31985L0503

L 308/12 *EUROPOS BENDRIJŲ OFICIALUSIS LEIDINYS* 1985 11 20

PIRMOJI KOMISIJOS DIREKTYVA
1985 m. spalio 25 d.
dėl valgomųjų kazeinų ir kazeinatų analizės metodų

(85/503/EEB)

EUROPOS BENDRIJŲ KOMISIJA,

atsižvelgdama į Europos ekonominės bendrijos steigimo sutartį,

atsižvelgdama į 1983 m. liepos 25 d. Tarybos direktyvą 83/417/EEB dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su kai kuriais žmonėms vartoti skirtais laktoproteinais (kazeinais ir kazeinatais) ([1]), suderinimo, ypač į jos 9 straipsnio b punktą,

kadangi pagal Direktyvos 83/417/EEB 9 straipsnio b punktą reikalaujama, kad būtų nustatyti Bendrijos analizės metodai tam tikrų valgomųjų kazeinų ir kazeinatų sudėčiai kontroliuoti;

kadangi galima priimti metodų, kurie yra jau ištirti, pradinį rinkinį;

kadangi šioje direktyvoje numatytos priemonės atitinka Maisto produktų nuolatinio komiteto nuomonę,

PRIĖMĖ ŠIĄ DIREKTYVĄ:

1 straipsnis

Valstybės narės imasi visų būtinų priemonių, kad analizė, reikalinga I priede nustatytiems kriterijams patvirtinti, būtų daroma taikant II priede apibūdintus metodus.

2 straipsnis

Valstybės narės priima įstatymus ir kitus teisės aktus, kurie, įsigalioję ne vėliau kaip 1987 m. gegužės 1 d., įgyvendina šią direktyvą. Apie tai jos nedelsdamos praneša Komisijai.

3 straipsnis

Ši direktyva skirta valstybėms narėms.

Priimta Briuselyje, 1985 m. spalio 25 d.

Komisijos vardu
COCKFIELD
Pirmininko pavaduotojas

([1]) OL L 237, 1983 8 26, p. 25.

I PRIEDAS

PIRMOSIOS BENDRIJOS DIREKTYVOS DĖL VALGOMŲJŲ KAZEINŲ IR KAZEINATŲ ANALIZĖS METODŲ TAIKYMO SRITIS

I. **Bendrosios nuostatos**

II. **Drėgmės nustatymas:**

— rūgščiuosiuose kazeinuose, taikomas 1 metodas, II priedas,

— šliužo kazeinuose, taikomas 1 metodas, II priedas,

— kazeinatuose, taikomas 1 metodas, II priedas.

III. **Baltymų kiekio nustatymas:**

— rūgščiuosiuose kazeinuose, taikomas 2 metodas, II priedas,

— šliužo kazeinuose, taikomas 2 metodas, II priedas,

— kazeinatuose, taikomas 2 metodas, II priedas.

IV. **Titruojamojo rūgštingumo nustatymas:**

— rūgščiųjų kazeinų, taikomas 3 metodas, II priedas.

V. **Pelenų (įskaitant P_2O_5) nustatymas:**

— rūgščiuosiuose kazeinuose, taikomas 4 metodas, II priedas,

— šliužo kazeinuose, taikomas 5 metodas, II priedas.

VI. **pH nustatymas:**

— kazeinatų, taikomas 6 metodas, II priedas.

II PRIEDAS

VALGOMŲJŲ KAZEINŲ IR KAZEINATŲ SUDĖTIES ANALIZĖS METODAI

BENDROSIOS NUOSTATOS

1. ANALIZĖS ĖMINIO RUOŠIMAS

1.1. **Bendrosios nuostatos**

Laboratorinei analizei imamas ne mažesnis kaip 200 g masės ėminys.

1.2. **Ėminio ruošimas laboratorinei analizei**

1.2.1. Kratydami ir vartydami indą, laboratorinį ėminį gerai sumaišykite, susmulkinkite visus gabalus ir t. t. (kad galėtumėte atlikti šį veiksmą, jei reikia, visą laboratorinį ėminį prieš tai sudėkite į pakankamos talpos hermetišką indą (dukart didesnio nei ėminys tūrio)).

1.2.2. Atitinkamą gerai sumaišyto laboratorinio ėminio (1.2.1) dalį, t. y. apie 50 g, supilkite į bandymų sietą (3.3).

1.2.3. Jei 50 g masės ėminio dalis visiškai arba beveik visiškai nusisijoja (bent 95 % masės) per sietą (3.3), nustatymui naudokite ėminį, paruoštą pagal 1.2.1.

1.2.4. Priešingu atveju 50 g masės ėminio dalį malimo įtaisu (3.4) sumalkite taip, kad ėminys atitiktų sijojimo kriterijų (1.2.3). Visą nusijotą ėminį nedelsiant suberkite į pakankamos talpos hermetišką indą (dukart didesnio nei ėminys tūrio) ir gerai sumaišykite, jį kratydami ir vartydami. Darydami šiuos veiksmus, imkitės atsargumo priemonių, kad būtų išvengta drėgmės kiekio pokyčių.

1.2.5. Paruošus bandinį, bet kuris nustatymas turėtų būti atliekamas kiek įmanoma greičiau.

1.3. **Indai**

Ėminys visuomet turi būti laikomas hermetiškame inde.

2. REAGENTAI

2.1. **Vanduo**

2.1.1. Tirpalui ruošti, skiesti arba plauti turėtų būti naudojamas distiliuotas arba bent tokio pat grynumo demineralizuotas vanduo.

2.1.2. Kai be papildomos nuorodos kalbama apie „tirpalą“ arba „skiedimą“, tai yra „vandeninis tirpalas“ arba „skiedimas vandeniu“.

2.2. **Cheminės medžiagos**

Visos naudojamos cheminės medžiagos turi būti pripažintos kokybės analiziniai reagentai, išskyrus atvejus, kai yra nurodyta kitaip.

3. ĮRANGA

3.1. **Įrangos sąrašai**

Į įrangos sąrašus yra įtraukta tik specialios paskirties ir konkrečias charakteristikas atitinkanti įranga.

3.2. **Analizinės svarstyklės**

Analizinės svarstyklės – svarstyklės, kuriomis būtų galima sverti ne mažiau kaip 0,1 mg.

3.3. **Bandymų sietas**

Naudojami bandymų sietai turi būti su dangčiu, 200 mm skersmens, pagaminti iš vielinio audinio, kurio vardinis akučių dydis – 500 µm. Leistinos akučių tolerancijos ir vielos skersmens vertės yra nurodytos ISO 3310–1 (Bandymų sietai. Techniniai reikalavimai ir bandymas. 1 dalis. Metalinės vielos audinys. ISO 3310–1:1975).

Sietai turi būti su rinktuvu.

3.4. **Malimo įtaisas**

Jei laboratorinį ėminį būtina sumalti (žr. 1.2.4), neturi būti naudojamas plaktukinis trupintuvas, kad neišsiskirtų per daug šilumos ir drėgmė nebūtų prarasta arba sugerta.

4. REZULTATŲ IŠRAIŠKA

4.1. **Rezultatai**

Analizės ataskaitoje užfiksuotas rezultatas pateikiamas kaip vidutinė vertė, gauta darant du nustatymus, atitinkančius to metodo pakartojamumo kriterijų.

4.2. **Procentinės dalies apskaičiavimas**

Išskyrus atvejus, kai yra nurodyta kitaip, rezultatas apskaičiuojamas kaip ėminio masės procentinė dalis.

5. BANDYMŲ ATASKAITA

Bandymų ataskaitoje nurodomas taikytas analizės metodas ir gauti rezultatai. Be to, ataskaitoje turi būti paminėtos visos analizės metode nenurodytos arba neprivalomos metodikos detalės ir visos aplinkybės, kurios galėtų daryti įtaką gautiems rezultatams. Bandymų ataskaitoje turi būti visa informacija, reikalinga ėminiui išsamiai identifikuoti.

1 METODAS

DRĖGMĖS KIEKIO NUSTATYMAS

1. TAIKYMO MASTAS IR SRITIS

Šiuo metodu nustatomas drėgmės kiekis:

— rūgščiuosiuose kazeinuose,

— šliužo kazeinuose,

— kazeinatuose.

2. APIBRĖŽIMAS

Kazeinų ir kazeinatų drėgmės kiekis: nurodytu metodu nustatytas nuodžiūvis.

3. METODO ESMĖ

Ėminio dalis džiovinama iki pastoviosios masės atmosferinio slėgio džiovinimo spintoje esant 102 °C ± 1 °C temperatūrai ir nustatoma liekamoji masė. Nuodžiūvis apskaičiuojamas kaip ėminio masės procentinė dalis.

4. APARATŪRA

4.1. **Analizinės svarstyklės**

4.2. **Lėkštelės,** plokščiadugnės, pagamintos iš medžiagos, kuri bandymo sąlygomis nebijotų korozijos, pvz., iš nikelio, aliuminio, nerūdijančio plieno arba stiklo. Lėkštelės turi būti sandariai uždengtos, tačiau dangčiai turi lengvai nusikelti. Tinkami matmenys: skersmuo 60–80 mm, gylis apie 25 mm.

4.3. **Atmosferinio slėgio džiovinimo spinta**, gerai vėdinama, su termostatu temperatūrai (102 °C ± 1 °C) nustatyti. Temperatūra turėtų būti vienoda visoje spintoje.

4.4. **Eksikatorius,** pripildytas šviežiai aktyvinto silikagelio arba lygiaverčio džioviklio, su vandens kiekio indikatoriumi.

4.5. **Įtaisas lėkštelėms paimti,** pvz., laboratorinės žnyplės.

5. DARBO EIGA

5.1. **Bandinio ruošimas**

Kaip aprašyta bendrųjų nuostatų 1.2 punkte.

5.2. **Lėkštelės ruošimas**

5.2.1. Neuždengtą lėkštelę ir jos dangtį (4.2) ne mažiau kaip vieną valandą kaitinkite džiovinimo spintoje (4.3), kurios temperatūra 102 °C ± 1 °C.

5.2.2. Lėkštelę uždenkite, uždengtą lėkštelę įdėkite į eksikatorių (4.4), atvėsinkite iki svarstyklių kambario temperatūros ir pasverkite 0,1 mg tikslumu (m_0).

5.3. **Bandinio tiriamoji dalis**

Į lėkštelę įdėkite 3–5 g bandinio (5.1), lėkštelę uždenkite ir pasverkite 0,1 mg tikslumu (m_1).

5.4. **Nustatymas**

5.4.1. Dangtį nuimkite ir lėkštelę keturioms valandoms įdėkite į džiovinimo spintą (4.3), kurios temperatūra 102 °C ± 1 °C.

5.4.2. Lėkštelę uždenkite, perneškite į eksikatorių, atvėsinkite iki svarstyklių kambario temperatūros ir pasverkite 0,1 mg tikslumu.

5.4.3. Dangtį nuimkite ir lėkštelę kartu su dangčiu dar kartą vieną valandą pakaitinkite džiovinimo spintoje. Pakartokite 5.4.2 veiksmą.

5.4.4. Jei pagal 5.4.3 gauta masė yra daugiau nei 1 mg mažesnė už pagal 5.4.2 gautą masę, pakartokite 5.4.3 veiksmą.

Jei masė padidėja, apskaičiavimui (6.1) imkite mažesnę masės vertę.

Tarkime, galutinė masė yra m_2 g. Visas džiovinimo laikas paprastai turėtų būti ne ilgesnis kaip šešios valandos.

6. REZULTATŲ IŠRAIŠKA

6.1. **Apskaičiavimo metodas**

Ėminio nuodžiūvis, išreikštas kaip ėminio masės procentinė dalis, apskaičiuojamas taip:

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

čia:

m_0 = lėkštelės ir jos dangčio masė po 5.2 veiksmo, g;

m_1 = lėkštelės, jos dangčio ir bandinio dalies masė prieš džiovinimą (5.3 veiksmas), g;

m_2 = lėkštelės, jos dangčio ir bandinio dalies masė po džiovinimo (5.4.3 arba 5.4.4 veiksmas), g.

Nuodžiūvį apskaičiuokite 0,01 % tikslumu.

6.2. **Pakartojamumas**

Dviejų to paties ėminio nustatymų, kuriuos tas pat analitikas vienodomis sąlygomis daro vienu metu arba greitai vieną po kito, rezultatų skirtumas turi būti ne didesnis kaip 0,1 g drėgmės 100 g produkto.

Toks pakartojamumo intervalas turėtų būti gautas 95 % metodo taikymo atvejų.

2 METODAS

BALTYMŲ KIEKIO NUSTATYMAS

1. TAIKYMO MASTAS IR SRITIS

Šiuo metodu nustatomas baltymų kiekis:

— rūgščiuosiuose kazeinuose,

— šliužo kazeinuose,

— kazeinatuose,

išskyrus tuos, kurie turi amonio kazeinato arba kitų amonio ar azoto nebaltyminių junginių.

2. APIBRĖŽIMAS

Baltymų kiekis: nurodytu metodu nustatytas azoto kiekis, padaugintas iš 6,38 ir išreikštas kaip masės procentinė dalis.

3. METODO ESMĖ

Kad organinis azotas būtų paverstas amoniakiniu azotu, bandinys suardomas kalio sulfato ir sieros rūgšties mišiniu, kaip katalizatorių naudojant vario (II) sulfatą. Amoniakas distiliuojamas ir sugeriamas boro rūgšties tirpalu, titruojamas etaloniniu vandenilio chlorido rūgšties tirpalu. Azoto kiekis į baltymų kiekį perskaičiuojamas padauginus iš 6,38.

4. REAGENTAI

4.1. **Sieros rūgštis, koncentruota**, S_2O 1,84 g/ml.

4.2. **Kalio sulfatas, bevandenis** (K_2SO_4).

4.3. **Vario (II) sulfato pentahidratas** ($CuSO_4 \times 5H_2O$).

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

4.5. **Boro rūgštis,** 40 g/l tirpalas.

4.6. **Natrio hidroksidas**, koncentruotas vandeninis 30 % (m/m) tirpalas, neturintis karbonatų.

4.7. **Vandenilio chlorido rūgštis**, 0,1 mol/l.

4.8. **Indikatorių mišinys**. Sumaišykite vienodus 2 g/l metilo raudonojo tirpalo tūrius ne mažiau kaip 95 % (V/V) etanolyje ir 1 g/l metileno mėlynojo tirpalo – ne mažiau kaip 95 % (V/V) etanolyje.

5. APARATŪRA

5.1. **Analizinės svarstyklės**

5.2. **Kjeldalio kolba**, 500 ml tūrio.

5.3. **Suardymo aparatas** Kjeldalio kolbai (5.2) laikyti pasvirusioje padėtyje ir kaitinimo įtaisas, kuris kolbos nekaitintų aukščiau joje esančio skysčio lygio.

5.4. **Kondensatorius** su tiesiu vidiniu vamzdžiu.

5.5. **Išleidžiamasis antgalis su apsauginiu burbulu,** prie apatinio kondensatoriaus (5.4) galo prijungtas šlifo mova arba guminiu vamzdžiu. Jei naudojamas guminis vamzdis, stiklinių dalių galai turi būti arti vienas kito.

5.6. **Apsauginė gaudyklė,** minkštais, gerai užsandarinančiais guminiais arba kitokiais kamščiais prijungta tarp Kjeldalio kolbos (5.2) ir kondensatoriaus (5.4).

5.7. **Kūginė kolba,** 500 ml tūrio.

5.8. **Graduoti cilindrai,** 50 ml ir 100 ml tūrio.

5.9. **Biuretė,** 50 ml tūrio, su 0,1 ml padalomis.

5.10. **Virinimo pagalbinės priemonės:**

5.10.1. Suardymui: maži kieto porceliano gabaliukai arba stikliniai karoliukai.

5.10.2. Distiliavimui: šviežiai iškaitintos pemzos gabaliukai.

6. DARBO EIGA

6.1. **Bandinio ruošimas**

Kaip aprašyta bendrųjų nuostatų 1.2 punkte.

6.2. **Amoniakinio azoto buvimo tikrinimas**

Jei manote, kad gali būti amonio kazeinato arba kitų amoniako junginių, padarykite tokį bandymą. Į mažą kūginę kolbą su 1 g ėminio įpilkite 10 ml vandens ir 100 mg magnio oksido. Nuplaukite visą ant sienelių nusėdusį magnio oksidą ir kolbą užkimškite kamščiamedžio kamščiu, tarp kolbos kakliuko ir kamščio įdėję sudrėkintą raudoną lakmuso popieriaus juostelę. Kolbos turinį gerai sumaišykite ir pašildykite ant vandens vonios esant 60–65 °C. Jei per 15 min. lakmuso juostelė nusidažo mėlynai, ėminyje yra amoniako, ir metodas netinka (žr. 1 skirsnį).

6.3. **Tuščiasis bandymas**

Nustatydami azoto kiekį ėminyje, kartu darykite tuščiąjį bandymą, vietoj bandinio tiriamosios dalies naudodami maždaug 0,5 g sacharozės (4.4), tą pačią aparatūrą, tuos pačius visų reagentų kiekius ir taikydami tą pačią, 6.5 aprašytą, metodiką. Jei darant tuščiąjį titravimą sunaudojama daugiau kaip 0,5 ml 0,1 mol/l rūgšties, reagentai turi būti patikrinti ir negrynas reagentas arba reagentai turi būti išgryninti arba pakeisti.

6.4. **Bandinio tiriamoji dalis**

Į Kjeldalio kolbą (5.2) įpilkite 0,3–0,4 g bandinio (6.1), pasverto 0,1 mg tikslumu.

6.5. **Nustatymas**

6.5.1. Į kolbą įdėkite keletą porceliano gabaliukų arba keletą stiklinių karoliukų (5.10.1) ir maždaug 10 g bevandenio kalio sulfato (4.2).

Įdėkite 0,2 g vario (II) sulfato (4.3) ir kolbos kakliuką nuplaukite nedideliu kiekiu vandens. Įpilkite 20 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.1). Kolbos turinį sumaišykite.

Suardymo aparato kolbą (5.3) nestipriai kaitinkite tol, kol jos turinys nustos putoti, ir nestipriai virkite tol, kol tirpalas pasidarys skaidrus ir pranyks vos įžiūrima žalsvai mėlyna spalva. Kaitinamą kolbą retkarčiais pasukiokite.

Virkite toliau, kaitinimą reguliuodami taip, kad garų kondensacija vyktų ne aukščiau kolbos kakliuko vidurio. Dar pakaitinkite 90 min., vengdami vietinio perkaitinimo.

Atvėsinkite iki kambario temperatūros. Atsargiai įpilkite maždaug 200 ml vandens ir įdėkite keletą gabaliukų pemzos (5.10.2). Sumaišykite ir vėl atvėsinkite.

6.5.2. Į kūginę kolbą (5.7) įpilkite 50 ml boro rūgšties tirpalo (4.5) ir keturis lašus indikatoriaus (4.8). Sumaišykite. Kūginę kolbą pastatykite po kondensatoriumi (5.4) taip, kad jo išleidžiamojo antgalio (5.5) galiukas pasinertų į boro rūgšties tirpalą. Naudodami graduotą cilindrą (5.8), į Kjeldalio kolbą įpilkite 80 ml natrio hidroksido tirpalo (4.6). Tai darydami, kolbą palenkite, kad natrio hidroksido tirpalas tekėtų kolbos sienele ir ant dugno sudarytų sluoksnį.

Kjeldalio kolbą ir kondensatorių iš karto sujunkite apsaugine gaudykle (5.6).

Atsargiai sukite Kjeldalio kolbą, kad susimaišytų jos turinys. Iš pradžių nestipriai pavirkite, bet taip, kad nesusidarytų jokių putų. Toliau distiliuokite taip, kad maždaug per 30 min. būtų surinkta 150 ml distiliato. Distiliato temperatūra turėtų būti mažesnė kaip 25 °C. Likus maždaug dviem minutėms iki distiliavimo pabaigos, kūginę kolbą nuleiskite tiek, kad išleidžiamojo antgalio galiukas būtų virš rūgšties tirpalo, ir galiuką nuplaukite nedideliu kiekiu vandens. Nutraukite kaitinimą, nuimkite išleidžiamąjį antgalį ir jo vidines bei išorines sieneles nuplaukite nedideliu kiekiu vandens, plovimo vandenį surinkdami kūginėje kolboje.

6.5.3. Kūginėje kolboje esantį distiliatą titruokite etaloniniu titrimetriniu vandenilio chlorido rūgšties tirpalu (4.7).

7. REZULTATŲ IŠRAIŠKA

7.1. **Apskaičiavimo formulė ir metodas**

Baltymų kiekis ėminyje, išreikštas kaip masės procentinė dalis, apskaičiuojamas pagal formulę:

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

čia:

V_1 nustatymui (6.5) sunaudotas etaloninio titrimetrinio vandenilio chlorido rūgšties tirpalo (4.7) tūris, ml;

V_2 tuščiajam bandymui (6.3) sunaudotas etaloninio titrimetrinio vandenilio chlorido rūgšties tirpalo (4.7) tūris, ml;

T etaloninio titrimetrinio vandenilio chlorido rūgšties tirpalo (4.7) koncentracija, mol/l;

m bandinio tiriamosios dalies masė, g.

Baltymų kiekį apskaičiuokite 0,1 % tikslumu.

7.2. **Pakartojamumas**

Dviejų to paties ėminio nustatymų, kuriuos tas pat analitikas vienodomis sąlygomis daro vienu metu arba greitai vieną po kito, rezultatų skirtumas turi būti ne didesnis kaip 0,5 g baltymų 100 g produkto.

Toks pakartojamumo intervalas turėtų būti gautas 95 % metodo taisyklingo taikymo atvejų.

3 METODAS

TITRUOJAMOJO RŪGŠTINGUMO NUSTATYMAS

1. TAIKYMO APIMTIS IR SRITIS

Metodu nustatomas titruojamasis rūgštingumas:

— rūgščiųjų kazeinų.

2. APIBRĖŽIMAS

Rūgščiųjų kazeinų titruojamasis rūgštingumas: etaloninio 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo tūris ml, reikalingas neutralizuoti 1 g produkto vandeninio ekstrakto.

3. METODO ESMĖ

Ėminio vandeninis ekstraktas gaunamas esant 60 °C ir filtruojamas. Filtratas titruojamas natrio hidroksido tirpalu, kaip indikatorių naudojant fenolftaleiną.

4. REAGENTAI

Iš bet kokio vandens, naudojamo taikant šią metodiką arba ruošiant reagentus, anglies dioksidas turi būti pašalintas tirpalą prieš naudojimą virinant 10 min.

4.1. **Natrio hidroksido tirpalas**: 0,1 mol/l.

4.2. **Indikatoriaus fenolftaleino tirpalas**, 10 g/l tirpalas etanolyje (95 % V/V), neutralizuotas pagal patį indikatorių.

5. APARATŪRA

5.1. **Analizinės svarstyklės**

5.2. **Kūginė kolba**, 500 ml tūrio, su šlifo kakliuku ir šlifo kamščiu.

5.3. **Pipetė su viena žyme**, 100 ml tūrio.

5.4. **Pipetė**, tinkama matuoti 0,5 ml indikatoriaus tirpalo (4.2).

5.5. **Kūginė kolba**, 250 ml tūrio.

5.6. **Matavimo cilindras**, 250 ml tūrio.

5.7. **Biuretė**, su 0,1 ml padalomis.

5.8. **Vandens vonia**, kurios reguliuojama temperatūra būtų 60 °C ± 2 °C.

5.9. **Atitinkamas filtras**

6. DARBO EIGA

6.1. **Bandinio ruošimas**

Kaip aprašyta bendrųjų nuostatų 1.2 punkte.

6.2. **Bandinio tiriamoji dalis**

Maždaug 10 g bandinio (6.1) pasverkite 10 mg tikslumu ir supilkite į kūginę kolbą (5.2).

6.3. **Nustatymas**

Naudodami 250 ml tūrio matavimo cilindrą (5.6), į kolbą įpilkite 200 ml šviežiai virinto ir atvėsinto vandens, prieš tai pašildyto iki 60 °C. Kolbą užkimškite, turinį sumaišykite sukiodami kolbą ir 30 min. pastatykite į vandens vonią esant 60 °C (5.8). Maždaug kas 10 min. kolbą pasukiokite.

Tirpalą filtruokite ir filtratą atvėsinkite iki maždaug 20 °C. Filtratas turi būti skaidrus.

Naudodami pipetę (5.3), 100 ml atvėsinto filtrato įpilkite į kūginę kolbą (5.5). Pipete (5.4) įpilkite 0,5 ml indikatoriaus fenolftaleino tirpalo (4.2). Etaloniniu titrimetriniu natrio hidroksido tirpalu (4.1) titruokite tol, kol atsiranda vos matoma rožinė spalva, nepranykstanti bent 30 s. Nustatykite sunaudotą tūrį ir jį užrašykite 0,01 ml tikslumu.

7. REZULTATŲ IŠRAIŠKA

7.1. **Apskaičiavimo formulė ir metodas**

Rūgščiųjų kazeinų titruojamasis rūgštingumas apskaičiuojamas pagal formulę:

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

čia:

V – sunaudotas etaloninio titrimetrinio natrio hidroksido tirpalo (4.1) tūris, ml;

T – etaloninio titrimetrinio natrio hidroksido tirpalo (4.1) koncentracija, mol/l;

m – bandinio tiriamosios dalies masė, g.

Titruojamąjį rūgštingumą apskaičiuokite dviejų skaitmenų po kablelio tikslumu.

7.2. **Pakartojamumas**

Dviejų to paties ėminio nustatymų, kuriuos tas pat analitikas vienodomis sąlygomis daro vienu metu arba greitai vieną po kito, rezultatų skirtumas 1 g produkto turi būti ne didesnis kaip 0,02 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo.

Toks pakartojamumo intervalas turėtų būti gautas 95 % metodo taisyklingo taikymo atvejų.

4 METODAS

PELENŲ NUSTATYMAS

(įskaitant P_2O_5)

1. TAIKYMO APIMTIS IR SRITIS

Šiuo metodu nustatomas pelenų (įskaitant P_2O_5) kiekis:

— rūgščiuosiuose kazeinuose.

2. APIBRĖŽIMAS

Pelenų (įskaitant P_2O_5) kiekis: pelenų kiekis, nustatytas nurodytu metodu.

3. METODO ESMĖ

Bandinys esant 825 °C ± 25 °C temperatūrai iškaitinamas, pridėjus magnio acetato visam organinės kilmės fosforui surišti. Galutinis pelenų kiekis apskaičiuojamas pasvėrus likutį ir atėmus pelenų, susidariusių iš magnio acetato, masę.

4. REAGENTAI

4.1. **Magnio acetato tetrahidrato tirpalas**, 120 g/l. 120 g magnio acetato tetrahidrato [$Mg(CH_3CO_2)_2 \times 4H_2O$] ištirpinkite vandenyje ir praskieskite vandeniu iki vieno litro.

5. APARATŪRA

5.1. **Analizinės svarstyklės**

5.2. **Pipetė su viena žyme**, 5 ml tūrio.

5.3. **Lėkštelės iš kvarco arba platinos**, maždaug 70 mm skersmens ir 25–50 mm gylio.

5.4. **Džiovinimo spinta**, kurios reguliuojama temperatūra būtų 102 °C ± 1 °C.

5.5. **Elektrinė krosnis**, kurios reguliuojama temperatūra būtų 825 °C ± 25 °C.

5.6. **Verdančio vandens vonia**

5.7. **Eksikatorius,** su šviežiai aktyvintu silikageliu arba lygiaverčiu džiovikliu ir su vandens kiekio indikatoriumi.

6. DARBO EIGA

6.1. **Bandinio ruošimas**

Kaip aprašyta bendrųjų nuostatų 1.2 punkte.

6.2. **Lėkštelių ruošimas**

Dvi lėkšteles (A, B) (5.3) 30 min. pakaitinkite elektrinėje krosnyje (5.5), kurios reguliuojama temperatūra 825 °C ± 25 °C. Leiskite lėkštelėms šiek tiek atvėsti, įdėkite į eksikatorių (5.7), kad atvėstų iki svėrimo kambario temperatūros, ir pasverkite 0,1 mg tikslumu.

6.3. **Bandinio tiriamoji dalis**

Į vieną iš paruoštų lėkštelių (A) 0,1 mg tikslumu pasverkite maždaug 3 g bandinio (6.1).

6.4. **Nustatymas**

Į lėkštelę (A) pipete (5.2) įpilkite lygiai 5 ml magnio acetato tirpalo (4.1), kuris suvilgytų visą bandinio tiriamąją dalį, ir palikite 20 min.

Į kitą paruoštą lėkštelę (B) pipete (5.2) įpilkite lygiai 5 ml magnio acetato tirpalo (4.1).

Abiejų lėkštelių (A ir B) turinį išgarinkite virš verdančio vandens vonios (5.6) iki sauso likučio.

Abi lėkšteles 30 min. įdėkite į džiovinimo spintą (5.4), kurios reguliuojama temperatūra 102 °C ± 1 °C.

A lėkštelę ir jos turinį maža liepsna kaitinkite ant kaitinimo plokštės arba po IR lempa tol, kol bandinio tiriamoji dalis visiškai apanglėja, tačiau neleiskite turiniui užsiliepsnoti.

Abi lėkšteles (A ir B) įdėkite į elektrinę krosnį (5.5), kurioje nustatyta 825 °C ± 25 °C temperatūra, ir kaitinkite bent vieną valandą tol, kol A lėkštelėje sudegs visa anglis. Leiskite abiem lėkštelėms šiek tiek atvėsti, įdėkite į eksikatorių (5.7), kad atvėstų iki svėrimo kambario temperatūros, ir pasverkite 0,1 mg tikslumu.

Kaitinimo 30 min. elektrinėje krosnyje (5.5), atvėsinimo ir svėrimo veiksmus kartokite tol, kol gausite pastoviąją masę 1 mg tikslumu arba ji pradės didėti. Užrašykite mažiausią masės vertę.

7. REZULTATŲ IŠRAIŠKA

7.1. **Apskaičiavimo metodas**

Pelenų kiekis ėminyje, įskaitant P_2O_5, kaip masės procentinė dalis, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100,$$

čia:

m_0 bandinio tiriamosios dalies masė, g;

m_1 A lėkštelės ir likučio masė, g;

m_2 paruoštos A lėkštelės masė, g;

m_3 B lėkštelės ir likučio masė, g;

m_4 paruoštos B lėkštelės masė, g.

Galutinį rezultatą apskaičiuokite 0,01 % tikslumu.

7.2. **Pakartojamumas**

To paties ėminio nustatymų, kuriuos tas pat analitikas vienodomis sąlygomis daro vienu metu arba greitai vieną po kito, rezultatų skirtumas turi būti ne didesnis kaip 0,1 g 100 g produkto.

Toks pakartojamumo intervalas turėtų būti gautas 95 % metodo taisyklingo taikymo atvejų.

5 METODAS

PELENŲ NUSTATYMAS

(įskaitant P_2O_5)

1. TAIKYMO APIMTIS IR SRITIS

Šiuo metodu nustatomas pelenų (įskaitant P_2O_5) kiekis:

— šliužo kazeine.

2. APIBRĖŽIMAS

Pelenų (įskaitant P_2O_5) kiekis: pelenų kiekis, nustatytas nurodytu metodu.

3. METODO ESMĖ

Bandinys esant 825 °C ± 25 °C temperatūrai iškaitinamas iki pastoviosios masės. Likutis sveriamas ir jo kiekis apskaičiuojamas kaip ėminio masės procentinė dalis.

4. APARATŪRA

4.1. **Analizinės svarstyklės**

4.2. **Lėkštelės iš kvarco arba platinos**, maždaug 70 mm skersmens ir 25–50 mm gylio.

4.3. **Elektrinė krosnis** su oro cirkuliacija, kurios reguliuojama temperatūra būtų 825 °C ± 25 °C.

4.4. **Eksikatorius**, su šviežiai aktyvintu silikageliu arba lygiaverčiu džiovikliu ir su vandens kiekio indikatoriumi.

5. DARBO EIGA

5.1. **Bandinio ruošimas**

Kaip aprašyta bendrųjų nuostatų 1.2 punkte.

5.2. **Lėkštelės ruošimas**

Lėkštelę (4.2) 30 min. pakaitinkite elektrinėje krosnyje (4.3), kurios reguliuojama temperatūra 825 °C ± 25 °C. Leiskite lėkštelei šiek tiek atvėsti, įdėkite į eksikatorių (4.4), kad atvėstų iki svėrimo kambario temperatūros, ir pasverkite 0,1 mg tikslumu.

5.3. **Bandinio tiriamoji dalis**

Į paruoštą lėkštelę 0,1 mg tikslumu pasverkite maždaug 3 g bandinio (5.1).

5.4. **Nustatymas**

Lėkštelę ir jos turinį maža liepsna kaitinkite ant kaitinimo plokštės arba po IR lempa tol, kol bandinio tiriamoji dalis visiškai apanglėja, tačiau neleiskite turiniui užsiliepsnoti.

Lėkštelę įdėkite į elektrinę krosnį (4.3), kurioje nustatyta 825 °C ± 25 °C temperatūra, ir kaitinkite bent vieną valandą tol, kol lėkštelėje sudegs visa anglis. Leiskite lėkštelei šiek tiek atvėsti, įdėkite į eksikatorių (4.4), kad atvėstų iki svėrimo kambario temperatūros, ir pasverkite 0,1 mg tikslumu.

Kaitinimo 30 min. elektrinėje krosnyje (4.3), atvėsinimo ir svėrimo veiksmus kartokite tol, kol pasieksite pastoviąją masę 1 mg tikslumu arba ji pradės didėti. Užrašykite mažiausią masės vertę.

6. REZULTATŲ IŠRAIŠKA

6.1. **Apskaičiavimo metodas ir formulė**

Pelenų kiekis ėminyje, įskaitant P_2O_5, kaip masės procentinė dalis, apskaičiuojamas pagal formulę:

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

čia:

m_0 bandinio tiriamosios dalies masė, g;

m_1 lėkštelės ir likučio masė, g;

m_3 paruoštos lėkštelės masė, g.

Galutinį rezultatą apskaičiuokite 0,01 % tikslumu.

6.2. **Pakartojamumas**

Dviejų to paties ėminio nustatymų, kuriuos tas pat analitikas vienodomis sąlygomis daro vienu metu arba greitai vieną po kito, rezultatų skirtumas turi būti ne didesnis kaip 0,15 g pelenų 100 g produkto.

Toks pakartojamumo intervalas turėtų būti gautas 95 % metodo taisyklingo taikymo atvejų.

6 METODAS

pH NUSTATYMAS

1. TAIKYMO APIMTIS IR SRITIS

Šis metodas skirtas nustatyti pH:

— kazeinatų.

2. APIBRĖŽIMAS

Kazeinatų pH vertė: kazeinatų vandeninio tirpalo pH vertė esant 20 °C temperatūrai, nustatyta nurodytu metodu.

3. METODO ESMĖ

Kazeinato vandeninio tirpalo pH elektrometrinis nustatymas naudojant pH-metrą.

4. REAGENTAI

Bet kokios rūšies vanduo, naudojamas reagentams ruošti arba dirbti pagal (6), turi būti šviežiai distiliuotas vanduo, apsaugotas nuo anglies dioksido absorbcijos.

4.1. **Buferiniai tirpalai**, pH-metrui (5.2) kalibruoti.

Du etaloniniai buferiniai tirpalai, kurių pH vertės esant 20 °C temperatūrai yra žinomos dviejų skaitmenų po kablelio tikslumu ir tarp kurių patenka bandomojo ėminio pH vertė, pvz., ftalatinis buferinis tirpalas, kurio pH vertė apytikriai lygi 4, ir tetraboratinis buferinis tirpalas, kurio pH vertė apytikriai lygi 9.

5. APARATŪRA

5.1. **Svarstyklės**, 0,1 g tikslumo.

5.2. **pH-metras**, mažiausias jautris 0,05 pH vieneto, su atitinkamai kalibruotu elektrodu, pvz., stiklo elektrodu, ir kalomelio arba kitu palyginamuoju elektrodu.

5.3. **Termometras**, 0,5 °C tikslumo.

5.4. **Kūginė kolba**, 100 ml tūrio, su šlifo kamščiu.

5.5. **Cheminė stiklinė**, 50 ml tūrio.

5.6. **Maišyklė**

5.7. **Cheminė stiklinė**, maišyklei (5.6), ne mažesnio kaip 250 ml tūrio.

6. DARBO EIGA

6.1. **Bandinio ruošimas**

Kaip aprašyta bendrųjų nuostatų 1.2 punkte.

6.2. **Nustatymas**

6.2.1. *pH-metro kalibravimas*

Nustatykite buferinių tirpalų (4.1) temperatūrą 20 °C ir kalibruokite pH-metrą pagal gamintojo instrukcijas.

PASTABOS

1. Turėtų būti kalibruojama kolboms pastovėjus 20 min. (žr. 6.2.2).
2. Jei analizuojama ėminių serija, pH-metro kalibravimą bent kas 30 min. tikrinkite su vienu arba daugiau etaloninių buferinių tirpalų.

6.2.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Į cheminę stiklinę (5.7) įpilkite 95 ml vandens, 5,0 g bandinio (6.1) ir 30 s maišykite maišykle (5.6).

Tirpalą uždenkite laikrodžio stiklu ir palikite stovėti 20 min. esant maždaug 20 °C temperatūrai.

6.2.3. *pH matavimas*

6.2.3.1. Į cheminę stiklinę (5.5) įpilkite maždaug 20 ml tirpalo ir iš karto pH-metru (5.2) išmatuokite šio skysčio pH vertę, prieš tai stiklo elektrodą kruopščiai nuplovę vandeniu.

6.2.3.2. Išmatuokite pH vertę.

7. REZULTATŲ IŠRAIŠKA

7.1. **pH vertės užrašymas**

pH-metro skalėje rodomą pH vertę užrašykite dviejų skaitmenų po kablelio tikslumu kaip kazeinato vandeninio tirpalo pH vertę.

7.2. **Pakartojamumas**

Dviejų to paties ėminio nustatymų, kuriuos tas pat analitikas vienodomis sąlygomis daro vienu metu arba greitai vieną po kito, rezultatų skirtumas turi būti ne didesnis kaip 0,05 pH vieneto.

Toks pakartojamumo intervalas turėtų būti gautas 95 % metodo taisyklingo taikymo atvejų.