

31971L0393

20.12.1971.

EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS

L 279/7

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.

Šīs direktīvas pielikumā aprakstītajām metodēm piemēro vispārīgos noteikumus, kas izklāstīti Komisijas 1971. gada 15. jūnija Pirmās Direktīvas Nr. 71/250/EEK, ar ko nosaka Kopienas analīžu metodes barības oficiālajai kontrolei, pielikuma I daļā (ievads).

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.

Briselē, 1971. gada 18. novembrī

Komisijas vārdā —
priekšsēdētājs
Franco M. MALFATTI

⁽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. Tā neietver piena produktu kā vienkāršas barības analīzi, minerālvielu un galvenokārt no minerālvielām sastāvošu maisījumu analīzi, ne arī to eļļas sēklu un eļļas augļu analīzi, kuri definēti Padomes 1966. gada 22. septembra Regulā Nr. 136/66/EEK par eļļas un tauku tirgus kopīgās organizācijas izveidošanu ⁽¹⁾.

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 ⁽²⁾.

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 apgriezīenu 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 slāni.

3.4. Elektriskā izotermiskā krāsns (± 1 °C), kas tiek pienācīgi ventilēta un nodrošina ātru temperatūras regulēšanu ⁽³⁾.

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).

4.1.2. Graudaugi un putraini

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

⁽¹⁾ OV 127, 30.9.1966., 3025/66. lpp.

⁽²⁾ OV L 239, 28.9.1968., 2. lpp.

⁽³⁾ Lai kaltētu graudaugus, miltus, putrainus 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 miksto kviešu paraugi, cik tajā var ietilpt, šo rezultātu atšķirība no rezultātiem, ko iegūst pēc četrus stundu kaltēšanas, būtu mazāka par 0,15 %.

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

Nem aptuveni 25 g parauga, nosver ar precizitāti līdz 10 mg, pievieno atbilstīgu daudzumu bezūdens smilts, kas nosvērta 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:

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 samaj, 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. Reaģenti

- 3.1. 20 % (m/V) trihlloreiķskābes 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 NH₃.
- 3.4. Piesātināts kālija karbonāta šķīdums: 100 g kālija karbonāta (analīzes kvalitātes) izšķīdina 100 ml verdoša ūdens. Atdziest 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 trihlloreiķskābes 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 H₂SO₄ 0,02 N atbilst 0,34 mg amonjaka.

Rezultātu izsaka procentos no parauga.

Atkārtojamība

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 %;

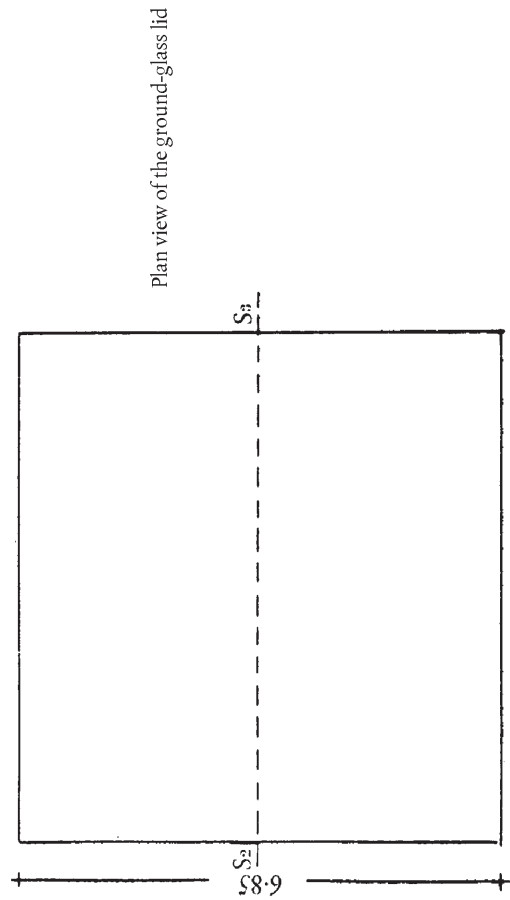
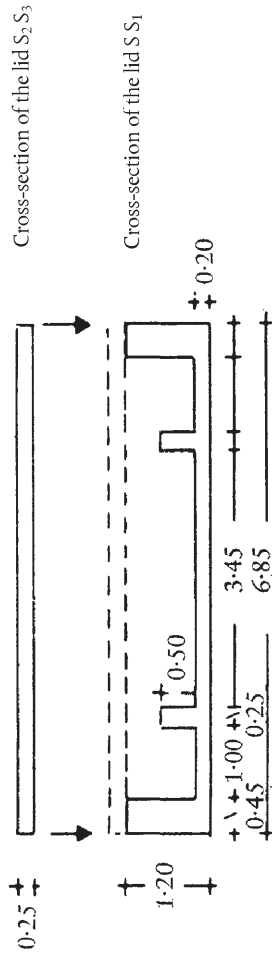
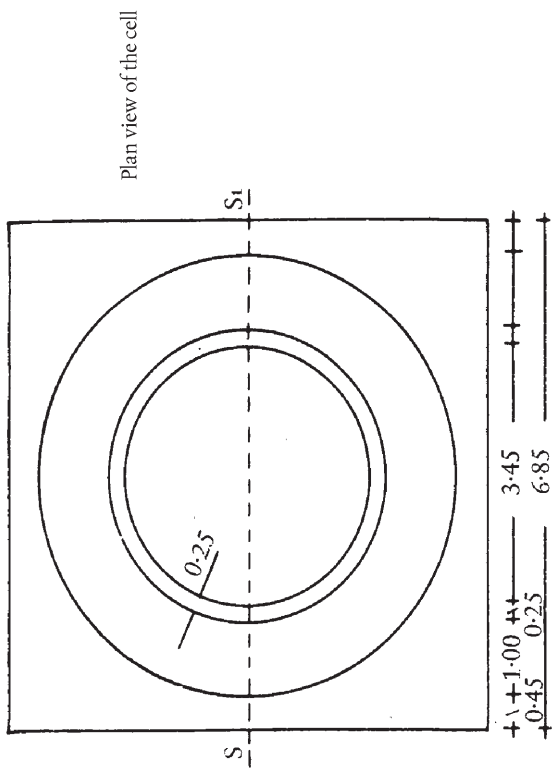
absolūtais lielums 0,1 %, ja amonjaka saturs ir lielāks par 1,0 %;

7. Novērojumi

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

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) trihlloreiķskābes 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 tumblērī 30 minūtes. Pievieno 50 ml trihlloreiķskābes šķīduma (3.1. punkts), papildina līdz tilpumam ar ūdeni, spēcīgi sakrata un izfiltrē caur kroku filtru.

Nem 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.

Atkārtojamība

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. Reāģenti

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.

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, uzkaršē un uztur viršanas temperatūru 10 minūtes. Nedaudz atdzesē, pievieno 2 ml slāpekļskābes (3.4. punkts), lēnām uzkaršē, nedaudz atdzesē, pievieno vēl nedaudz slāpekļskābes (3.4. punkts) un atjauno viršanas temperatūru. Procedūru atkārto, kamēr iegūst bezkrāsainu šķīdumu. Atdzesē, pievieno mazliet ūdens, pārlej šķīdumu 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 °C ± 5 °C, kamēr iegūst pelēkus pelnus (nelielam kokogļu daudzumam nav nozīmes). Pelnus ieliek 250 ml vārglāzē. Pievieno 20 ml ūdens un sālskābi (3.2. punkts), kamēr beidzas putošana. Pievieno vēl 10 ml sālskābes (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. Šķīdumu 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 40g/ml. 10 ml šā šķīduma ielej pārbaudes caurulītē (4.6. punkts) un pievieno 10 ml molibdovanādāta 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 molibdovanādāta 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 molibdovanādāta 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.

Atkārtojamība

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.

IV. KOPEĻU UN KOPTAUKU NOTEIKŠANA

1. **Mērķis un darbības joma**

Šī metode ļauj noteikt kopeļļu un koptauku saturu barībā. Tā neietver Padomes 1966. gada 22. septembra Regulas Nr. 136/66/EEK definēto eļļas sēkļu un eļļas augļu analīzi. Eļļas satura noteikšana šajos produktos ir aprakstīta Komisijas 1968. gada 23. septembra Regulas (EEK) Nr. 1470/68 V pielikumā.

Atkarībā no barības rakstura var izmantot vienu vai otru metodi.

- 1.1. *A metode* (ekstrahēšana ar ēteri): piemēro visiem barības veidiem, izņemot tos, kas minēti 1.2. punktā.
- 1.2. *B metode*: piemēro barībai, no kuras eļļas un taukus ar dietilēteri nevar pilnībā ekstrahēt bez iepriekšējas hidrolīzes, dzīvnieku valsts izcelsmes barībai, glutēniem, kaltētām kartupeļu mīkstumam, kaltētām drabiņām un destilācijas atkritumiem, sausajam raugam, biskvītu, maizes un sagatavotas pārtikas atkritumiem, piena produktiem un barībai, kas satur lielu daļu šo produktu (vismaz 40 %) un kombinētajai lopbarībai, kas bagātināta ar taukiem.

2. Princips

- 2.1. *A metode*: eļļas un taukus ekstrahē ar dietilēteri. Pēc šķīdinātāja atdestilēšanas atlikumu izkaltē un nosver.
- 2.2. *B metode*: kamēr karsts, veic parauga hidrolīzi ar sālsskābi. Šķīdumu atdzesē un filtrē. Atlikumu mazgā un kaltē, un ekstrahē ar dietilēteri, izmantojot A metodi.

3. Reaģenti

- 3.1. Bezūdens dietilēteris, d: 0,720, B.P.: 34,5 °C, praktiski bez peroksīdiem.
- 3.2. Bezūdens nātrija sulfāts (analīzes kvalitātes).
- 3.3. Sālsskābe, 3 N.
- 3.4. Filtrēšanas materiāls, piemēram, kizelgurs vai *Hyflo-supercel*.
- 3.5. Tetrahlorogleklis (analīzes kvalitātes)

4. Iekārta

- 4.1. Soksleta tipa ekstraktori vai ekvivalentas iekārtas.
- 4.2. Sprādziendroša karsēšanas iekārta ar temperatūras kontroli.
- 4.3. Vakuuma kaltēšanas krāsns (mazāk par 100 tor).

5. Darba gaita

5.1. *A metode*: sk. 7.1. punktu

Nosver 5 g parauga ar precizitāti līdz 1 mg un sajauc ar 2 līdz 3 g (vai vairāk, ja vajadzīgs) bezūdens nātrija sulfāta (3.2. punkts). Maisījumu ielej ekstrakcijas uzmavā bez eļļām un taukiem un pārklāj ar beztauku vates piciņu. (Maisīšanu var veikt uzmavā.)

Uzmavu ievieto ekstraktorā (4.1. punkts) un sešas stundas ekstrahē ar dietilēteri (3.1. punkts). Ja izmanto Soksleta tipa ekstraktoru, karsēšanu regulē, lai notece notiktu vismaz 15 reizes stundā. Ētera ekstraktu savāc sausā, nosvērtā kolbā, kurā ir pumeka gabaliņi (!).

Ēteri atdestilē un tvaicēšanas atlikumu pusotru stundu kaltē vakuuma kaltēšanas krāsnī (4.3. punkts) 75 °C temperatūrā. Atdzesē eksikatorā un nosver. Kaltē vēl 30 minūtes, lai pārliecinātos, ka eļļas un tauku svārs nemainās (svārs zudumi nedrīkst pārsniegt 1 mg).

5.2. *B metode*

Nosver 2,5 g parauga ar precizitāti līdz 1 mg (skatīt 7.2. punktu) un ievieto 400 ml vārglāzē vai 300 ml Erlenmeijera kolbā. Pievieno 100 ml sālsskābes 3 N (3.3. punkts) un pumeka gabaliņus. Vārglāzi nosedz ar pulksteņstiklu vai Erlenmeijera kolbu apriko ar atces dzesinātāju. Maisījumu uz mazas liesmas vai karstas plāksnes lēnām uzvāra un tur vienu stundu. Neļauj produktam pielipt pie trauka sienām.

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

Atdzesē un pievieno tādu daudzumu filtrēšanas materiāla (3.4. punkts), kas ir pietiekams, lai novērstu eļļu un tauku zudumus filtrēšanas laikā. Filtrē caur samitrinātu, attaukotu, dubulto filtrpapīru. Atlikumu skalo aukstā ūdenī, kamēr beidzas skābes reakcija. Pārbauda, vai filtrātā nav eļļu vai tauku. To esamība filtrātā rāda, ka paraugs ir jāekstrahē ar dietilēteri pirms hidrolīzes, izmantojot 5.1. punktā doto metodi.

Dubulto filtrpapīru ar sauso atlikumu novieto uz pulksteņstikla un pusotru stundu kaltē krāsnī 95 °C līdz 98 °C temperatūrā.

Ievieto dubulto filtrpapīru un sauso atlikumu ekstraktora uzdevā, ekstrahē ar dietilēteri un rīkojas, kā teikts 5.1. punkta otrajā daļā.

6. Rezultātu aprēķināšana

Rezultātu izsaka procentos no parauga.

Atkārtojamība

Starpībai starp rezultātiem, kas iegūti divās paralēlās noteikšanas reizēs, kuras veiktas ar vienu paraugu, nebūtu jāpārsniedz 0,3 % mitruma.

7. Novērojumi

7.1. Ar produktiem, kam ir augsts eļļas un tauku saturs, kuri ir grūti sasmalcināmi vai no kā nevar sagatavot viendabīgu samazinātu analizējamo paraugu, rīkojas šādi. Ar precizitāti līdz 1mg iesver 20 g parauga un to sajauc ar 10 g vai vairāk bezūdens nātrija sulfāta (3.2. punkts). Ekstrahē ar dietilēteri (3.1. punkts), kā norādīts 5.1. punktā. Iegūto ekstraktu ar tetrahloroglekli papildina līdz 500 ml un homogenizē. Ņem 50 ml šķīduma un ieliek nelielā, sausā, nosvērtā kolbā, kurā ir pumeka gabaliņi (!). Atdestilē šķīdinātāju, izkaltē un rīkojas, kā teikts 5.1. punkta pēdējā daļā. Izņem šķīdinātāju no uzdevā palikušā ekstrakcijas atlikuma, un atlikumu sasmalcina līdz 1 mm lielām daļiņām. Produktu atliek atpakaļ ekstrakcijas uzdevā (nātrija sulfātu nepievieno), ekstrahē ar dietilēteri un turpina, kā norādīts 5.1. punkta otrajā un trešajā daļā.

Rezultātus aprēķina kā procentus no parauga, ņemot vērā pirmajā ekstrakcijā izmantoto alikvota daļu un izmantojot šādu formulu:

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

kur:

a = ētera ekstrakts gramos no alikvota daļas pēc pirmās ekstrakcijas,

b = ētera ekstrakts gramos pēc otrās ekstrakcijas.

7.2. Produktiem ar zemu eļļu un tauku saturu analizējamo paraugu var palielināt līdz 5 g.

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