskābes šķīduma (3.1.), samaisa un gaida, līdz beidz izdalīties burbuļi. Pievieno vēl 50 ml 3 n sālsskābes (3.1.). Nogaida, līdz beidzas gāzu izdalīšanās, tad vārglāzi ievieto verdoša ūdens vannā uz 30 minūtēm, vai, ja vajadzīgs, ilgāk, lai iespējami pilnīgi hidrolizētu visu cietes daudzumu, kas var būt paraugā.

Siltu šķīdumu filtrē caur bezpelnu filtru un mazgā filtru ar 50 ml silta ūdens (sk. 7. piezīmi). Filtru ar atlikumu izžāvē un nosvērtā tīģelī pārpelno 550 līdz 700°C temperatūrā. Pelnus ar 75 ml 3 n sālsskābes šķīduma (3.1.) pārnes 250 līdz 400 ml tilpuma vārglāzē; analīzi turpina pēc apraksta 5.1. punkta otrajā daļā.

6. **Rezultātu aprēķināšana**

Aprēķina atlikuma masu, atņemot taras masu. Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

7. **Piezīme**

Ja atlikums filtrējas slikti, analīzi atkārto, 50 ml 3 n sālsskābes šķīduma (3.1.) vietā ņemot 50 ml 20 % trihloretiķskābes (3.2.), bet filtru mazgājot ar siltu 1 % trihloretiķskābes šķīdumu (3.3.).

---

7. HLORĪDU HLORA SATURA NOTEIKŠANA

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt hlora saturu ūdenī šķīstošu hlorīdu veidā, ko parasti izsaka nātrija hlorīdā. Tā izmantojama visu veidu barības analīzēm.

2. **Princips**

Hlorīdus šķīdina ūdenī. Ja produkts satur organiskās vielas, šķīdumu dzidrina. Šķīdumu nedaudz paskābina ar slāpekļskābi un hlorīdus ar sudraba nitrāta šķīdumu izgulsnē sudraba hlorīda veidā. Sudraba nitrāta pārākumu attitrē ar amonija tiocianāta šķīdumu pēc Volharda metodes.

3. **Reaģenti**

3.1. Amonija tiocianāta 0,1 n šķīdums.

3.2. Sudraba nitrāta 0,1 n šķīdums.

3.3. Amonija dzelzs sulfāta piesātināts šķīdums.

3.4. Slāpekļskābe, d: 1.38.

3.5. Dietilēteris, a.k.

3.6. Acetons, a.k.

3.7. Karesa I šķīdums: ūdenī izšķīdina 21,9 g cinka acetāta $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ un 3 g ledus etiķskābes. Papildina ar ūdeni līdz 100 ml.

3.8. Karesa II šķīdums: ūdenī izšķīdina 10,6 g kālija ferocianīda $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$. Papildina ar ūdeni līdz 100 ml.

3.9. Aktīvā ogle, a.k., kas nesatur un neabsorbē hlorīdus.

4. **Aparatūra**

Rotācijas tipa maisītājs: aptuveni 35 līdz 40 apgr./min.

5. **Procedūra.**

5.1. *Šķīduma sagatavošana*

Atbilstīgi parauga īpašībām sagatavo šķīdumu, kā norādīts 5.1.1. vai 5.1.2. punktā.

Vienlaikus veic *tukšā parauga* analīzi.

5.1.1. *Paraugi, kas nesatur organiskās vielas*

Ar precizitāti līdz mg ņem ne vairāk kā 10 g iesvara, kurā ir ne vairāk par 3 g hlora hlorīdu veidā. 500 ml tilpuma mērkolbā iepilda 400 ml ūdens ar apmēram 20 °C temperatūru. Maisa trīsdesmit minūtes maisītājā, uzpilda līdz zīmei, samaisa un filtrē.

5.1.2. *Paraugi, kas satur organiskās vielas, izņemot 5.1.13. punktā uzskaitītos produktus*

Nosver 5 g parauga ar precizitāti līdz 1 mg un kopā ar 1 g aktīvās ogles pārnes 500 ml tilpuma mērkolbā. Pievieno 400 ml ūdens ar apmēram 20 °C temperatūru un 5 ml Karesa I šķīduma (3.7.), maisa, un tad pievieno 5 ml Karesa II šķīduma (3.8.). Trīsdesmit minūtes maisa maisītājā, uzpilda līdz zīmei, samaisa un filtrē.

5.1.3. *Termiski apstrādāta barība, linu rauši un linu milti, produkti, kuros ir daudz linu miltu, un citi produkti, kuros ir daudz gļotvielu vai koloīdu vielu (piemēram, dekstrinēta ciete)*

Sagatavo šķīdumu pēc 5.1.2. punktā dotā apraksta, tikai to nefiltrē. Dekantē (ja vajadzīgs, centrifugē), ņem 100 ml šķidruma no virsējā slāņa, ko pārnes 200 ml tilpuma mērkolbā. Samaisa ar acetonu (3.6.), kolbu uzpilda līdz zīmei ar šo šķīdinātāju, samaisa un filtrē.

5.2. *Titrēšana*

Ar pipeti Erlenmeijera kolbā pārnes 25 ml līdz 100 ml filtrāta (atkarībā no sagaidāmā hlorīdu satura), ko iegūst pēc apraksta 5.1.1., 5.1.2. vai 5.1.3. punktā. Alikvotajā daļā jābūt vairāk par 150 mg hlora (Cl). Ja vajadzīgs, atšķaida līdz vismaz 50 ml tilpumam ar ūdeni, pievieno 5 ml slāpekļskābes (3.4.), 20 ml piesātināta amonija dzelzs sulfāta šķīduma (3.3.) un divus pilienus amonija tiocianāta šķīduma (3.1.), ko ņem ar bireti, kas uzpildīta līdz nulles atzīmei. Ar bireti pārnes sudraba nitrāta šķīdumu (3.2.) tā, lai tas būtu 5 ml pārākumā. Pievieno 5 ml dietilētera (3.5.) un stipri sakrata, lai koagulētu nogulsnes.

Sudraba nitrāta pārākumu titrē ar amonija tiocianāta šķīdumu (3.1.), līdz veidojas sarkanbrūns krāsojums, kas saglabājas vienu minūti.

6. **Rezultātu aprēķināšana**

Hlora daudzumu (w), ko izsaka kā nātrija hlorīdu, kas ir titrēšanai ņemtajā šķīduma tilpumā, aprēķina pēc šādas formulas:

$$W = 5{,}845\ (V_1 - V_2)\ \text{mg}$$

kur:

V_1 = pievienotā 0,1 n sudraba nitrāta šķīduma tilpums, ml;

V_2 = titrēšanai izlietotais 0,1 n amonija tiocianāta šķīduma tilpums, ml.

Ja tukšā parauga titrēšanai izlietots 0,1 n sudraba nitrāta šķīdums, tā tilpumu atņem no tilpuma ($V_1 - V_2$).

7. **Piezīmes**

7.1. Var veikt arī potenciometrisku titrēšanu.

7.2. Analizējot produktus ar ļoti lielu eļļu un tauku saturu, tos vispirms attauko ar dietilēteri vai petrolēteri.

7.3. Analizējot zivju miltus, titrēšanu var izdarīt arī pēc Mora metodes.

8. SINEPJU EĻĻAS NOTEIKŠANA

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt alilizocianātā izteiktu sinepju eļļas, kas atdestilējas ar tvaiku, saturu raušos, kurus iegūst no *Brassica* un *Sinapis* sugām, un kombinētajā barībā, kuras sastāvā ir minēto augu sugu rauši.

2. **Princips**

Paraugu iejauc ūdenī. Sinepju eļļu izdala, iedarbojoties ar fermentiem, atdestilē ar etanolu un uztver atšķaidītā amonija hidroksīda šķīdumā. Uz siltu šķīdumu iedarbojas ar noteiktu tilpumu sudraba nitrāta šķīduma, pēc tam atdzesē un filtrē. Sudraba nitrāta pārākumu titrē ar amonija tiocianāta šķīdumu.

3. **Reaģenti**

3.1. Baltās sinepes (*Sinapis alba*).

3.2. Etilspirts, 95 līdz 96 % V/V.

3.3. Pretputu emulsija (piemēram, silikona emulsija).

3.4. Amonjaka šķīdums, d: 0,958.

3.5. Sudraba nitrāta 0,1 n šķīdums.

3.6. Amonija tiocianāta 0,1 n šķīdums.

3.7. Slāpekļskābe, d: 1,40.

3.8. Amonija dzelzs sulfāta piesātināts šķīdums.

4. **Aparatūra**

4.1. 500 ml tilpuma plakandibena kolbas ar pieslīpēta stikla aizbāžņiem.

4.2. Destilācijas aparāts ar dzesinātāju un pilienu uztvērēju.

5. **Procedūra**

Ar precizitāti līdz 5 mg ņem 10 g parauga iesvara, ko pārnes 500 ml tilpuma plakandibena kolbā, pievieno 2 g smalki samaltu balto sinepju (3.1.) (fermentu avotu) un 200 ml ūdens 20 °C temperatūrā. Kolbu noslēdz ar aizbāzni un 2 stundas krata 20 °C temperatūrā. Pievieno 40 ml etanola (3.2.) un vienu pilienu pretputu emulsijas (3.3.). Atdestilē apmēram 150 ml, destilātu uztver 250 ml tilpuma mērkolbā, kurā ir 20 ml amonjaka šķīduma (3.4.), raugoties, lai dzesinātāja gals būtu iemērkts šķidrumā. Amonjakālajam šķīdumam pievieno 50 ml sudraba nitrāta 0,1 n šķīduma (3.5.) (vai, ja vajadzīgs, vairāk), mērkolbai uzliek nelielu piltuvi un maisījumu vienu stundu silda uz verdoša ūdens vannas. Atdzesē, uzpilda ar ūdeni līdz zīmei, homogenizē un filtrē. Ņem 100 ml dzidra filtrāta, pievieno 5 ml slāpekļskābes (3.7.) un apmēram 5 ml amonija dzelzs sulfāta šķīduma (3.8.). Sudraba nitrāta pārākumu attitrē ar 0,1 n amonija tiocianāta šķīdumu (3.6.).

Piemērojot šo pašu procedūru un ņemot 2 g smalki samaltu balto sinepju, veic *tukšā parauga* analīzi.

6. **Rezultātu aprēķināšana**

No parauga titrēšanai izlietotā 0,1 n sudraba nitrāta šķīduma tilpuma atņem tukšā parauga titrēšanai patērētā šķīduma tilpumu. Iegūst 0,1 n sudraba nitrāta šķīduma tilpumu ml, kas patērēts paraugā esošās sinepju eļļas titrēšanai. 1 ml 0,1 n $AgNO_3$ atbilst 4,956 mg alilizotiocianāta. Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

9. LAKTOZES NOTEIKŠANA

1. Mērķis un darbības joma

Šī metode ļauj noteikt laktozes saturu barībā, kurā ir vairāk nekā 0,5 % laktozes.

2. Princips

Cukurus šķīdina ūdenī. Šķīdumu fermentē ar raugu *Saccharomyces cerevisiae*, kas nešķeļ laktozi. Pēc dzidrināšanas un filtrēšanas laktozes saturu filtrātā nosaka pēc Lufa-Šorla metodes.

3. Reaģenti

3.1. *Saccharomyces cerevisiae* suspensija: 25 g svaiga rauga suspendē 100 ml ūdens. Suspensiju var glabāt ledusskapī ne ilgāk par vienu nedēļu.

3.2. Karesa I šķīdums: ūdenī izšķīdina 21,9 g cinka acetāta $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ un 3 g ledus etiķskābes. Papildina ar ūdeni līdz 100 ml tilpumam.

3.3. Karesa II šķīdums: ūdenī izšķīdina 10,6 g kālija ferocianīda $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$. Papildina ar ūdeni līdz 100 ml.

3.4. Lufa-Šorla reaģents.

Uzmanīgi maisot, citronskābes šķīdumu (3.4.2.) pievieno nātrija karbonāta šķīdumam (3.4.2.). Pievieno vara sulfāta šķīdumu (3.4.1.) un papildina ar ūdeni līdz 1 litram. Nostādina līdz nākamajai dienai un filtrē. Pārbauda iegūtā šķīduma normalitāti (Cu 0,1 n; Na_2CO_3 2n). Šķīduma pH vajadzētu būt apmēram 9,4.

3.4.1. Vara sulfāta šķīdums: izšķīdina 25 g no dzelzs attīrīta a.k. vara sulfāta $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 100 ml ūdens.

3.4.2. Citronskābes šķīdums: izšķīdina 50 g a.k. citronskābes ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) 50 ml ūdens.

3.4.3. Nātrija karbonāta šķīdums: izšķīdina 143,8 g bezūdens a.k. nātrija karbonāta apmēram 300 ml silta ūdens. Atdzesē.

3.5. Pumeka gabaliņi, kas izvārīti sālsskābē, mazgāti un izžāvēti.

3.6. Nātrija jodīda 30 % (m/V) šķīdums.

3.7. Sērskābes 6 n šķīdums.

3.8. Nātrija tiosulfāta 0,1 n šķīdums.

3.9. Cietes šķīdums: 1 litram vāroša ūdens pievieno 5 g šķīstošās cietes maisījuma 30 ml ūdens. Vāra trīs minūtes, atdzesē un, ja vajadzīgs, kā konservantu pievieno 10 mg dzīvsudraba jodīda.

4. Aparatūra

Termostatējama ūdens vanna, kas ieregulēta 38-40 °C temperatūrā.

5. Procedūra

Nosver 1 g parauga ar precizitāti līdz mg un pārnes iesvaru 100 ml tilpuma mērkolbā. Pievieno 25 līdz 30 ml ūdens. Kolbu trīsdesmit minūtes silda verdoša ūdens vannā un pēc tam atdzesē līdz apmēram 35 °C temperatūrai. Pievieno 5 ml rauga suspensijas (3.1.) un samaisa. Kolbu uz divām stundām ievieto ūdens vannā 38 - 40 °C temperatūrā. Atdzesē līdz apmēram 20 °C.

Pievieno 2,5 ml Karesa I šķīduma (3.2.) un maisa trīsdesmit sekundes, pēc tam pievieno 2,5 ml Karesa II šķīduma (3.3.) un atkal maisa trīsdesmit sekundes. Papildina ar ūdeni līdz 100 ml, homogenizē un filtrē. Ar pipeti ņem ne vairāk par 25 ml filtrāta, kurā vēlams, lai būtu 40 līdz 80 mg laktozes, un to pārnes 300 ml tilpuma Erlenmeijera kolbā. Ja vajadzīgs, papildina ar ūdeni līdz 25 ml tilpumam.

Tādā pašā veidā veic tukšā parauga analīzi ar 5 ml rauga suspensijas (3.1.).

Pēc Lufa-Šorla metodes nosaka laktozes saturu: pievieno precīzi 25 ml Lufa-Šorla reaģenta (3.4.) un divus pumeka (3.5.) gabaliņus. Maisa ar roku, kamēr uz vidēja augstuma vaļējas liesmas šķīdumu apmēram divās minūtēs uzkarsē līdz vārīšanās temperatūrai. Erlemneijera kolbu nekavējoties novieto uz metāla sieta, kas pārklāts ar azbestu un kam ir apmēram 6 cm liels caurums, zem kura iedegta liesma. Liesmu noregulē tā, lai Erlenmeijera kolba tiktu sildīta tikai no apakšas. Erlenmeijera kolbai pievieno atteces dzesinātāju. Vāra precīzi desmit minūtes. Nekavējoties atdzesē aukstā ūdenī un pēc apmēram piecām minūtēm titrē šādi:

pievieno 10 ml kālija jodīda šķīduma (3.6.) un tūlīt pievieno 25 ml sērskābes 6 n šķīduma (3.7.) (uzmanīgi, iespējama ievērojama putu veidošanās). Titrē ar 0,1 n nātrija tiosulfāta šķīduma (3.8.), līdz parādās blāvi dzeltens krāsojums, pievieno cietes indikatoru (3.9.) un pabeidz titrēšanu.

Bez vārīšanas tādā pašā veidā titrē 25 ml precīzi mērīta Lufa-Šorla reaģenta (3.4.) un ūdens maisījumu, kam pievienoti 10 ml kālija jodīda šķīduma (3.6.) un 25 ml sērskābes 6 n šķīduma (3.7.).

6. **Rezultātu aprēķināšana**

Pēc tabulas nosaka laktozes daudzumu mg, kas atbilst divu titrēšanas rezultātu starpībai, ko izsaka 0,1 n nātrija tiosulfāta mililitros.

Rezultātu izsaka kā bezūdens laktozes masas daļu procentos no parauga masas.

7. **Piezīme**

Tādu produktu analīzēm, kuros ir vairāk par 40 % rūgstošu cukuru, ņem vairāk par 5 ml rauga suspensijas (3.1.).

0,1 n $Na_2S_2O_3$ šķīduma (ml) lielumu tabula 25 ml Lufa-Šorla reaģentam

Sildīšana - divas minūtes, vārīšana - desmit minūtes

0,1 n Na2S2O3	Glikoze, fruktoze, invertcukuri C6H12O6		Laktoze		Maltoze		0,1 n Na2S2O3
ml	mg	starpība	mg	starpība	mg	starpība	ml
1	2,4	2,4	3,6	3,7	3,9	3,9	1
2	4,8	2,4	7,3	3,7	7,8	3,9	2
3	7,2	2,5	11,0	3,7	11,7	3,9	3
4	9,7	2,5	14,7	3,7	15,6	4,0	4
5	12,2	2,5	18,4	3,7	19,6	3,9	5
6	14,7	2,5	22,1	3,7	23,5	4,0	6
7	17,2	2,6	25,8	3,7	27,5	4,0	7
8	19,8	2,6	29,5	3,7	31,5	4,0	8
9	22,4	2,6	33,2	3,8	35,5	4,0	9
10	25,0	2,6	37,0	3,8	39,5	4,0	10
11	27,6	2,7	40,8	3,8	43,5	4,0	11
12	30,3	2,7	44,6	3,8	47,5	4,1	12
13	33,0	2,7	48,4	3,8	51,6	4,1	13
14	35,7	2,8	52,2	3,8	55,7	4,1	14
15	38,5	2,8	56,0	3,9	59,8	4,1	15
16	41,3	2,9	59,9	3,9	63,9	4,1	16
17	44,2	2,9	63,8	3,9	68,0	4,2	17
18	47,1	2,9	67,7	4,0	72,2	4,3	18
19	50,0	3,0	71,7	4,0	76,5	4,4	19
20	53,0	3,0	75,7	4,1	80,9	4,5	20
21	56,0	3,1	79,8	4,1	85,4	4,6	21
22	59,1	3,1	83,9	4,1	90,0	4,6	22
23	62,2		88,0		94,6		23

10. **KĀLIJA NOTEIKŠANA**

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt kālija saturu barībā.

2. **Princips**

Paraugu pārpelno un izšķīdina sālsskābē. Kālija saturu šķīdumā nosaka ar liesmas fotometriju cēzija hlorīda un alumīnija nitrāta klātbūtnē. Pievienojot šīs vielas, tiek ievērojami novērsta traucējošo elementu ietekme.

3. **Reaģenti**

3.1. Sālsskābe, a.k., d: 1,12.

3.2. Cēzija hlorīds, a.k.

3.3. Alumīnija nitrāts $Al(NO_3)_3 \cdot H_2O$, reaģents vispārējai lietošanai.

3.4. Kālija hlorīds, a.k., bezūdens.

3.5. Buferšķīdums: ūdenī izšķīdina 50 g cēzija hlorīda (3.2.) un 250 g alumīnija nitrāta (3.3.), papildina līdz 1 litram ar ūdeni un samaisa. Uzglabā plastmasas pudelēs.

3.6. Kālija standartšķīdums: ūdenī izšķīdina 1,907 g kālija hlorīda (3.4.) un pievieno 5 ml sālsskābes šķīduma (3.1.), uzpilda līdz 1 litram ar ūdeni un samaisa. Uzglabā plastmasas pudelēs. Šā šķīduma 1 ml satur 1,00 mg kālija.

4. **Aparatūra**

4.1. Platīna, kvarca vai porcelāna tīģeļi pārpelnošanai, kam vajadzības gadījumos uzliek vāciņu.

4.2. Termostatējama elektriskā mufeļkrāsns.

4.3. Liesmas fotometrs.

5. **Procedūra**

5.1. *Paraugu analīzes*

Parasti ar precizitāti līdz 10 mg ņem 10 g iesvara, ko pārnes tīģelī un trīs stundas pārpelno 450 °C temperatūrā. Pēc atdzesēšanas pelnus ar 250 līdz 300 ml ūdens kvantitatīvi pārnes 500 ml tilpuma mērkolbā un pievieno 50 ml sālsskābes (3.1.). Kad beigusies oglekļa dioksīda izdalīšanās, šķīdumu uzkarsē un, laiku pa laikam samaisot, divas stundas silda apmēram 90 °C temperatūrā. Atdzesē, papildina ar ūdeni līdz zīmei, homogenizē un filtrē. Filtrāta alikvoto daļu, kas satur apmēram 1,0 mg kālija, pārnes 100 ml tilpuma mērkolbā, pievieno 10,0 ml buferšķīduma (3.5.), uzpilda līdz zīmei ar ūdeni un samaisa. Ja kālija koncentrācija ir augsta, analizējamo šķīdumu atšķaida pirms buferšķīduma pievienošanas.

Apmēram 10 g lielam parauga iesvaram orientējošais atšķaidījums norādīts tabulā.

Paredzamais kālija saturs paraugā (% K)	Atšķaidījuma koeficients	Šķīduma alikvotās daļas tilpums (ml)
līdz 0,1	—	50
0,1 līdz 0,5	—	10
0,5 līdz 1,0	—	5
1,0 līdz 5,0	1:10	10
5,0 līdz 10,0	1:10	5
10,0 līdz 20,0	1:20	5

Mērījumus izdara ar liesmas fotometru pie 768 nm. Rezultātus aprēķina pēc kalibrēšanas līknes.

5.2. *Kalibrēšanas līkne*

Precīzi 10 ml standartšķīduma (3.6.) pārnes 250 ml tilpuma mērkolbā, uzpilda līdz zīmei ar ūdeni un samaisa. Precīzi 5, 10, 15, 20 un 25 ml šā šķīduma, kam atbilstošais kālija daudzums ir attiecīgi 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 un 1,0 mg, pārnes 100 ml tilpuma mērkolbās. Šo šķīdumu sēriju papildina ar tukšo paraugu, kam standartšķīdumu nepievieno. Visās kolbās pievieno pa 10 ml buferšķīduma (3.5.), ar ūdeni papildina līdz zīmei un samaisa. Mērījumus veic pēc 5.1. punktā dotā apraksta. Kalibrēšanas līknes lineārā daļa parasti ir līdz kālija koncentrācijai 1 mg/100 ml šķīduma.

6. **Rezultātu aprēķināšana**

Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

7. **Piezīmes**

Traucējošo elementu ietekmes novēršanai ne vienmēr ir jāpievieno buferšķīdums (3.5.).

---

11. **NĀTRIJA NOTEIKŠANA**

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj nātrija saturu barībā.

2. **Princips**

Paraugu pārpelno un pelnus izšķīdina sālsskābē. Nātrija saturu šķīdumā nosaka ar liesmas fotometriju cēzija hlorīda un alumīnija nitrāta klātbūtnē. Pievienojot šīs vielas, tiek ievērojami novērsta traucējošo elementu ietekme.

3. **Reaģenti**

3.1. Sālsskābe, a.k., d: 1,12.

3.2. Cēzija hlorīds, a.k.

3.3. Alumīnija nitrāts $Al(NO_3)_3 \cdot H_2O$, reaģents vispārējai lietošanai.

3.4. Nātrija hlorīds, a.k., bezūdens.

3.5. Buferšķīdums: ūdenī izšķīdina 50 g cēzija hlorīda (3.2.) un 250 g alumīnija nitrāta (3.3.), papildina līdz 1 litram ar ūdeni un samaisa. Uzglabā plastmasas pudelēs.

3.6. Nātrija standartšķīdums: ūdenī izšķīdina 2,542 g nātrija hlorīda (3.4.) un pievieno 5 ml sālsskābes (3.1.), uzpilda līdz 1 litram ar ūdeni un samaisa. Uzglabā plastmasas pudelēs, šā šķīduma 1 ml satur 1,00 mg nātrija.

4. **Aparatūra**

4.1. Platīna, kvarca vai porcelāna tīģeļi pārpelnošanai, kam vajadzības gadījumos uzliek vāciņu.

4.2. Termostatējama elektriskā mufeļkrāsns.

4.3. Liesmas fotometrs.

5. **Procedūra**

5.1. *Paraugu analīzes*

Parasti ar precizitāti līdz 10 mg ņem 10 g iesvara, ko pārnes tīģelī un trīs stundas pārpelno 450 °C temperatūrā. Jānovērš pārkarsēšana (degšana). Pēc atdzesēšanas pelnus kvantitatīvi ar 250 līdz 300 ml ūdens pārnes 500 ml tilpuma mērkolbā un pievieno 50 ml sālsskābes (3.1.). Kad beigusies oglekļa dioksīda izdalīšanās, šķīdumu uzkarsē un, laiku palaikam samaisot, divas stundas silda apmēram 90 °C temperatūrā. Atdzesē, papildina ar ūdeni līdz zīmei, samaisa un filtrē. Filtrāta alikvoto daļu, kas satur ne vairāk par 1,0 mg nātrija, pārnes 100 ml tilpuma mērkolbā, pievieno 10,0 ml buferšķīduma (3.5.), papildina līdz zīmei ar ūdeni un samaisa. Ja nātrija koncentrācija ir augsta, analizējamo šķīdumu atšķaida pirms buferšķīduma pievienošanas.

Apmēram 10 g lielam parauga iesvaram orientējošais atšķaidījums norādīts tabulā.

Paredzamais nātrija saturs paraugā (% Na)	Atšķaidījuma koeficients	Šķīduma alikvotās daļas tilpums (ml)
līdz 0,1	—	50
0,1 līdz 0,5	—	10
0,5 līdz 1,0	—	5
1,0 līdz 5,0	1: 10	10
5,0 līdz 10,0	1: 10	5
10,0 līdz 20,0	1: 20	5

Mērījumus izdara ar liesmas fotometru pie 589 nm. Rezultātus aprēķina pēc kalibrēšanas līknes.

5.2. *Kalibrēšanas līkne*

Precīzi 10 ml standartšķīduma (3.6.) pārnes 250 ml tilpuma mērkolbā, papildina līdz zīmei ar ūdeni un samaisa. Precīzi 5, 10, 15, 20 un 25 ml šā šķīduma, kam atbilstošais nātrija daudzums ir attiecīgi 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 un 1,0 mg, pārnes 100 ml tilpuma mērkolbās. Šo šķīdumu sēriju papildina ar tukšo paraugu, kam standartšķīdumu nepievieno. Visās kolbās pievieno pa 10 ml buferšķīduma (3.5.), ar ūdeni papildina līdz zīmei un samaisa. Mērījumus veic pēc 5.1. punktā dotā apraksta. Kalibrēšanas līknes lineārā daļa parasti ir līdz nātrija koncentrācijai 1 mg/100 ml šķīduma.

6. **Rezultātu aprēķināšana**

Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

7. **Piezīmes**

7.1. Produktiem, kuros ir vairāk par 4 % nātrija, ieteicams veikt pārpelnošanu divas stundas tīģelī ar vāciņu. Pēc atdzesēšanas pievieno ūdeni, pelnus ar platīna stiepli suspendē, izžāvē un pārpelno vēl divas stundas tīģelī ar vāciņu.

7.2. Ja parauga sastāvā ir tikai minerālvielas, to izšķīdina, iepriekš nepārpelnojot.

12. **CUKURU NOTEIKŠANA**

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt reducējošo cukuru saturu, un, izdarot inversiju, kopējo cukuru saturu, ko izsaka glikozē vai attiecīgajos gadījumos saharozē, reizinot ar koeficientu 0,95. Metode izmantojama kombinētās barības analīzēm. Pārējo barības veidu analīzēm ir īpašas metodes. Vajadzības gadījumos laktozi nosaka atsevišķi un ņem vērā rezultātu aprēķinos.

2. **Princips**

Cukurus ekstraģē ar atšķaidītu etanolu; šķīdumu dzidrina ar Karesa I šķīdumu un Karesa II šķīdumu. Pēc etanola atdalīšanas, ar Lufa-Šorla metodi nosaka cukuru daudzumu pirms un pēc inversijas.

3. **Reaģenti**

3.1. Etilspirts, 40 % V/V, d: 0,948 20 °C temperatūrā; neitralizēts pēc fenolftaleīna.

3.2. Karesa I šķīdums: ūdenī izšķīdina 21,9 g cinka acetāta $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ un 3 g ledus etiķskābes. Papildina ar ūdeni līdz 100 ml.

3.3. Karesa II šķīdums: ūdenī izšķīdina 10,6 g kālija ferocianīda $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$. Papildina ar ūdeni līdz 100 ml.

3.4. Metiloranžā 0,1 % (m/V) šķīdums.

3.5. Sālsskābes 4 n šķīdums.

3.6. Sālsskābes 0,1 n šķīdums.

3.7. Nātrija hidroksīda 0,1 n šķīdums.

3.8. Lufa-Šorla reaģents.

Uzmanīgi maisot, citronskābes šķīdumu (3.8.2.) pievieno nātrija karbonāta šķīdumam (3.4.2.). Pievieno vara sulfāta šķīdumu (3.8.1.) un papildina ar ūdeni līdz 1 litram. Nostādina līdz nākamajai dienai un filtrē. Pārbauda iegūtā šķīduma normalitāti (Cu 0,1 n; Na_2CO_3 2 n). Šķīduma pH vajadzētu būt apmēram 9,4.

3.8.1. Vara sulfāta šķīdums: 25 g no dzelzs attīrīta a.k. vara sulfāta $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ izšķīdina 100 ml ūdens.

3.8.2. Citronskābes šķīdums: 50 g a.k. citronskābes $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ izšķīdina 50 ml ūdens.

3.8.3. Nātrija karbonāta šķīdums: 143,8 g bezūdens a.k. nātrija karbonāta izšķīdina apmēram 300 ml silta ūdens. Atdzesē.

3.9. Nātrija tiosulfāta 0,1 n šķīdums.

3.10. Cietes šķīdums: 1 litram vāroša ūdens pievieno 5 g šķīstošās cietes maisījuma 30 ml ūdens. Vāra trīs minūtes, atdzesē un, ja vajadzīgs, kā konservantu pievieno 10 mg dzīvsudraba jodīda.

3.11. Sērskābes 6 n šķīdums.

3.12. Kālija jodīda 30 % (m/V) šķīdums.

3.13. Pumeka gabaliņi, kas izvārīti sālsskābē, mazgāti un izžāvēti.

3.14. 3-metil-butān-1-ols.

4. **Aparatūra**

Rotācijas tipa maisītājs: aptuveni 35 līdz 40 apgr./min.

5. **Procedūra**

5.1. *Parauga ekstrakcija*

Ar precizitāti līdz mg ņem 2,5 g lielu parauga iesvaru, ko pārnes 250 ml tilpuma mērkolbā. Pievieno 200 ml etanola šķīduma (3.1.) un vienu stundu maisa maisītājā. Pievieno 5 ml Karesa I šķīduma (3.2.) un maisa vienu minūti. Pievieno 5 ml Karesa II šķīduma (3.3.) un maisa vēl vienu minūti. Uzpilda ar etilspirta šķīdumu (3.1.) līdz zīmei, samaisa un filtrē. Ņem 200 ml filtrāta un, lai atdalītu lielāko daļu etanola, ietvaicē apmēram uz pusi. Ietvaicēto šķīdumu ar siltu ūdeni kvantitatīvi pārnes 200 ml tilpuma mērkolbā, atdzesē, papildina ar ūdeni līdz zīmei, samaisa un filtrē. Šo šķīdumu izmantos reducējošo cukuru un - pēc inversijas - arī kopējo cukuru daudzuma noteikšanai.

5.2. *Reducējošo cukuru noteikšana*

Ar pipeti ņem ne vairāk par 25 ml šķīduma, kurā, izsakot glikozē, ir ne vairāk kā 60 mg reducējošo cukuru. Ja vajadzīgs, tilpumu papildina ar ūdeni līdz 25 ml un nosaka reducējošos cukurus pēc Lufa-Šorla metodes. Rezultātu izsaka kā glikozes masas daļu procentos no parauga masas.

5.3. *Kopējā cukuru satura noteikšana pēc inversijas*

Ar pipeti ņem 50 ml šķīduma, ko pārnes 100 ml tilpuma mērkolbā. Pievieno dažus pilienus metiloranžā šķīduma (3.4.) un pēc tam, nepārtraukti maisot, uzmanīgi pievieno 4 n sālsskābes šķīdumu (3.5.), līdz šķidrums kļūst izteikti sarkans. Pievieno 15 ml sālsskābes 0,1 n šķīduma (3.6.) un kolbu uz trīsdesmit minūtēm ievieto strauji vārošies ūdens vannā. Ātri atdzesē līdz aptuveni 20 °C temperatūrai un pievieno 15 ml nātrija hidroksīda 0,1 n šķīduma (3.7.). Papildina ar ūdeni līdz 100 ml un samaisa. Ar pipeti ņem ne vairāk par 25 ml šķīduma, kurā, izsakot glikozē, ir ne vairāk par 60 mg reducējošo cukuru. Ja vajadzīgs, tilpumu papildina ar ūdeni līdz 25 ml un nosaka reducējošos cukurus pēc Lufa-Šorla metodes. Rezultātu izsaka glikozes vai, ja vajadzīgs, saharozes procentos, reizinot ar koeficientu 0,95.

5.4. *Titrēšana pēc Lufa-Šorla metodes*

Ar pipeti ņem 25 ml Lufa-Šorla reaģenta (3.8.), ko pārnes 300 ml tilpuma Erlenmeijera kolbā; pievieno precīzi 25 ml cukura dzidrināta šķīduma. Pievieno divus gabaliņus pumeka (3.13.) un, ar roku maisot, uz vidēja augstuma vaļējas liesmas šķīdumu apmēram divās minūtēs uzkarsē līdz vārīšanās temperatūrai. Erlenmeijera kolbu nekavējoties novieto uz metāla sieta, kas pārklāts ar azbestu un kuram ir caurums apmēram 6 cm diametrā, zem kura iedegta liesma. Liesmu noregulē tā, lai Erlenmeijera kolba tiktu sildīta tikai no apakšas. Erlenmeijera kolbai pievieno atteces dzesinātāju. Vāra precīzi desmit minūtes. Nekavējoties atdzesē aukstā ūdenī un pēc apmēram piecām minūtēm titrē šādi.

Pievieno 10 ml kālija jodīda šķīduma (3.12.) un tūlīt pēc tam pievieno 25 ml sērskābes 6 n šķīduma (3.11.) (uzmanīgi, iespējama ievērojama putu veidošanās). Titrē ar 0,1 n nātrija tiosulfāta šķīduma (3.9.), līdz parādās blāvi dzeltens krāsojums, pievieno cietes indikatoru (3.10.) un pabeidz titrēšanu.

Bez vārīšanas tādā pašā veidā titrē 25 ml precīzi mērīta Lufa-Šorla reaģenta (3.8.) un ūdens maisījumu, kam pievienoti 10 ml kālija jodīda šķīduma (3.12.) un 25 ml sērskābes 6 n šķīduma (3.11.).

6. **Rezultātu aprēķināšana**

Pēc tabulas nosaka glikozes daudzumu mg, kas atbilst divu titrēšanas rezultātu starpībai, ko izsaka 0,1 n nātrija tiosulfāta mililitros.

Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

7. **Īpašas procedūras**

7.1. Ja analizē barību, kurā ir daudz melases, kā arī citu veidu barību, kas nav īpaši viendabīga, ņem 20 g lielu iesvaru, ko ar 500 ml ūdens pārnes 1 l tilpuma mērkolbā. Vienu stundu maisa maisītājā. Dzidrina, izmantojot Karesa I (3.2.) un Karesa II (3.3.) reaktīvus pēc 5.1. punktā dotā apraksta, abus reaģentus ņemot četrreiz lielākā daudzumā. Uzpilda līdz zīmei ar 80 % V/V etanolu.

Samaisa un filtrē. Atdala etanolu pēc 5.1. punktā dotā apraksta. Ja paraugā nav dekstrīnā pārvērstas cietes, uzpilda līdz zīmei ar ūdeni.

7.2. Analizējot melasi un vienkāršo barību, kurā ir daudz cukuru un kas tikpat kā nesatur cieti (ceratonijas, žāvēti biešu graizījumi, u.c.), ņem 5 g iesvara, ko pārnes 250 ml tilpuma mērkolbā, pievieno 200 ml ūdens un vienu stundu, bet, ja vajadzīgs, arī ilgāk, maisa maisītājā. Dzidrina ar Karesa I (3.2.) un Karesa II (3.3.) reaģentiem pēc 5.1. punktā dotā apraksta. Uzpilda ar aukstu ūdeni līdz zīmei, samaisa un filtrē. Lai noteiktu kopējo cukuru saturu, analīzi turpina pēc 5.3. punktā dotā apraksta.

8. **Piezīmes**

8.1. Putošanās novēršanai pirms vārīšanas ar Lufa-Šorla reaģentu ieteicams pievienot (neatkarīgi no tilpuma) apmēram 1 ml 3-metil-butān-1-ola (3.14.).

8.2. Pēc glikozē izteikta kopējo cukuru daudzuma, ko nosaka pēc inversijas, un glikozē izteikta reducējošo cukuru daudzuma starpības, ko reizina ar koeficientu 0,95, nosaka saharozes saturu.

8.3. Reducējošos cukurus, izņemot laktozi, var noteikt pēc divām metodēm.

8.3.1. Aptuveniem aprēķiniem laktozes saturu reizina ar koeficientu 0,675, kas noteikts pēc citas metodes, un iegūto rezultātu atņem no reducējošo cukuru satura.

8.3.2. Precīziem reducējošo cukuru, izņemot laktozi, aprēķiniem vienam paraugam jāveic divas analīzes. Vienai analīzei ņem daļu šķīduma, kas iegūts saskaņā ar 5.1. punktā doto aprakstu, bet otrai analīzei – daļu šķīduma, ko iegūst pēc metodes laktozes noteikšanai (pēc citu cukuru fermentācijas un dzidrināšanas).

Abos gadījumos cukuru saturu nosaka pēc Lufa-Šorla metodes un aprēķina mg glikozes. No viena lieluma atņem otru un starpību izsaka procentos no parauga masas.

Piemērs

Divi abām analīzēm ņemto šķīdumu tilpumi atbilst 250 mg paraugam.

Pirmajā gadījumā patērēti 17 ml nātrija tiosulfāta 0,1 n šķīduma, kas atbilst 44,2 mg glikozes; otrajā – 11 ml, kas atbilst 27,6 mg glikozes.

Starpība ir 16,6 mg glikozes.

Tāpēc reducējošo cukuru (izņemot laktozi) saturs, pārrēķinot glikozē, ir:

$$\frac{4 \times 16{,}6}{10} = 6{,}64\,\%$$

0,1 n $Na_2S_2O_3$ šķīduma (ml) lielumu tabula 25 ml Lufa-Šorla reaģentam

Sildīšana - divas minūtes, vārīšana - desmit minūtes

0,1 n $Na_2S_2O_3$	Glikoze, fruktoze, invertcukuri $C_6H_{12}O_6$		Laktoze		Maltoze		0,1 n $Na_2S_2O_3$
ml	mg	starpība	mg	starpība	mg	starpība	ml
1	2,4	2,4	3,6	3,7	3,9	3,9	1
2	4,8	2,4	7,3	3,7	7,8	3,9	2
3	7,2	2,5	11,0	3,7	11,7	3,9	3
4	9,7	2,5	14,7	3,7	15,6	4,0	4
5	12,2	2,5	18,4	3,7	19,6	3,9	5
6	14,7	2,5	22,1	3,7	23,5	4,0	6
7	17,2	2,6	25,8	3,7	27,5	4,0	7
8	19,8	2,6	29,5	3,7	31,5	4,0	8
9	22,4	2,6	33,2	3,8	35,5	4,0	9
10	25,0	2,6	37,0	3,8	39,5	4,0	10
11	27,6	2,7	40,8	3,8	43,5	4,0	11
12	30,3	2,7	44,6	3,8	47,5	4,1	12
13	33,0	2,7	48,4	3,8	51,6	4,1	13
14	35,7	2,8	52,2	3,8	55,7	4,1	14
15	38,5	2,8	56,0	3,9	59,8	4,1	15
16	41,3	2,9	59,9	3,9	63,9	4,1	16
17	44,2	2,9	63,8	3,9	68,0	4,2	17
18	47,1	2,9	67,7	4,0	72,2	4,3	18
19	50,0	3,0	71,7	4,0	76,5	4,4	19
20	53,0	3,0	75,7	4,1	80,9	4,5	20
21	56,0	3,1	79,8	4,1	85,4	4,6	21
22	59,1	3,1	83,9	4,1	90,0	4,6	22
23	62,2		88,0		94,6		23

13. TEOBROMĪNA NOTEIKŠANA

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt teobromīna saturu kakao pupiņu pārstrādes blakusproduktos.

2. **Princips**

Teobromīnu ekstraģē ar hloroformu. Ekstraktu iztvaicē, izšķīdina ūdenī un apstrādā ar noteiktu daudzumu sudraba nitrāta šķīduma. Izdalījušos slāpekļskābi titrē ar nātrija hidroksīda šķīdumu.

3. **Reaģenti**

3.1. Hloroforms, a.k.

3.2. Amonjaka šķīdums, d: 0,958.

3.3. Nātrija sulfāts, a.k., bezūdens.

3.4. Nātrija hidroksīda 0,1 n šķīdums.

3.5. Sudraba nitrāta 0,1 n šķīdums.

3.6. Fenolsarkanā 1 % (m/V) šķīdums etanolā.

3.7. Petrolēteris, viršanas temp. 40-60 °C.

4. **Aparatūra**

500 ml tilpuma plakandibena kolbas ar pieslīpēta stikla aizbāžņiem.

5. **Procedūra**

Ar precizitāti līdz mg ņem ne vairāk kā 10 g iesvara, kas satur ne vairāk kā 80 mg teobromīna, pārnes 500 ml tilpuma plakandibena kolbā ar pieslīpēta stikla aizbāzni, pievieno 270 ml hloroforma (3.1.) un 10 ml amonjaka šķīduma (3.2.). Kolbu noslēdz ar aizbāzni un piecas minūtes enerģiski krata. Pievieno 12 g bezūdens nātrija sulfāta (3.3.), krata un nostādina līdz nākamajai dienai. Filtrē 500 ml tilpuma Erlenmeijera kolbā un atlikumu mazgā ar 100 ml hloroforma (3.1.). Atdestilē šķīdinātāju un tā paliekas atdala uz verdoša ūdens vannas. Ekstraktu izšķīdina atkārtoti 50 ml ūdens un uzkarsē līdz vārīšanās temperatūrai.

Atdzesē, precīzi neitralizē ar nātrija hidroksīda šķīdumu (3.4.), lietojot 0,5 ml fenolsarkanā šķīduma (3.6.). Pievieno 20 ml sudraba nitrāta šķīduma (3.5). Izdalījušos slāpekļskābi titrē ar nātrija hidroksīda šķīdumu (3.4.) līdz indikatora krāsas maiņai (pH 7,4.).

6. **Rezultātu aprēķināšana**

1 ml 0,1 n NaOH = 18 mg teobromīna.

Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

7. **Piezīmes**

Produkti, kas satur vairāk par 8 % taukvielu, vispirms jāattauko, sešas stundas ekstraģējot ar petrolēteri (viršanas temp. 40 - 60 °C).

14. URĪNVIELAS NOTEIKŠANA

1. Mērķis un darbības joma

Šī metode ļauj noteikt urīnvielas saturu barībā.

2. Princips

Paraugu kopā ar dzidrināšanas aģentu iejauc ūdenī. Suspensiju filtrē. Urīnvielas saturu filtrātā nosaka pēc 4-dimetilaminobenzaldehīda (4-DMAB) pievienošanas, ar spektrofotometru mērot optisko blīvumu pie 420 nm.

3. Reaģenti

3.1. 4-dimetilaminobenzaldehīda šķīdums: izšķīdina 1,6 g 4-DAMB 100 ml 96 % etanola un pievieno 10 ml a.k. sālsskābes (d: 1,19). Šo reaģentu var glabāt ne ilgāk par divām nedēļām.

3.2. Karesa I šķīdums: ūdenī izšķīdina 21,9 g cinka acetāta $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ un 3 g ledus etiķskābes. Papildina ar ūdeni līdz 100 ml.

3.3. Karesa II šķīdums: ūdenī izšķīdina 10,6 g kālija ferocianīda $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$. Papildina ar ūdeni līdz 100 ml.

3.4. Aktīvā ogle, a.k., kas neabsorbē urīnvielu (jāpārbauda).

3.5. Urīnvielas, a.k., 0,1 % (m/V) šķīdums.

4. Aparatūra

4.1. Rotācijas tipa maisītājs: aptuveni 35 līdz 40 apgr./min.

4.2. Mēģenes: 160 × 16 mm ar pieslīpēta stikla aizbāžņiem.

4.3. Spektrofotometrs.

5. Procedūra

5.1. *Parauga analīze*

Nosver 2 g parauga ar precizitāti līdz 1 mg un kopā ar 1 g aktīvās ogles (3.4.) pārnes 500 ml tilpuma mērkolbā. Pievieno 400 ml ūdens un pa 5 ml Karesa I šķīduma (3.2.) un Karesa II šķīduma (3.3.). Trīsdesmit minūtes maisa maisītājā. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei, samaisa un filtrē.

Ņem 5 ml caurspīdīgā bezkrāsas filtrāta, pārnes mēģenē ar pieslīpēta stikla aizbāzni, pievieno 5 ml 4-DMAB šķīduma (3.1.) un samaisa. Mēģeni ievieto ūdens vannā 20 °C temperatūrā. Pēc piecpadsmit minūtēm ar spektrofotometru pie 420 nm mēra parauga šķīduma optisko blīvumu. Salīdzina ar reaģentu tukšā parauga šķīdumu.

5.2. *Kalibrēšanas līkne*

Ņem pa 1, 2, 4, 5 un 10 ml urīnvielas šķīduma (3.5.), pārnes 100 ml tilpuma mērkolbās un papildina ar ūdeni līdz zīmei. Ņem 5 ml no katra šķīduma, pievieno pa 5 ml 4-DMAB šķīduma (3.1.), samaisa un iepriekš aprakstītajā veidā mēra optisko blīvumu pret kontrolšķīdumu, kas sastāv no 5 ml 4-DMAB un 5 ml ūdens, kurš nesatur urīnvielu. Konstruē kalibrēšanas līkni.

6. Rezultātu aprēķināšana

Pēc kalibrēšanas līknes nosaka urīnvielas daudzumu paraugā.

Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

7. **Piezīmes**

7.1. Ja urīnvielas saturs ir lielāks par 3 %, iesvaru samazina līdz 1 g vai sākotnēji pagatavoto šķīdumu atšķaida tā, lai 500 ml nebūtu vairāk par 50 mg urīnvielas.

7.2. Ja urīnvielas saturs ir zems, parauga iesvara masu palielina, ievērojot nosacījumu, ka no tā iegūtais filtrāts ir caurspīdīgs un bezkrāsains.

7.3. Ja paraugs satur tādus vienkāršus slāpekļa savienojumus kā aminoskābes, optisko blīvumu mēra pie 435 nm.

---

15. **LUPĪNAS ALKALOĪDU NOTEIKŠANA**

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt alkaloīdu saturu lupīnas sēklās.

2. **Princips**

Alkaloīdus izšķīdina dietilētera un hloroforma maisījumā un ekstraģē ar sālsskābi. Alkaloīdus izgulsnē silīcijvolframskābes šķīdumā, nogulsnes pārpelno un atlikumu nosver.

3. **Reaģenti**

3.1. Dietilēteris.

3.2. Hloroforms.

3.3. Nātrija hidroksīda 4 n šķīdums.

3.4. Sālsskābes 0,3 n šķīdums.

3.5. Nātrija hlorīds, a.k.

3.6. Slilīcijvolframskābes $SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 26H_2O$ 10 % (m/V) šķīdums.

4. **Aparatūra**

4.1. Mehāniskais maisītājs.

4.2. Platīna, kvarca vai porcelāna tīģeļi pārpelnošanai.

4.3. Termostatējama elektriskā mufeļkrāsns.

5. **Procedūra**

Ar precizitāti līdz 5 mg ņem 15 g lielu parauga iesvaru, ko pārnes ar pieslīpēta stikla aizbāzni noslēdzamā apmēram 200 ml tilpuma traukā (piemēram, šķirpiltuvē). Pievieno precīzi 100 ml dietilētera (3.1.) un 50 ml hloroforma (3.2.) un pēc tam ar graduētu pipeti 10 ml nātrija hidroksīda šķīduma (3.3.). Lai novērstu nogulsnēšanos, enerģiski krata. Vairākas reizes atkārtoti sakrata un atstāj līdz nākamajai dienai. Ja augšējais šķidruma slānis nav pilnīgi dzidrs, pievieno dažus pilienus ūdens. Ētera un hloroforma maisījuma slāni filtrē. 50 ml tilpuma mērkolbā savāc 50 ml filtrāta, ko ar 50 ml dietilētera (3.1.) kvantitatīvi pārnes 150 ml tilpuma šķirpiltuvē. Trīs reizes ekstraģē, lietojot pa 20 ml sālsskābes (3.4.), nostādina un pēc katras ekstrakcijas savāc skābes ekstraktu. Skābes ekstraktus savāc 250 ml tilpuma vārglāzē un, uzmanīgi sildot, atdala ētera un hloroforma pēdas. Pievieno apmēram 1 g nātrija hlorīda (3.5.), atdzesē un alkaloīdus izgulsnē silīcijvolframskābes šķīdumā (3.6.). Trīsdesmit minūtes maisa ar mehānisko maisītāju. Nostādina līdz nākamajai dienai, filtrē caur bezpelnu filtru un nogulsnes vispirms divreiz mazgā ar 10 ml, bet pēc tam divreiz ar 5 ml sālsskābes (3.4.).

Filtru ar nogulsnēm ievieto tīģelī un pārpelno 900 °C temperatūrā. Atdzesē un nosver.

6. **Rezultātu aprēķināšana**

Alkaloīdu saturu paraugā nosaka, reizinot pelnu masu ar koeficientu 0,2.

Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

---

16. **UREĀZES AKTIVITĀTES NOTEIKŠANA SOJAS PRODUKTOS**

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt ureāzes aktivitāti sojas produktos un noteikt to, vai šie produkti ir pietiekami ilgi termiski apstrādāti.

2. **Princips**

Ureāzes aktivitāti nosaka pēc amonjaka slāpekļa daudzuma, kas uz 1 g produkta 30 °C temperatūrā vienas minūtes laikā izdalās no urīnvielas šķīduma.

3. **Reaģenti**

3.1. Sālsskābes 0,1 n šķīdums.

3.2. Nātrija hidroksīda 0,1 n šķīdums.

3.3. Fosfātu 0,05 M buferšķīdums, kurā uz 1000 ml ir 4,45 g dinātrija fosfāta ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$) un 3,40 g kālija fosfāta (KH_2PO_4).

3.4. Svaigi pagatavots urīnvielas buferšķīdums, kurā uz 1000 ml buferšķīduma (3.3.) ir 30,0 g urīnvielas; pH 6,9-7,0.

4. **Aparatūra**

4.1. Potenciometriskās titrēšanas iekārta vai augstas jutības pH-metrs (0,02 pH) ar magnētisko maisītāju.

4.2. Termostatējama ūdens vanna, kas ieregulēta 30 °C temperatūrā.

4.3. Mēģenes (150 × 18 mm) ar pieslīpēta stikla aizbāžņiem.

5. **Procedūra**

Sasmalcina apmēram 20 g parauga (piemēram, kafijas dzirnaviņās) tā, lai tas izietu cauri sietam ar 0,2 mm lielām acīm. Ar precizitāti līdz mg ņem 0,2 g sasmalcinātā parauga iesvara, ko pārnes mēģenē ar pieslīpēta stikla aizbāzni un pievieno 10 ml urīnvielas buferšķīduma (3.4.). Mēģeni nekavējoties noslēdz ar aizbāzni un enerģiski krata. Mēģeni precīzi uz trīsdesmit minūtēm ievieto ūdens vannā, kas noregulēta precīzi 30 °C temperatūrā. Nekavējoties pievieno 10 ml sālsskābes 0,1 n šķīduma (3.1.), strauji atdzesē līdz 20 °C, un mēģenes saturu, divreiz skalojot ar 5 ml ūdens, kvantitatīvi pārnes titrēšanas traukā. Ar stikla elektrodu (4.1.) elektrometriski ar 0,1 n nātrija hidroksīda šķīdumu (3.2.) nekavējoties un ātri titrē līdz pH 4,7.

Tukšo paraugu analizē šādi:

Ar precizitāti līdz mg ņem 0,2 g sasmalcinātā parauga iesvara, ko ātri pārnes mēģenē ar pieslīpēta stikla aizbāzni, pievieno 10 ml 0,1 n sālsskābes šķīduma (3.1.) un 10 ml urīnvielas buferšķīduma (3.4.). Mēģeni nekavējoties atdzesē ledus ūdenī, kur to tur trīsdesmit minūtes. Iepriekš norādītajos apstākļos mēģenes saturu pārnes traukā titrēšanai, lietojot 0,1 n nātrija hidroksīda šķīdumu (3.2.) līdz pH 4,7.

6. **Aprēķins**

Ureāzes aktivitāti aprēķina pēc formulas:

$$\frac{\text{mg N}}{\text{g min}} \text{ pie } \frac{1 \times 4(b - a)}{30 \times E}$$

kur:

a = parauga titrēšanai patērētais 0,1 n nātrija hidroksīda šķīduma tilpums mililitros,

b = tukšajam paraugam patērētais 0,1 n nātrija hidroksīda šķīduma tilpums mililitros,

E = parauga masa gramos.

7. **Piezīmes**

7.1. Šī metode piemērota ureāzes aktivitātes noteikšanai līdz 1 mg/n/g 30 °C temperatūrā. Produktiem ar augstāku ureāzes aktivitāti parauga iesvaru var samazināt līdz 50 mg.

7.2. Produkti, kas satur vairāk par 10 % taukvielu, vispirms aukstumā jāatauko.