

LIETUVOS RESPUBLIKOS ŽEMĖS ŪKIO MINISTRO
Į S A K Y M A S

**DĖL LAKTOPROTEINŲ (KAZEINŲ IR KAZEINATŲ), SKIRTŲ ŽMONĖMS
VARTOTI, TECHNINIO REGLAMENTO PATVIRTINIMO**

2010 m. gegužės 7 d. Nr. 3D-435
Vilnius

Įgyvendindamas 2008 m. gruodžio 16 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamentą (EB) Nr. 1332/2008 dėl maisto fermentų ir iš dalies keičiantį Tarybos direktyvą 83/417/EEB, Tarybos reglamentą (EB) Nr. 1493/1999, Direktyvą 2000/13/EB, Tarybos direktyvą 2001/112/EB ir Reglamentą (EB) Nr. 258/97 (OL 2008, L 354, p. 7) ir siekdamas užtikrinti tiekiamų rinkai laktoproteinų kokybę:

1. T v i r t i n u Laktoproteinų (kazeinų ir kazeinatų), skirtų žmonėms vartoti, techninį reglamentą (pridedama).

2. P r i p a ž į s t u netekusiu galios Lietuvos Respublikos žemės ūkio ministro 2000 m. birželio 19 d. įsakymą Nr. 188 „Dėl dehidratuoto konservuoto pieno ir laktoproteinų (kazeinų ir kazeinatų), skirtų žmonėms vartoti, techninių reglamentų patvirtinimo“ (Žin., 2000, Nr. [52-1514](#)).

3. N u s t a t a u, kad pieno perdirbimo įmonės, gaminančios laktoproteinus (kazeinus ir kazeinatus) ir turinčios iki šio įsakymo įsigaliojimo pagamintų etikečių ir įpakavimo medžiagų atsargų, neatitinkančių šio įsakymo nuostatų, gali jas naudoti iki 2010 m. liepos 1 d.

ŽEMĖS ŪKIO MINISTRAS

KAZYS STARKEVIČIUS

SUDERINTA

Valstybinės maisto ir
veterinarijos tarnybos
2010-04-27 raštu
Nr. B6-(1.19)-659

SUDERINTA

Lietuvos Respublikos
sveikatos apsaugos ministerijos
2010-05-03 raštu
Nr. 10-2731

PATVIRTINTA

Lietuvos Respublikos žemės ūkio ministro
2010 m. gegužės 7 d. įsakymu Nr. 3D-435

LAKTOPROTEINŲ (KAZEINŲ IR KAZEINATŲ), SKIRTŲ ŽMONĖMS VARTOTI, TECHNINIS REGLAMENTAS

I. BENDROSIOS NUOSTATOS

1. Laktoproteinų (kazeinų ir kazeinatų), skirtų žmonėms vartoti, techninis reglamentas (toliau – reglamentas) parengtas įgyvendinant 2008 m. gruodžio 16 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamentą (EB) Nr. 1332/2008 dėl maisto fermentų ir iš dalies keičiantį Tarybos direktyvą 83/417/EEB, Tarybos reglamentą (EB) Nr. 1493/1999, Direktyvą 2000/13/EB, Tarybos direktyvą 2001/112/EB ir Reglamentą (EB) Nr. 258/97 (OL 2008, L 354, p. 7), 1983 m. liepos 25 d. Europos Tarybos direktyvą 83/417/EEB dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su tam tikrais žmonėms vartoti skirtais laktoproteinais (kazeinais ir kazeinatais), suderinimo (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 13 skyrius, 7 tomas, p. 99), su paskutiniais pakeitimais, padarytais 2008 m. gruodžio 16 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamentu (EB) Nr. 1332/2008 (OL 2008, L 354, p. 7), 1985 m. spalio 25 d. Pirmąją Europos Komisijos direktyvą 85/503/EEB dėl valgomųjų kazeinų ir kazeinatų analizės metodų (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 13 skyrius, 8 tomas, p. 62), 1986 m. liepos 15 d. Pirmąją Europos Komisijos direktyvą 86/424/EEB, nustatančią cheminei analizei skirtų Bendrijos valgomųjų kazeinų ir kazeinatų ėminių ėmimo metodus (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 13 skyrius, 8 tomas, p. 215).

2. Reglamentas taikomas rinkai tiekiamiems laktoproteinams (kazeinams ir kazeinatams), atitinkantiems II skyriuje pateiktas sąvokas, skirtiems tiesiogiai vartoti arba perdirbti.

3. Reglamento reikalavimų privalo laikytis visi fiziniai ir juridiniai asmenys, tiekiantys laktoproteinus rinkai.

II. SĄVOKOS

4. Reglamente vartojamos sąvokos:

Kazeinas – išplauta ir išdžiovinta vandenyje netirpi pagrindinė pieno sudedamoji dalis, išskirta iš nugriebto pieno veikiant jį rūgštimi arba pienui parūgštėjus dėl mikroorganizmų poveikio, arba veikiant šliužo fermentu ar kitais pieną traukinančiais fermentais. Prieš tai gali būti taikomi jonų kaitos arba koncentracijos procesai. Kazeino rūšys yra šios:

valgomasis rūgštinis kazeinas – nusodinimo būdu, naudojant šio reglamento 5.4 punkte nurodytus technologinius priedus ir bakterijų kultūras, gautas kazeinas, atitinkantis šio reglamento 5 punkte nurodytus reikalavimus;

valgomasis fermentinis kazeinas – nusodinimo būdu, naudojant šio reglamento 6.4 punkte nurodytus technologinius priedus gautas kazeinas, atitinkantis šio reglamento 6 punkte nurodytus reikalavimus.

Kazeinatas – pieno gaminys, gaunamas išdžiovinus neutralizavimo agentais apdorotus kazeinus.

Valgomasis kazeinatas – iš valgomųjų kazeinų, naudojant šio reglamento 7.4 punkte nurodytus maistui tinkamos kokybės neutralizavimo agentus, gautas kazeinatas, atitinkantis šio reglamento 7 punkte nurodytus reikalavimus.

III. SUDĖTIES, KOKYBĖS IR SAUGOS REIKALAVIMAI

5. Valgomajam rūgštiniam kazeinui taikomi reikalavimai:

5.1. pagrindiniai sudėties kriterijai:

- 5.1.1. didžiausias drėgmės kiekis 10 proc. masės;
- 5.1.2. mažiausias pieno baltymų kiekis, apskaičiuotas sausajai medžiagai, 90 proc. masės;
- 5.1.2.1. mažiausias kazeino kiekis juose 95 proc. masės;
- 5.1.3. didžiausias pieno riebalų kiekis, apskaičiuotas sausajai medžiagai, 2,25 proc. masės;
- 5.1.4. didžiausias titruojamasis rūgštingumas, išreikštas mililitrais decinormalinio natrio hidroksido vienam gramui, 0,27 ml/g;
- 5.1.5. didžiausias pelenų kiekis (įskaitant P_2O_5) 2,5 proc. masės;
- 5.1.6. didžiausias bevandenės laktozės kiekis 1 proc. masės;
- 5.1.7. didžiausias nuosėdų kiekis (suskrudę dalelės) 22,5 mg/25 g;
- 5.2. teršalai: didžiausias švino kiekis 1 mg/kg;
- 5.3. nešvarumai: pašalinių medžiagų (medžio ar metalo dalelių, plaukų ar vabzdžių nuotrupų) turi nebūti 25 g gaminio;
- 5.4. nekenksmingi technologiniai priedai ir bakterijų kultūros, tinkami vartoti maisto gamyboje:
 - 5.4.1. pieno rūgštis (E 270);
 - 5.4.2. druskos rūgštis;
 - 5.4.3. sieros rūgštis;
 - 5.4.4. citrinų rūgštis (E 330);
 - 5.4.5. acto rūgštis (E 260);
 - 5.4.6. ortofosforo rūgštis;
 - 5.4.7. išrūgos;
 - 5.4.8. pieno rūgšties bakterijų kultūros;
- 5.5. juslinės savybės:
 - 5.5.1. kvapas: neturi būti pašalinio kvapo;
 - 5.5.2. išvaizda: spalva nuo baltos iki kreminės baltos; gaminyje neturi būti gumulėlių, kurie lengvai paspausti nesubyretų.
- 6. Valgomajam fermentiniam kazeinui taikomi reikalavimai:
 - 6.1. pagrindiniai sudėties kriterijai:
 - 6.1.1. didžiausias drėgmės kiekis 10 proc. masės;
 - 6.1.2. mažiausias baltymų kiekis, apskaičiuotas sausajai medžiagai, 84 proc. masės;
 - 6.1.2.1. mažiausias kazeino kiekis juose 95 proc. masės;
 - 6.1.3. didžiausias pieno riebalų kiekis, apskaičiuotas sausajai medžiagai, 2 proc. masės;
 - 6.1.4. didžiausias pelenų kiekis (įskaitant P_2O_5) 7,5 proc. masės;
 - 6.1.5. didžiausias bevandenės laktozės kiekis 1 proc. masės;
 - 6.1.6. didžiausias nuosėdų kiekis (suskrudę dalelės) 22,5 mg/25 g;
 - 6.2. teršalai: didžiausias švino kiekis 1 mg/kg;
 - 6.3. nešvarumai: pašalinių medžiagų (medžio ar metalo dalelių, plaukų ar vabzdžių nuotrupų) turi nebūti 25 g gaminio;
 - 6.4. nekenksmingi technologiniai priedai, tinkami vartoti maisto gamyboje:
 - 6.4.1. šliužo fermentas, atitinkantis reglamente (EB) Nr. 1332/2008 nustatytus reikalavimus;
 - 6.4.2. kiti pieną traukinantys fermentai, atitinkantys reglamente (EB) Nr. 1332/2008 nustatytus reikalavimus;
 - 6.5. juslinės savybės:
 - 6.5.1. kvapas: neturi būti pašalinio kvapo;
 - 6.5.2. išvaizda: spalva nuo baltos iki kreminės baltos; gaminyje neturi būti jokių gumulėlių, kurie lengvai paspausti nesubyretų.
- 7. Valgomiesiems kazeinatams taikomi reikalavimai:
 - 7.1. pagrindiniai sudėties kriterijai:
 - 7.1.1. didžiausias drėgmės kiekis 8 proc. masės;

- 7.1.2. mažiausias kazeino kiekis, apskaičiuotas sausajai medžiagai, 88 proc. masės;
- 7.1.3. didžiausias pieno riebalų kiekis, apskaičiuotas sausajai medžiagai, 2 proc. masės;
- 7.1.4. didžiausias bevandenės laktozės kiekis 1 proc. masės;
- 7.1.5. pH vertė nuo 6,0 iki 8,0;
- 7.1.6. didžiausias nuosėdų kiekis (suskrudę dalelės) 22,5 mg/25g;
- 7.2. teršalai: didžiausias švino kiekis 1 mg/kg;
- 7.3. nešvarumai: pašalinių medžiagų (medžio ar metalo dalelių, plaukų ar vabzdžių nuotrupų) turi nebūti 25 g gaminio;
- 7.4. technologiniai priedai (maistui tinkamos kokybės laisvai pasirenkamos neutralizavimo ir buferingumo medžiagos):
 - 7.4.1. natrio, kalio, kalcio, amonio ir magnio hidroksidai;
 - 7.4.2. natrio, kalio, kalcio, amonio ir magnio karbonatai;
 - 7.4.3. natrio, kalio, kalcio, amonio ir magnio citratai;
 - 7.4.4. natrio, kalio, kalcio, amonio ir magnio fosfatai;
- 7.5. juslinės savybės:
 - 7.5.1. kvapas: nežymus pašalinis prieskonis ir kvapas;
 - 7.5.2. išvaizda: spalva nuo baltos iki kreminės baltos; gaminyje neturi būti gumulėlių, kurie lengvai paspausti nesubyrėtų;
 - 7.5.3. tirpumas: beveik visiškai tirpūs distiliuotame vandenyje, išskyrus kalcio kazeinatą.
8. Būtina imtis visų priemonių, garantuojančių, kad 4 punkte nurodyti gaminiai galėtų būti tiekami rinkai tiksliai tuo atveju, jeigu jie atitinka šio reglamento 5, 6 ir 7 punktuose nustatytus reikalavimus.
9. Kazeinų ir kazeinų gamybai gali būti naudojamas pienas, kuris atitinka reikalavimus, nustatytus 2004 m. balandžio 29 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamente (EB) Nr. 853/2004, nustatančiame konkrečius gyvūninės kilmės maisto produktų higienos reikalavimus (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 3 skyrius, 45 tomas, p. 14) su paskutiniais pakeitimais, padarytais 2009 m. lapkričio 30 d. Komisijos reglamentu (EB) Nr. 1161/2009 (OL 2009 L 314, p. 8).
10. Kazeinai ir kazeinai turi būti gaminami, laikomi ir gabenami vadovaujantis 2004 m. balandžio 29 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamento (EB) Nr. 852/2004 dėl maisto produktų higienos (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 13 skyrius, 34 tomas, p. 319) su paskutiniais pakeitimais, padarytais 2009 m. kovo 11 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamentu (EB) Nr. 219/2009 (OL 2009 L 87, p. 109) ir reglamento (EB) Nr. 853/2004 nuostatomis.
11. Nepažeidžiant Bendrijos nuostatų dėl laktoproteinų gamyboje vartojamų pagrindinių medžiagų, gaminiai turi būti apdoroti karščiu, kad fosfatazės mėginys būtų neigiamas.
12. Gaminiuose mikrobiologiniai kriterijai turi neviršyti lygių, nurodytų 2005 m. lapkričio 15 d. Komisijos reglamente (EB) Nr. 2073/2005 dėl maisto produktų mikrobiologinių kriterijų (OL 2005 L 338, p. 1).
13. Reglamento 4 punkte nurodytų gaminių gamyboje leidžiama vartoti tik šio reglamento 5.4, 6.4 ir 7.4 punktuose nurodytus technologinius priedus pagal *quantum satis* principą.
14. Pesticidų likučių koncentracija žaliavoje ir gaminiuose turi neviršyti lygių, nurodytų Lietuvos higienos normoje HN 54:2008 „Maisto produktai. Didžiausios leidžiamos teršalų ir pesticidų likučių koncentracijos“, patvirtintoje Lietuvos Respublikos sveikatos apsaugos ministro 2008 m. rugsėjo 15 d. įsakymu Nr. V-884 (Žin., 2008, Nr. [109-4175](#)), ir teršalų koncentracija neviršyti lygių, nurodytų 2006 m. gruodžio 19 d. Komisijos reglamente (EB) Nr. 1881/2006, nustatančiame didžiausias leistinas tam tikrų teršalų maisto produktuose koncentracijas (OL 2006 L 364, p. 5), su paskutiniais pakeitimais, padarytais 2010 m. vasario 26 d. Komisijos reglamentu (EB) Nr. 165/2010 (OL 2010 L 50, p. 8).
15. Radioaktyvusis užterštumas neturi viršyti lygių, nurodytų 1987 m. gruodžio 22 d.

Tarybos reglamente (Euratomas) Nr. 3954/87, nustatančiame didžiausius leistinus maisto produktų ir pašarų radiacinės taršos lygius po branduolinės avarijos ar kokio nors kito radiacinės avarijos atvejo (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 15 skyrius, 1 tomas, p. 333), su paskutiniais pakeitimais, padarytais 1989 m. liepos 18 d. Tarybos reglamentu (Euratomas) Nr. 2218/89 (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 15 skyrius, 1 tomas, p. 363), 1989 m. balandžio 12 d. Komisijos reglamente (Euratomas) Nr. 944/89, nustatančiame didžiausius leistinus mažais kiekiais vartojamų maisto produktų radiacinės taršos lygius po branduolinės avarijos ar kokio nors kito radiacinės avarijos atvejo (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 15 skyrius, 1 tomas, p. 347), 1989 m. liepos 18 d. Tarybos reglamente (EEB) Nr. 2219/89 dėl specialių maisto produktų ir pašarų eksportavimo sąlygų įvykus branduolinei avarijai arba bet koku kitu nepaprastosios radiologinės padėties atveju (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 11 skyrius, 16 tomas, p. 342).

IV. PAKAVIMAS IR ŽENKLINIMAS

16. Pakavimo medžiagos ir tara turi atitikti 2004 m. spalio 27 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamento (EB) Nr. 1935/2004 dėl žaliavų ir gaminių, skirtų liestis su maistu, ir panaikinančio Direktyvas 80/590/EEB ir 89/109/EEB (OL 2004 L 338, p. 4) su paskutiniais pakeitimais, padarytais 2009 m. birželio 18 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamentu (EB) Nr. 596/2009 (OL 2009 L 188, p. 14), ir Lietuvos higienos normos HN 16:2006 „Medžiagų ir gaminių, skirtų liestis su maistu, specialieji sveikatos saugos reikalavimai“, patvirtintos Lietuvos Respublikos sveikatos apsaugos ministro 2006 m. gegužės 5 d. įsakymu Nr. V-371 (Žin., 2006, Nr. [58-2069](#)) nurodytus reikalavimus.

17. Reglamento 4 punkte nurodyti gaminiai ženklinami pagal Lietuvos Respublikoje parduodamų daiktų (prekių) ženklinimo ir kainų nurodymo taisyklės, patvirtintos Lietuvos Respublikos ūkio ministro 2002 m. gegužės 15 d. įsakymu Nr. 170 (Žin., 2002, Nr. [50-1927](#); 2004, Nr. [76-2630](#)), Lietuvos higienos normos HN 119:2002 „Maisto produktų ženklinimas“, patvirtintos Lietuvos Respublikos sveikatos apsaugos ministro 2002 m. gruodžio 24 d. įsakymu Nr. 677 (Žin., 2003, Nr. [13-530](#)) ir šiuos reikalavimus:

17.1. reglamento 4 punkte nurodyti pavadinimai turi būti taikomi tik tame punkte nurodytiems gaminiams apibūdinti;

17.2. gaminiai, kurie neatitinka 5, 6 ir 7 punktuose nurodytų kriterijų, turėtų būti vadinami ir ženklinami taip, kad pirkėjas nebūtų klaidinamas dėl jų kilmės, kokybės ar vartojimo;

17.3. ant gaminių pakuotės arba etiketėse turi būti nurodoma:

17.3.1. gaminio pavadinimas, kaip nurodyta 4 punkte, kazeinatams nurodant katijoną ar katijonus;

17.3.2. tuo atveju, kai gaminiai parduodami kaip mišiniai:

– žodis „mišinys“, įrašant mišinį sudarančių skirtingų gaminių pavadinimus mažėjančios masės tvarka;

– kazeinato ar kazeinatų katijoną ar katijonus;

– baltymų kiekį, jeigu mišiniuose yra kazeinatų.

V. MĖGINIŲ ĖMIMO IR ANALIZĖS METODAI

18. Valgomųjų kazeinų ir kazeinatų mėginiai turi būti imami pagal LST EN ISO 707:2008 kartu su pataisa LST EN ISO 707:2008/P:2009 „Pienas ir pieno gaminiai. Mėginių ėmimo nurodymai (ISO 707:2008)“, mėginio masė turi būti ne mažesnė kaip 200 g.

19. Mėginių paruošimas cheminei analizei atliekamas, kaip nurodyta Valgomųjų kazeinų ir kazeinatų analizės bendruosiuose reikalavimuose (1 priedas).

20. Rūgštinių kazeinų, fermentinių kazeinų ir kazeinatų drėgmės kiekis nustatomas, kaip nurodyta Valgomųjų kazeinų ir kazeinatų drėgmės kiekio nustatymo metode (2 priedas).

21. Rūgštinių kazeinų, fermentinių kazeinų ir kazeinatų baltymų kiekis nustatomas, kaip nurodyta Baltymų kiekio nustatymo metode (3 priedas).

22. Rūgštinių kazeinų titruojamasis rūgštingumas nustatomas, kaip nurodyta Titruojamojo rūgštingumo nustatymo metode (4 priedas).

23. Rūgštinių kazeinų pelenų (įskaitant P_2O_5) kiekis nustatomas, kaip nurodyta Pelenų kiekio nustatymo metode (5 priedas).

24. Fermentinių kazeinų pelenų (įskaitant P_2O_5) kiekis nustatomas, kaip nurodyta Pelenų kiekio nustatymo metode (6 priedas).

25. Kazeinatų pH nustatomas, kaip nurodyta pH nustatymo metode (7 priedas).

PASTABA. Kazeinai ir kazeinatai gali būti tiriami ir kitais įprastiniais bei lygiaverčiais pagal tikslumą metodais, kaip nurodyta 2008 m. kovo 5 d. Komisijos reglamento (EB) Nr. 273/2008, nustatančio išsamias Tarybos reglamento (EB) Nr. 1255/1999 taikymo taisykles, susijusias su pieno ir pieno produktų analizės bei kokybės vertinimo metodais (OL 2008 L 88, p. 1), 2 straipsnyje.

Laktoproteinų (kazeinų ir kazeinatų),
skirtų žmonėms vartoti, techninio reglamento
1 priedas

VALGOMŲJŲ KAZEINŲ IR KAZEINATŲ ANALIZĖS BENDRIEJI REIKALAVIMAI

1. Mėginio paruošimas:

1.1. Į laboratoriją analizei pristatyto mėginio masė turi būti mažiausiai 200 gramų.

1.2. Laboratorijoje atliekamas mėginio paruošimas analizei:

1.2.1. laboratorinis mėginys kruopščiai išmaišomas, visi gabaliukai susmulkinami ir t. t., daug kartų purtant ir vartant indą (jeigu reikia, visą laboratorinį mėginį perpylus į sandarų pakankamos talpos (du kartus didesnės už mėginio tūrį) indą, kad būtų galima atlikti šią operaciją);

1.2.2. reprezentatyvi mėginio dalis, t. y. apie 50 gramų visiškai išmaišyto laboratorinio mėginio perpilama į bandymo sietą (3.3 p.);

1.2.3. jeigu per sietą (3.3 p.) visiškai arba beveik visiškai (mažiausiai 95 proc. svorio) prasisijoja 50 gramų, analizei naudojamas pagal 1.2.1 punktą paruoštas mėginys;

1.2.4. kitais atvejais 50 gramų grūdama grūdimo priemonėmis (3.4 p.) tol, kol jis atitinka sieto kriterijus (1.2.3 p.). Visas persijotas mėginys tuoj pat perpilamas į pakankamos talpos (du kartus didesnės už mėginio tūrį) orui nepralaidų indą ir visiškai sumaišomas, pakartotinai purtant ir vartant. Šių operacijų metu laikomasi atsargumo priemonių, kad būtų išvengta gaminio drėgmės kiekio pasikeitimo;

1.2.5. paruošto mėginio analizė turi būti atliekama kaip galima greičiau. Mėginys visada turi būti laikomas oro ir drėgmės nepraleidžiančioje taroje.

2. Reagentai:

2.1. tirpinimo, skiedimo arba plovimo tikslais turi būti naudojamas tik degazuotas arba prieš naudojimą 10 min. pavirintas, mažiausiai 3-iojo grynumo laipsnio analizės vanduo pagal Lietuvos standartą LST EN ISO 3696 „Analizės vanduo. Apibūdinimas ir analizės metodai“. Sąvokos **ištirpinimas**, **tirpinimas** arba **skiedimas** be kitų nuorodų suprantamos kaip **ištirpinimas**, **tirpinimas vandenyje** ir **skiedimas vandeniui**;

2.2. cheminiai reagentai. Visi naudojami cheminiai reagentai turi būti analiziškai grynai, išskyrus tuos atvejus, kai nurodoma kitaip.

3. Įranga:

3.1. įrangos sąrašai. Juose nurodoma tik specialios paskirties ir specialioms sąlygoms skirta įranga;

3.2. analizinės svarstyklės, sveriančios 0,1 mg tikslumu;

3.3. bandymo sietai. Sietai turi būti su dangteliu, 200 mm skersmens, pagaminti iš vielos tinklo, kurio minimalus skylių dydis 500 µm. Skylių ir vielos skersmuo, kaip nurodyta LST ISO 3310-1:2003/AC1:2005 Laboratoriniai sietai. Techniniai reikalavimai ir bandymai. 1 dalis. Laboratoriniai pinto metalinio vielinio tinklo sietai (tpt ISO 3310-1:2000/Cor.1:2004). Prie sieto turi būti surinktuvas;

3.4. grūdimo priemonės. Jeigu laboratorinį mėginį būtina sugrūsti (žr. 1.2.4 p.), nenaudotinas plaktukinis malūnėlis, kad malant neišsiskirtų nereikalinga šiluma ir nebūtų prarandama arba absorbuojama drėgmė.

4. Rezultatų apskaičiavimas:

4.1. į tyrimo ataskaitą įrašomas rezultatas turi būti vidutinė vertė dviejų nustatymų, kurie patenkina šio metodo pakartojamumo reikalavimus;

4.2. procentų apskaičiavimas. Rezultatai turi būti apskaičiuojami mėginio masės procentais, išskyrus tuos atvejus, kai nurodyta kitaip.

5. Tyrimo ataskaita. Tyrimo ataskaitoje turi būti nurodytas taikomas analizės metodas ir gauti rezultatai. Be to, joje turi būti paminėtos visos (ir neprivalomos) metodikos, analizės

metode nenurodytos sąlygos, taip pat visos aplinkybės, kurios galėjo daryti poveikį gautam rezultatui. Tyrimo ataskaitoje turi būti visa informacija, reikalinga mėginiui identifikuoti.

VALGOMŲJŲ KAZEINŲ IR KAZEINATŲ DRĖGMĖS KIEKIO NUSTATYMO METODAS

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas drėgmės kiekis:

- 1.1. rūgštinių kazeinų;
- 1.2. fermentinių kazeinų;
- 1.3. kazeinatų.

2. Apibrėžimas. **Kazeinų ir kazeinatų drėgmės kiekis** – tai nurodytu metodu nustatytas nuodžiūvis.

3. Metodo esmė. Tiriamoji mėginio dalis džiovinama iki pastoviosios masės atmosferinio slėgio džiovinimo spintoje esant (102 ± 1) °C temperatūrai ir nustatoma liekamoji masė. Nuodžiūvis apskaičiuojamas masės procentais.

4. Įranga:

4.1. analizinės svarstyklės, sveriančios 0,1 mg tikslumu;

4.2. indeliai (biuksai), plokščiadugniai, pagaminti iš medžiagos, kuri bandymo sąlygomis nekoroduoja, pvz., iš nikelio, aliuminio, nerūdijančio plieno arba stiklo. Indeliai turi būti sandariai uždengiami, tačiau dangteliai turi būti lengvai nuimami. Tinkami matmenys: skersmuo 60–80 mm, gylis apie 25 mm;

4.3. gerai vėdinama, termostatiškai reguliuojama, atmosferos slėgio džiovinimo spinta, kurioje nustatoma (102 ± 1) °C temperatūra. Temperatūra turėtų būti vienoda visoje džiovinimo spintoje;

4.4. eksikatorius, pripildytas naujai aktyvuoto silicio gelio su vandens kiekio indikatoriumi arba lygiaverčio desikanto;

4.5. įtaisas indeliams paimti, pvz., laboratorinės žnyplės.

5. Procedūra:

5.1. Mėginio ruošimas. Mėginys paruošiamas analizei, kaip aprašyta šio reglamento 1 priedo 1.2 punkte.

5.2. Indelio paruošimas:

5.2.1. neuždengtas indelis ir jo dangtis (4.2 p.) ne mažiau kaip vieną valandą kaitinami džiovinimo spintoje (4.3 p.), kurioje nustatyta (102 ± 1) °C temperatūra;

5.2.2. indelis uždengiamas, uždengtas indelis įdedamas į eksikatorių (4.4), atvėsintas iki kambario temperatūros ir pasveriamas 0,1 mg tikslumu (m_0).

5.3. Į indelį įdedama 3–5 g tiriamojo mėginio (5.1 p.), indelis uždengiamas ir pasveriamas 0,1 mg tikslumu (m_1).

5.4. Nustatymas:

5.4.1. dangtelis nuimamas ir indelis kartu su dangteliu (5.3 p.) keturioms valandoms įdedamas į džiovinimo spintą (4.3), kurioje nustatyta (102 ± 1) °C temperatūra;

5.4.2. indelis uždengiamas, perkeliamas į eksikatorių, atvėsintas iki kambario temperatūros ir pasveriamas 0,1 mg tikslumu;

5.4.3. dangtelis nuimamas ir indelis kartu su dangteliu dar kartą vieną valandą pakaitinamas džiovinimo spintoje. Pakartojama 5.4.2 punkte nurodyta procedūra;

5.4.4. jei pagal 5.4.3 punktą gauta masė yra daugiau nei 1 mg mažesnė už pagal 5.4.2 punktą gautą masę, pakartojama 5.4.3 punkte nurodyta procedūra.

Jei masė padidėja, apskaičiavimui (6.1 p.) imama mažesnė masės vertė.

Galutinė masė yra (m_2) g. Visas džiovinimo laikas paprastai turėtų būti ne ilgesnis kaip šešios valandos.

6. Rezultatų apskaičiavimas:

6.1. apskaičiavimo metodas. Tiriamojo mėginio nuodžiūvis, išreikštas masės procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

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

kur:

m_0 – indelio ir jo dangtelio masė gramais, atlikus 5.2 punkte aprašytą procedūrą;

m_1 – indelio, jo dangtelio ir tiriamosios mėginio dalies masė gramais prieš džiovinimą (5.3 p.);

m_2 – indelio, jo dangtelio ir tiriamosios mėginio dalies masė gramais po džiovinimo (5.4.3 arba 5.4.4 p.).

Nuodžiūvis apskaičiuojamas 0,01 proc. tikslumu;

6.2. pakartojamumas:

6.2.1. to paties mėginio dviejų analizių, kurias tuo pat metu, arba vieną po kitos, tomis pačiomis sąlygomis atlieka tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi neviršyti 0,1 g drėgmės 100 g gaminio;

6.2.2. šis pakartojamumas turėtų būti pasiekiamas 95 proc. šio metodo atlikimo atveju.

BALTYMŲ KIEKIO NUSTATYMO METODAS

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas baltymų kiekis:
 - 1.1. rūgštinių kazeinų;
 - 1.2. fermentinių kazeinų;
 - 1.3. kazeinatų, išskyrus tuos, kuriuose yra amonio kazeinato arba kitų amoniako arba nebaltyminio azoto junginių.
2. Apibrėžimas. **Baltymų kiekis** – tai azoto kiekis, nustatytas apibūdintu metodu, po to padaugintas iš 6,38 ir išreikštas masės procentais.
3. Metodo esmė. Tam, kad organinis azotas pavirstų amoniakiniu azotu, tiriamoji mėginio dalis mineralizuojama kalio sulfato ir sieros rūgšties mišiniu kaip katalizatorių naudojant vario (II) sulfatą. Amoniakas distiliuojamas ir absorbuojamas boro rūgštimi, po to titruojamas etaloniniu druskos rūgšties tirpalu. Azoto kiekis paverčiamas baltymų kiekiu, dauginant iš 6,38.
4. Reagentai:
 - 4.1. sieros rūgštis, koncentruota (H_2SO_4 , 1,84 g/ml);
 - 4.2. kalio sulfatas, bevandenis (K_2SO_4);
 - 4.3. vario (II) sulfatas su penkiomis molekulėmis vandens ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$);
 - 4.4. sacharozė ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$);
 - 4.5. boro rūgštis, 40 g/l tirpalas;
 - 4.6. natrio hidroksidas, koncentruotas 30 proc. (pagal masę) tirpalas vandenyje, be karbonatų;
 - 4.7. druskos (vandenilio chlorido) rūgštis, 0,1 mol/l;
 - 4.8. indikatorių mišinys. Lygiomis dalimis sumaišoma 2 g/l metilo raudonojo tirpalas ne mažesnės kaip 95 proc. (pagal tūrį) koncentracijos etanolyje ir 1 g/l metileno mėlynojo tirpalas ne mažesnės kaip 95 proc. (pagal tūrį) koncentracijos etanolyje.
5. Įranga:
 - 5.1. analizinės svarstyklės, sveriančios 0,1 mg tikslumu;
 - 5.2. Kjeldahlio kolbos, 500 ml tūrio;
 - 5.3. mineralizavimo aparatas Kjeldahlio kolboms (5.2 p.) nuožulniai laikyti ir kolbų turiniui ne aukščiau jo paviršiaus kaitinti;
 - 5.4. kondensatorius (šaldytuvas) su tiesiuoju vidiniu vamzdeliu;
 - 5.5. išleidžiamasis vamzdelis su apsauginiu rutuliuku, kuris šlifuoto stiklo sujungimu arba gumine žarnele prijungtas prie kondensatoriaus (5.4 p.) apatinio galo. Jeigu naudojamos guminės žarnelės, stikliniai galai turi būti arti vienas kito;
 - 5.6. lašų gaudytuvas, prijungtas prie Kjeldahl kolbos (5.2 p.) ir prie kondensatoriaus (5.4 p.) minkštu gerai priglundančiu guminiu arba kitokiu tinkamu kamščiu;
 - 5.7. 500 ml kūginės kolbos;
 - 5.8. 50 ml ir 100 ml matavimo cilindrai;
 - 5.9. 50 ml biuretė, graduota po 0,1 ml;
 - 5.10. pagalbinės virinimo priemonės:
 - 5.10.1. mineralizavimui: maži kietojo porceliano gabaliukai arba stiklo rutuliukai;
 - 5.10.2. distiliavimui: ką tik apdeginti pempzos gabaliukai.
6. Procedūra:
 - 6.1. mėginys paruošiamas, kaip aprašyta šio reglamento 1 priedo 1.2 punkte;
 - 6.2. amoniakinio azoto testas. Jeigu įtariama, kad mėginyje yra amonio kazeinato arba kitų amoniako junginių, atliekamas toks bandymas. Į mažą kūginę kolbą įdedama 1 g mėginio, 10 ml vandens ir 100 mg magnio oksido. Prie sienelių prilipęs magnio oksidas nuplaunamas, kolba užkemšama kamštmedžio kamščiu, tarp kolbos kakliuko ir kamščio

įterpiant sudrėkinto raudono lakmuso popieriaus gabaliuką. Kolbos turinys rūpestingai sumaišomas ir kolba kaitinama vandens vonioje, esant nuo 60 °C iki 65 °C temperatūrai. Jeigu per 15 minučių lakmuso popierius nusidažo mėlynai, amoniako yra ir metodas netaikytinas (žr. 1 punktą);

6.3. tuščiasis tyrimas. Kartu su azoto kiekio nustatymu mėginyje atliekamas tuščiasis tyrimas, vietoje tiriamosios mėginio dalies naudojant 0,5 g sacharozės (4.4 p.), tą pačią įrangą, tuos pačius visų reagentų kiekius ir tą patį metodą, kaip aprašyta 6.5 p. Jeigu tuščiojo mėginio titras viršija 0,5 ml 0,1 mol/l rūgšties, reagentai turi būti patikrinti ir negrynas reagentas (arba reagentai) išgrynintas arba pakeistas;

6.4. tiriamoji mėginio dalis. Į Kjeldahlio kolbą (5.2 p.) suberiama nuo 0,3 g iki 0,4 g mėginio (6.1 p.), pasverto 0,1 mg tikslumu;

6.5. nustatymas:

6.5.1. į kolbą įdedama keli porceliano gabaliukai arba keli stiklo rutuliukai (5.10.1 p.) ir apie 10 g bevandenio kalio sulfato (4.2 p.). Pridedama 0,2 g vario (II) sulfato (4.3 p.) ir kolbos kaklelis nuplaunamas mažu vandens kiekiu. Pripilama 20 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.1 p.). Kolbos turinys sumaišomas. Mineralizavimo aparate (5.3 p.) kolba atsargiai pašildoma, kol jos turinys nustoja putoti, po to lėtai virinama, kol tirpalas tampa skaidrus ir jo spalva – blyški žaliai–mėlyna. Kaitinimo metu kolba retkarčiais sukiojama. Virinimas tęsiamas kaitinimą reguliuojant taip, kad garai kondensuotųsi kolbos kaklo viduryje. Virinama 90 minučių, vengiant atskirų dalių perkaitinimo. Leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros. Atsargiai įpilama apie 200 ml vandens ir įdedama keletas gabaliukų pemzos (5.10.2 p.). Vėl sumaišoma ir atvėsinama;

6.5.2. į kūginę kolbą (5.7 p.) įpilama 50 ml boro rūgšties tirpalo (4.5 p.) ir keturi lašai indikatoriaus (4.8 p.). Sumaišoma. Kūginė kolba pastatoma po kondensatoriumi (5.4 p.) taip, kad išleidžiamojo vamzdelio (5.5 p.) galiukas būtų įmerktas į boro rūgšties tirpalą. Matavimo cilindru (5.8 p.) į Kjeldahlio kolbą įpilama 80 ml natrio hidroksido tirpalo (4.6 p.). Šios procedūros metu kolba laikoma nuožulniai taip, kad natrio hidroksido tirpalas nutekėtų kolbos sienoje ir sudarytų apatinį sluoksnį. Kjeldahlio kolba nedelsiant prijungiama prie kondensatoriaus, naudojant lašų gaudytuvą (5.6 p.). Kjeldahlio kolba švelniai sukama tam, kad susimaišytų jos turinys. Pirmiausia švelniai virinama, vengiant bet kokio putojimo. Distiliavimas tęsiamas taip, kad maždaug per 30 minučių būtų surinkta 150 ml distiliato. Distiliato temperatūra turėtų būti žemiau 25 °C. Apie dvi minutes prieš distiliacijos pabaigą kūginė kolba nuleidžiama taip, kad išleidžiamojo vamzdelio galiukas nebebūtų įmerktas į rūgšties tirpalą, o galiukas nuplaunamas mažu vandens kiekiu. Nustojus kaitinti, nuimamas išleidžiamasis vamzdelis ir jo vidinės bei išorinės sienelės nuplaunamos mažu kiekiu vandens, surenkant nuoplovas į kūginę kolbą;

6.5.3. distiliatas titruojamas kūginėje kolboje, naudojant etaloninį druskos rūgšties tirpalą (4.7 p.).

7. Rezultatų apskaičiavimas:

7.1. formulė ir apskaičiavimo metodas. Mėginio baltymų kiekis, išreikštas masės procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$\frac{(V_1 - V_2) \times T \times 14 \times 100 \times 6,38}{m \times 1000} = \frac{8,932(V_1 - V_2) \times T}{m},$$

kur:

V_1 – nustatymui (6.5 p.) sunaudoto etaloninio druskos rūgšties tirpalo tūris mililitrais;

V_2 – tuščiajam tyrimui (6.3 p.) sunaudoto etaloninio druskos rūgšties tirpalo tūris mililitrais;

T – etaloninio druskos rūgšties tirpalo (4.7 p.) koncentracija mol/l;

m – tiriamosios mėginio dalies masė gramais.

Baltymų kiekis apskaičiuojamas 0,1 proc. tikslumu;

7.2. pakartojamumas:

7.2.1. to paties mėginio dviejų analizių, kurias tuo pat metu arba vieną po kitos, tomis pačiomis sąlygomis atlieka tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi neviršyti 0,5 g baltymų 100 g gaminio;

7.2.2. toks pakartojamumas turėtų būti pasiekiamas 95 proc. metodo atlikimo atvejų.

TITRUOJAMOJO RŪGŠTINGUMO NUSTATYMO METODAS

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas rūgštinių kazeinų titruojamasis rūgštingumas.

2. Apibrėžimas. **Rūgštinių kazeinų titruojamasis rūgštingumas** – 0,1 mol/l etaloninio natrio hidroksido tirpalo tūris mililitrais, reikalingas neutralizuoti 1 g gaminio vandeninį ekstraktą.

3. Metodo esmė. Mėginio vandeninis ekstraktas gaunamas mėginį tirpinant 60 °C temperatūroje ir filtruojant. Filtratas titruojamas etaloniniu natrio hidroksido tirpalu, naudojant fenolftaleino indikatorius.

4. Reagentai:

4.1. etaloninis natrio hidroksido tirpalas 0,1 mol/l;

4.2. fenolftaleino indikatoriaus tirpalas 10 g/l etanolyje (95 proc. pagal tūrį);

4.3. vanduo, kaip nurodyta šio reglamento 1 priedo 2.1 punkte.

5. Įranga:

5.1. analizinės svarstyklės, sveriančios 0,1 mg tikslumu;

5.2. 500 ml kūginės kolbos, su prigludinto stiklo kakleliais ir kamščiais;

5.3. 100 ml vienos žymės pipetė;

5.4. pipetė, tinkanti pamatuoti 0,5 ml indikatoriaus tirpalo (4.2 p.);

5.5. 250 ml kūginė kolba;

5.6. 250 ml matavimo cilindras;

5.7. biuretė, graduota po 0,1 ml;

5.8. vandens vonia, kurioje galima nustatyti (60±2) °C temperatūrą;

5.9. tinkamas filtras.

6. Procedūra:

6.1. mėginys paruošiamas, kaip aprašyta šio reglamento 1 priedo 1.2 punkte;

6.2. tiriamoji mėginio dalis. 10 mg tikslumu pasveriamas apie 10 gramų mėginio (6.1 p.) ir supilama į kūginę kolbą (5.2 p.);

6.3. nustatymas:

6.3.1. 250 ml matavimo cilindru (5.6 p.) į kolbą įpilama 200 ml kà tik virinto ir atšaldyto vandens, prieš tai pašildyto iki 60 °C temperatūros. Kolba užkemšama, sumaišoma sukant ir 30-čiai minučių įstatoma į vandens vonią (5.8 p.), kurios temperatūra 60 °C. Kas 10 minučių kolba supurtoma;

6.3.2. filtruojama ir filtratas atvėsinaamas maždaug iki 20 °C temperatūros. Filtratas turi būti skaidrus. Pipete (5.3 p.) į kūginę kolbą (5.5 p.) įpilama 100 ml atvėsinto filtrato. Pipete (5.4 p.) įpilama 0,5 ml fenolftaleino indikatoriaus tirpalo (4.2 p.). Etaloniniu natrio hidroksido tirpalu (4.1 p.) titruojama tol, kol atsiranda silpnai rožinė spalva, išliekanti mažiausiai 30 sekundžių. Sunaudotas tūris užrašomas 0,01 ml tikslumu.

7. Rezultatų apskaičiavimas:

7.1. formulė ir apskaičiavimo metodas. Rūgštinio kazeino titruojamasis rūgštingumas gaunamas:

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

kur:

V – titruoti sunaudoto etaloninio natrio hidroksido tirpalo (4.1 p.) tūris mililitrais;

T – etaloninio natrio hidroksido tirpalo (4.1 p.) koncentracija mol/l;

m – tiriamosios mėginio dalies masė gramais.

Titruojamasis rūgštingumas apskaičiuojamas dviejų dešimtųjų tikslumu;

7.2. pakartojamumas:

7.2.1. to paties mėginio dviejų analizių, kurias tuo pat metu arba vieną po kitos, tomis pačiomis sąlygomis atlieka tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi neviršyti 0,02 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido 1 g gaminio;

7.2.2. šis pakartojamumas turėtų būti pasiekiamas 95 proc. šio metodo atlikimo atvejų.

Laktoproteinų (kazeinų ir kazeinatų),
skirtų žmonėms vartoti, techninio reglamento
5 priedas

PELENŲ KIEKIO NUSTATYMO METODAS (įskaitant P_2O_5)

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas rūgštinių kazeinų pelenų (įskaitant P_2O_5) kiekis.

2. Apibrėžimas. **Pelenų (įskaitant P_2O_5) kiekis** – pelenų kiekis, nustatytas apibūdintu metodu.

3. Metodo esmė. Tiriamoji mėginio dalis sudeginama (825 ± 25) °C temperatūroje, pridėjus magnio acetato, siekiant surišti visą organinį fosforą. Galutinis pelenų kiekis apskaičiuojamas pasvėrus likučius (pelenus) ir atėmus pelenų, susidariusių iš pridėto magnio acetato, masę.

4. Reagentai:

4.1. magnio acetato tetrahidrato tirpalas, 120 g/l. 120 g magnio acetato tetrahidrato $[Mg(CH_3CO_2)_2 \cdot 4H_2O]$ ištirpinama vandenyje ir vandeniui praskiedžiama iki vieno litro.

5. Įranga:

5.1. analizinės svarstyklės, sveriančios 0,1 mg tikslumu;

5.2. 5 ml pipetė su viena žyme;

5.3. kvarciniai arba platininiai tigliai apie 70 mm skersmens ir nuo 25 mm iki 50 mm gylio;

5.4. džiovavimo spinta, kurioje galima nustatyti (102 ± 1) °C temperatūrą;

5.5. elektrinė krosnis, kurioje galima nustatyti (825 ± 25) °C temperatūrą;

5.6. vandens vonia;

5.7. eksikatorius, užpildytas naujai aktyvuotu silicio geliu su vandens kiekio indikatoriumi arba ekvivalentiško desikanto.

6. Procedūra:

6.1. mėginys paruošiamas, kaip aprašyta šio reglamento 1 priedo 1.2 punkte;

6.2. tiglių paruošimas. Du tigliai (A, B) (5.3 p.) 30 minučių kaitinami elektrinėje krosnyje (5.5 p.), kurioje nustatyta (825 ± 25) °C temperatūra. Tigliams leidžiama atvėsti, po to jie dedami į eksikatorių (5.7 p.) ir kai jų temperatūra pasiekia kambario temperatūrą, tigliai pasveriami 0,1 mg tikslumu;

6.3. tiriamoji mėginio dalis. 0,1 mg tikslumu tiesiai į paruoštą tigli (A) pasverinama maždaug 3 gramai mėginio (6.1 p.);

6.4. nustatymas:

6.4.1. į tigli A pipete (5.2 p.) tiksliai įpilama 5 ml magnio acetato tirpalo (4.1 p.) taip, kad sudrėktų visas mėginys, ir paliekama pastovėti 20 minučių. Į kitą paruoštą tigli (B) tiksliai įpilama 5 ml magnio acetato tirpalo (4.1 p.). Abiejų tiglių (A ir B) turinys išgarinamas verdančio vandens vonioje iki sausumo. Abu tigliai dedami 30 minučių į džiovavimo spintą, kurioje nustatyta (102 ± 1) °C temperatūra. Po to A tiglio su turiniu tol kaitinamas ant silpnos ugnies, karštos plytelės arba infraraudonųjų spindulių lempos, kol tiriamoji mėginio dalis visiškai suanglėja, saugant, kad neužsiliepsnotų;

6.4.2. abu tigliai perdedami į elektrinę krosnį (5.5 p.), kurioje nustatyta (825 ± 25) °C temperatūra ir kaitinama mažiausiai vieną valandą, kol tiglyje A nelieta anglies. Abu tigliai atvėsunami, po to dedami į eksikatorių (5.7 p.). Kai jų temperatūra pasiekia kambario temperatūrą, tigliai pasveriami 0,1 mg tikslumu;

6.4.3. kaitinimo (apytiksliai 30 minučių) elektrinėje krosnyje (5.5 p.), atvėsavimo ir svėrimo procedūros kartojamos, kol pasiekama pastovi masė (masės skirtumas neviršija 1 mg) arba masė pradeda didėti. Užrašoma minimali masė.

7. Rezultatų apskaičiavimas:

7.1. apskaičiavimo metodas. Pelenų, įskaitant P_2O_5 , kiekis mėginyje, masės procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

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

kur:

m_0 – tiriamosios mėginio dalies masė gramais;

m_1 – tiglio A ir likučių (pelenų) masė gramais;

m_2 – paruošto tiglio A masė gramais;

m_3 – tiglio B ir likučių (pelenų) masė gramais;

m_4 – paruošto tiglio B masė gramais.

Galutinis rezultatas apskaičiuojamas 0,01 proc. tikslumu;

7.2. pakartojamumas:

7.2.1. to paties mėginio dviejų analizių, kurias tuo pat metu arba vieną po kitos, tomis pačiomis sąlygomis atlieka tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi neviršyti 0,1 g 100 g gaminio;

7.2.2. šis pakartojamumas turėtų būti pasiekiamas 95 proc. šio metodo atlikimo atveju.

Laktoproteinų (kazeinų ir kazeinatų),
skirtų žmonėms vartoti, techninio reglamento
6 priedas

PELENŲ KIEKIO NUSTATYMO METODAS (įskaitant P_2O_5)

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas fermentinio kazeino pelenų (įskaitant P_2O_5) kiekis.

2. Apibrėžimas. **Pelenų (įskaitant P_2O_5) kiekis** – pelenų kiekis, nustatytas apibūdintu metodu.

3. Metodo esmė. Mėginio dalis sudeginama (825 ± 25) °C temperatūroje iki pastovios masės. Likučiai (pelenai) nustatomi pasveriant ir apskaičiuojant mėginio masės procentais.

4. Įranga:

4.1. analizinės svarstyklės, sveriančios 0,1 mg tikslumu;

4.2. kvarciniai arba platininiai tigliai apie 70 mm skersmens ir nuo 25 mm iki 50 mm gylio;

4.3. elektrinė krosnis, kurioje galima nustatyti (825 ± 25) °C temperatūrą;

4.4. eksikatorius, užpildytas naujai aktyvuotu silicio geliu su vandens kiekio indikatoriumi arba ekvivalentiško desikanto.

5. Procedūra:

5.1. mėginys paruošiamas, kaip aprašyta šio reglamento 1 priedo 1.2 punkte;

5.2. tiglio paruošimas. Tiglis (4.2 p.) 30 minučių kaitinamas elektrinėje krosnyje (4.3 p.), kurioje nustatyta (825 ± 25) °C temperatūra. Tiglis atvėsinamas, po to jis dedamas į eksikatorių (4.4 p.). Kai jo temperatūra pasiekia kambario temperatūrą, tiglis pasveriamas 0,1 mg tikslumu;

5.3. tiriamoji mėginio dalis. Pasveriamas maždaug 3 gramai mėginio (5.1 p.) 0,1 mg tikslumu tiesiai į paruoštą tigli (A);

5.4. nustatymas:

5.4.1. tiglis su turiniu tol kaitinamas ant silpnos ugnies, karštos plytelės arba infraraudonųjų spindulių lempos, kol tiriamoji mėginio dalis visiškai suanglėja, saugant, kad ji neužsiliepsnotų;

5.4.2. tiglis perdedamas į elektrinę krosnį (4.3 p.), kurioje nustatyta (825 ± 25) °C temperatūra, ir kaitinamas mažiausiai vieną valandą, kol tiglyje nelieta anglies. Abu tigliai atvėsinami, po to dedami į eksikatorių (4.4 p.). Kai jų temperatūra pasiekia kambario temperatūrą, tigliai pasveriami 0,1 mg tikslumu;

5.4.3. kaitinimo (apytiksliai 30 minučių) elektrinėje krosnyje (4.3 p.), vėsinimo ir svėrimo procedūros kartojamos, kol pasiekiamas pastovi masė (masės skirtumas neviršija 1 mg) arba masė pradeda didėti. Užrašoma minimali masė.

6. Rezultatų apskaičiavimas:

6.1. apskaičiavimo metodas. Pelenų, įskaitant P_2O_5 , kiekis mėginyje, masės procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

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

kur:

m_0 – tiriamosios mėginio dalies masė gramais;

m_1 – tiglio ir likučių (pelenų) masė, gramais;

m_2 – paruošto tiglio masė, gramais.

Galutinis rezultatas apskaičiuojamas 0,01 proc. tikslumu.

6.2. Pakartojamumas:

6.2.1. to paties mėginio dviejų analizių, kurias tuo pat metu arba vieną po kitos, tomis pačiomis sąlygomis atlieka tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi neviršyti 0,15 g 100 g gaminio;

6.2.2. šis pakartojamumas turėtų būti pasiekiamas 95 proc. šio metodo atlikimo atveju.

pH NUSTATYMO METODAS

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas kazeinatų pH.
2. Apibrėžimas. **Kazeinatų pH** – 20 °C temperatūros kazeinatų vandens tirpalo pH, nustatytas apibūdintu metodu.
3. Metodo esmė. Kazeinato vandens tirpalo pH elektrometrinis nustatymas, naudojant pH-metrą.
4. Reagentai:
 - 4.1. buferiniai tirpalai pH-metrui kalibruoti. Du etaloniniai buferiniai tirpalai, kurių pH vertės, esant 20 °C temperatūrai, yra žinomos šimtųjų vieneto dalių tikslumu, turi apimti tiriamojo mėginio pH vertę, pavyzdžiui, ftalato buferinis tirpalas, kurio pH rodiklis apytiksliai 4 ir borakso buferinis tirpalas, kurio pH rodiklis apytiksliai 9;
 - 4.2. vanduo, kaip nurodyta šio reglamento 1 priedo 2.1 punkte.
5. Įranga:
 - 5.1. svarstyklės, sveriančios 0,1 gramu tikslumu;
 - 5.2. pH-metras, kurio minimalus jautrumas 0,05 pH vienetai, su tinkamai kalibruotu elektrodu, pvz., stiklo elektrodu ir kalomelio arba kitu etaloniniu elektrodu;
 - 5.3. termometras, kurio tikslumas 0,5 °C;
 - 5.4. 100 ml kūginė kolba, užkemšama gludinto stiklo kamščiu;
 - 5.5. 50 ml stiklinė;
 - 5.6. maišyklė;
 - 5.7. stiklinė maišyklei (5.6 p.), mažiausiai 250 ml tūrio.
6. Procedūra:
 - 6.1. mėginys paruošiamas, kaip aprašyta šio reglamento 1 priedo 1.2 punkte;
 - 6.2. nustatymas:
 - 6.2.1. pH-metro kalibravimas. Buferinių tirpalų (4.1 p.) temperatūra nustatoma 20 °C ir pH-metras kalibruojamas pagal gamintojo instrukcijas.

PASTABOS:

 1. Kalibravimą reikėtų atlikti tuo metu, kai kolbos paliktos 20 minučių stovėti (žr. 6.2.2.2).
 2. Jeigu analizuojama serija mėginių, pH-metro kalibravimas patikrinamas ne rečiau kaip kas 30 minučių su vienu arba daugiau etaloninių buferinių tirpalų;
 - 6.2.2. tiriamojo tirpalo paruošimas:
 - 6.2.2.1. į stiklinę (5.7 p.) įpilama 95 ml vandens, įdedama 5 gramai tiriamojo mėginio (6.1 p.) ir, naudojant maišyklę (5.6 p.), maišoma 30 sekundžių;
 - 6.2.2.2. leidžiama 20 minučių pastovėti 20 °C temperatūroje, uždengus laikrodžio stikleliu;
 - 6.2.3. pH matavimas:
 - 6.2.3.1. apie 20 ml tirpalo įpilama į stiklinę (5.5 p.) ir, naudojant pH-metrą (5.2 p.), tuoj pat nustatomas šio tirpalo pH, prieš tai stiklinius elektrodus nuplovus vandeniu;
 - 6.2.3.2. pamatuojamas pH.- 7. Rezultatų apskaičiavimas:
 - 7.1. pH fiksavimas. pH-metro skalės parodymų vertė, mažiausiai dviejų šimtųjų tikslumu, užrašoma kaip kazeino vandens tirpalo pH.
 - 7.2. Pakartojamumas:
 - 7.2.1. to paties mėginio dviejų analizių, kurias tuo pat metu arba vieną po kitos, tomis pačiomis sąlygomis atlieka tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi neviršyti 0,05 pH vienetų;
 - 7.2.2. šis pakartojamumas turėtų būti pasiekiamas 95 proc. šio metodo atlikimo atvejų.