

PATVIRTINTA
Lietuvos Respublikos žemės ūkio
ministro
2008 m. kovo 14 d.
įsakymu Nr. 3D-138

DEHIDRATUOTO KONSERVUOTO PIENO, SKIRTO ŽMONĖMS VARTOTI, TECHNINIS REGLAMENTAS

Dehidratuoto konservuoto pieno, skirto žmonėms vartoti, techninis reglamentas (toliau – reglamentas) parengtas įgyvendinant 2001 m. gruodžio 20 d. Tarybos direktyvą 2001/114/EB dėl žmoniems vartoti skirto tam tikro iš dalies arba visiškai dehidratuoto konservuoto pieno (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 3 skyrius, 35 tomas, p. 30) su paskutiniais pakeitimais, padarytais 2007 m. rugsėjo 26 d. Tarybos direktyva 2007/61/EB (OL 2007 L 258 p. 27) ir vadovaujantis 1979 m. lapkričio 13 d. Pirmąja Komisijos direktyva 79/1067/EEB, nustatančia tam tikro žmoniems vartoti skirto iš dalies arba visiškai dehidratuoto pieno Bendrijos analizės metodus, (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 3 skyrius, 4 tomas, p. 112) bei 1987 m. spalio 6 d. Pirmąja Komisijos direktyva 87/524/EEB, nustatančia cheminei analizei skirtus Bendrijos ėminių ėmimo metodus, taikomus vykdant pieno konservų monitoringą, (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 13 skyrius, 8 tomas, p. 350).

I. TAIKYMO SRITIS

1. Reglamentas taikomas iš dalies arba visiškai dehidratuoto konservuoto pieno gaminiams (KN kodai: 0402.10; 0402.21; 0402.29 (išskyrus 0402.29.11); 0402.91; 0402.99), atitinkantiems II skyriuje pateiktas sąvokas, skirtiems tiesiogiai vartoti arba perdirbti.

Kiekviena prekė, įvežta iš Europos Bendrijos valstybės narės arba iš Europos ekonominės erdvės (EEE) sutartį pasirašiusios Europos laisvosios prekybos asociacijos (ELPA) valstybės, taip pat ir Turkijos, gali būti be apribojimų tiekiamą Lietuvos Respublikos rinkai, jeigu ji buvo pagaminta ES valstybėje narėje ar ELPA valstybėje ar Turkijoje teisėtai būdais arba teisėtai importuota į valstybę narę iš trečiųjų šalių ir ją leidžiama tiekti rinkai toje valstybėje. Laisvo prekės judėjimo apribojimai pateisinami, jeigu neužtikrinamas lygiavertis įvairių susijusių teisėtų interesų apsaugos lygis.

2. Reglamento reikalavimų privalo laikytis visi fiziniai ir juridiniai asmenys, tiekiantys dehidratuoto konservuoto pieno gaminius rinkai.

3. Reglamento reikalavimai netaikomi kūdikių mitybos gaminiams.

II. SĄVOKOS

4. Reglamente vartojamos sąvokos:

Iš dalies dehidratuotas pienas – saldintas arba nesaldintas skystas gaminys, gaunamas pašalinus dalį vandens iš nenugriebto, nugriebto arba iš dalies nugriebto pieno arba jų mišinio, į kurį gali būti primaišyta grietinėlės ir (arba) pieno miltelių. Pridėtų pieno miltelių turi būti ne daugiau kaip 25 proc. gaminio sausųjų pieno medžiagų kiekio.

4.1. Nesaldintam sutirštintam pienui apibūdinti vartojamos sąvokos:

Sutirštinta grietinėlė – iš dalies dehidratuoto pieno gaminys, kurio ne mažiau kaip 15 proc. masės sudaro pieno riebalai ir ne mažiau kaip 26,5 proc. – sausosios pieno medžiagos.

Sutirštintas pienas – iš dalies dehidratuotas pienas, kurio ne mažiau kaip 7,5 proc. masės sudaro pieno riebalai ir ne mažiau kaip 25 proc. – sausosios pieno medžiagos.

Sutirštintas iš dalies nugriebtas pienas – iš dalies dehidratuotas pienas, kurio ne mažiau kaip 1 proc., bet mažiau kaip 7,5 proc. masės sudaro pieno riebalai, ir ne mažiau kaip 20 proc. – sausosios pieno medžiagos.

Sutirštintas nugriebtas pienas – iš dalies dehidratuotas pienas, kurio ne daugiau kaip 1 proc. masės sudaro pieno riebalai ir ne mažiau kaip 20 proc. – sausosios pieno medžiagos.

4.2. Saldintam sutirštintam pienui apibūdinti vartojamos sąvokos:

Saldintas sutirštintas pienas – iš dalies dehidratuotas pienas su sacharozė (pusbalčiu cukrumi, baltuoju cukrumi arba ypač baltu cukrumi), kurio ne mažiau kaip 8 proc. masės sudaro pieno riebalai ir ne mažiau kaip 28 proc. – sausosios pieno medžiagos.

Saldintas sutirštintas iš dalies nugriebtas pienas – iš dalies dehidratuotas pienas su sacharozė (pusbalčiu cukrumi, baltuoju cukrumi arba ypač baltu cukrumi), kurio ne mažiau kaip 1 proc., bet mažiau kaip 8 proc. masės sudaro pieno riebalai ir ne mažiau kaip 24 proc. – sausosios pieno medžiagos.

Saldintas sutirštintas nugriebtas pienas – iš dalies dehidratuotas pienas su sacharozė (pusbalčiu cukrumi, baltuoju cukrumi arba ypač baltu cukrumi), kurio ne daugiau kaip 1 proc. masės sudaro pieno riebalai ir ne mažiau kaip 24 proc. – sausosios pieno medžiagos.

4.3. Visiškai dehidratuotam pienui apibūdinti vartojamos sąvokos:

Dehidratuotas pienas – iš nenugriebto, nugriebto arba iš dalies nugriebto pieno, grietinėlės arba iš jų mišinio šalinant vandenį gaunamas sausas gaminys, kurio drėgmė sudaro ne daugiau kaip 5 proc. gaminio masės.

Grietinėlės milteliai – išdžiovinus labai riebę pieną gaunamas sausas pieno gaminys, kurio ne mažiau kaip 42 proc. masės sudaro pieno riebalai.

Nenugriebto pieno milteliai – išdžiovinus pieną gaunamas sausas pieno gaminys, kurio ne mažiau kaip 26 proc., bet mažiau kaip 42 proc. masės sudaro pieno riebalai.

Iš dalies nugriebto pieno milteliai – išdžiovinus iš dalies nugriebtą pieną gaunamas sausas pieno gaminys, kurio ne mažiau kaip 1,5 proc., bet mažiau kaip 26 proc. masės sudaro pieno riebalai.

Nugriebto pieno milteliai – išdžiovinus nugriebtą pieną gaunamas sausas pieno gaminys, kurio ne daugiau kaip 1,5 proc. masės sudaro pieno riebalai.

5. Nepažeidžiant 4 punkte nurodytų sudėties reikalavimų, baltymų kiekis piene gali būti keičiamas taip, kad jų kiekis būtų mažiausiai 34 proc. masės (skaičiuojant sausosiose neriebalinėse medžiagose), pridedant ir (arba) pašalinant pieno sudedamąsias dalis taip, kad nepasikeistų išrūgų baltymų ir kazeino santykis piene.

6. Šio reglamento 1 priede pateiktas kai kurių specifinių, alternatyvių 4 punkte apibūdintų pieno gaminių sąvokų ir jų išaiškinimo aprašas. Šios sąvokos gali būti vartojamos tik 1 priede nurodyta kalba ir nurodytomis sąlygomis.

III. KOKYBĖS IR SAUGOS REIKALAVIMAI

7. Žaliava ir leistini priedai gaminiams, išvardintiems II skyriuje:

7.1 pienas, kuris atitinka reikalavimus, išdėstytus 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 2007 m. spalio 24 d. Komisijos reglamentu (EB) Nr. 1243/2007 (OL 2006 L 281, p. 8);

7.2. pieno baltymų koncentratas (retentatas), kuris gaunamas koncentruojant pieno, iš dalies nugriebto pieno arba nugriebto pieno baltymus ultrafiltravimo būdu;

7.3. pieno filtratas (permeatas), kuris gaunamas ultrafiltravimo būdu iš pieno, iš dalies nugriebto pieno ir nugriebto pieno pašalinus pieno riebalus ir baltymus;

7.4. laktozė, natūrali pieno sudedamoji dalis, paprastai gaunama iš išrūgų, ir kurioje bevandenės laktozės kiekis yra ne mažesnis kaip 99,0 proc. m/m sausojoje medžiagoje. Ji gali būti bevandenė arba turėti vieną kristalizacinio vandens molekulę arba būti abiejų variantų mišinys.

8. Gaminant reglamente apibūdintus gaminius leistini vitaminai, mineralai ir kitos medžiagos, atitinkančios 2006 m. gruodžio 20 d. Europos Parlamento ir Tarybos reglamento (EB) Nr. 1925/2006 dėl maisto produktų papildymo vitaminais ir mineralais bei tam tikromis kitomis medžiagomis (OL 2006 L 404, p. 26) nuostatas.

9. Gaminant 4.2 punkte apibrėžtus gaminius leidžiama pridėti laktozės, bet pridėtas laktozės kiekis turi būti ne didesnis kaip 0,03 proc. galutinio gaminio masės.

10. Leistini maisto priedai gali būti naudojami taip, kaip nurodyta Lietuvos higienos normoje HN 53:2003 „Leidžiami vartoti maisto priedai“, patvirtintoje Lietuvos Respublikos sveikatos apsaugos ministro 2003 m. gruodžio 31 d. įsakymu Nr. V-793 (Žin., 2004, Nr. 45-1491).

11. Nepažeidžiant reglamento (EB) Nr. 853/2004 nuostatų, šiame reglamente apibūdinti gaminiai konservuojami šiais būdais:

11.1. 4.1 punkte apibūdinti gaminiai – šiluminiu būdu (sterilizuojant, apdorojant ultraaukšta temperatūra ir kt.);

11.2. 4.2 punkte apibūdinti gaminiai – pridedant sacharozės;

11.3. 4.3 punkte apibūdinti gaminiai – dehidratuojant.

12. Dehidratuotas konservuotas pienas turi būti gaminamas, laikomas ir gabenamas 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) ir reglamento (EB) Nr. 853/2004 nuostatomis.

13. Gaminuose 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) su paskutiniais pakeitimais, padarytais 2007 m. gruodžio 5 d. Komisijos reglamentu (EB) Nr. 1441/2007 (OL 2007 L 322, p. 12).

14. Pesticidų likučių koncentracija žaliavoje ir gaminiuose turi neviršyti lygių, nurodytų Lietuvos higienos normoje HN 54:2003 „Maisto produktai. Didžiausios leidžiamos teršalų ir pesticidų likučių koncentracijos“, patvirtintoje Lietuvos Respublikos sveikatos apsaugos ministro 2003 m. gruodžio 24 d. įsakymu Nr. V-773 (Žin., 2004, Nr. 45-1487), 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 2007 m. rugsėjo 28 d. Komisijos reglamentu (EB) Nr. 1126/2007 (OL 2007 L 255, p. 14).

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) bei Lietuvos higienos normos HN 16:2006 „Medžiagų ir gaminių, skirtų liestis su maistu, specialieji sveikatos saugos reikalavimai“ (Žin., 2006, Nr. 58-2069) nurodytus reikalavimus.

17. Šio reglamento 4 ir 6 punktuose apibūdinti gaminiai ženklinami pagal Lietuvos Respublikoje parduodamų daiktų (prekių) ženklavimo ir kainų nurodymo taisykles, patvirtintas 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 ženklavimas“, patvirtintos Lietuvos Respublikos sveikatos apsaugos ministro 2002 m. gruodžio 24 d. įsakymu Nr. 677 (Žin., 2003, Nr. 13-530) ir toliau nurodytus reikalavimus:

17.1. gaminio pavadinimas turi atitikti 4 ir 6 punktų sąvokas;

17.2. ženklinant gaminius būtina nurodyti pieno riebalų kiekį masės procentais, išskyrus sutirštiną nugriebtą pieną, saldintą sutirštiną nugriebtą pieną ir nugriebto pieno miltelius;

17.3. ženklinant šio reglamento 4.1 ir 4.2 punktuose apibūdintus gaminius, būtina nurodyti pieno riebalų kiekį ir sausųjų neriebalinių pieno medžiagų kiekį masės procentais;

17.4. pieno riebalų ir sausųjų neriebalinių pieno medžiagų kiekiai masės procentais turi būti pateikti greta gaminio pavadinimo;

17.5. gaminių, apibūdintų šio reglamento 4.3 punkte, etiketėse turi būti pateiktos rekomendacijos kaip juos regeneruoti (atskiesti) ir regeneruoto gaminio riebumas. Riebumas nenurodomas regeneruotiems nugriebto pieno milteliams. Etiketėje turi būti nurodyta, kad gaminys neskirtas kūdikiams iki 12 mėn. maitinti;

17.6. jeigu gaminiai, kurių vienetas sveria mažiau kaip 20 g, yra įpakuoti į bendrąją pakuotę, jų etiketėje būtina nurodyti tik pavadinimą, o kiti reikalaujami rekvizitai gali būti nurodomi tik ant bendrosios pakuotės.

V. PAMATINIAI MĖGINIŲ ĖMIMO IR ANALIZĖS METODAI

18. Mėginiai imami pagal LST EN ISO 707:1999 + P:2003 „Pienas ir pieno produktai. Mėginių ėmimo taisyklės (ISO 707:1997)“.

19. Mėginių paruošimas cheminei analizei atliekamas kaip nurodyta šio reglamento 2 priede.

20. Sausųjų medžiagų kiekis 4.1 punkte apibūdintuose gaminiuose nustatomas taikant šio reglamento 3 priede nurodytą metodą arba pagal LST ISO 6731:2002 „Pienas, grietinėlė ir sutirštintas pienas. Bendrojo sausųjų medžiagų kiekio nustatymas (pamatinis metodas) (tpt ISO 6731:1989)“.

21. Sausųjų medžiagų kiekis 4.2 punkte apibūdintuose gaminiuose nustatomas taikant šio reglamento 3 priede nurodytą metodą arba pagal LST ISO 6734:1998 „Sutirštintas saldintas pienas. Bendrojo sausosios medžiagos kiekio nustatymas (pamatinis metodas)“.

22. Drėgmės kiekis 4.2 punkte apibūdintuose gaminiuose nustatomas taikant šio reglamento 4 priede nurodytą metodą.

23. Riebalų kiekis 4.1 punkte apibūdintuose gaminiuose nustatomas taikant šio reglamento 5 priede nurodytą metodą arba pagal LST EN ISO 1737:2001 „Sutirštintas pienas ir saldintas sutirštintas pienas. Riebalų kiekio nustatymas. Gravimetrinis metodas (pamatinis metodas (ISO 1737:1999))“.

24. Riebalų kiekis 4.3 punkte apibūdintuose gaminiuose nustatomas taikant šio reglamento 6 priede nurodytą metodą arba pagal LST EN ISO 1736:2001 „Sausasis pienas ir sausieji pieno produktai. Riebalų kiekio nustatymas. Gravimetrinis metodas (pamatinis metodas (ISO 1736:2000))“.

25. Pieno rūgšties ir laktatų kiekis 4.3 punkte apibūdintuose gaminiuose nustatomas taikant šio reglamento 7 priede nurodytą metodą arba pagal LST EN ISO 8069:2007 „Sausasis pienas. Pieno rūgšties ir laktatų kiekio nustatymas (ISO 8069:2005)“.

26. Titruojamasis rūgštingumas 4.3 punkte apibūdintuose gaminiuose nustatomas pagal LST ISO 6091:2002 „Sausasis pienas. Titruojamojo rūgštingumo nustatymas (pamatinis metodas)“ (tapatus ISO 6091:1980).

27. Fosfatazės aktyvumas 4.3 punkte apibūdintuose gaminiuose nustatomas taikant šio reglamento 8 priede nurodytą metodą arba pagal LST ISO 3356:1998 „Pienas ir sausasis pienas, pasukos ir sausosios pasukos, išrūgos ir sausosios išrūgos. Fosfatazės aktyvumo nustatymas (pamatinis metodas)“.

28. Baltymų kiekis dehidratuoto konservuoto pieno gaminiuose nustatomas pagal LST EN ISO 8968-1:2002 „Pienas. Azoto kiekio nustatymas. 1 dalis. Kjeldalio metodas (ISO 8968-1:2001)“; LST EN ISO 8968-2:2002 „Pienas. Azoto kiekio nustatymas. 2 dalis. Mineralizavimo

virimo bloke metodas (makrometodas)“ (ISO 8968-2:2001); LST EN ISO 8968-3:2007 „Pienas. Azoto kiekio nustatymas. 3 dalis. Mineralizavimo virimo bloke metodas (pusiau mikroanalizės spartusis įprastinis metodas)“ (ISO 8968-3:2004); LST EN ISO 8698-4:2002 „Pienas. Azoto kiekio nustatymas. 4 dalis. Nebaltyminio azoto kiekio nustatymas“ (ISO 8968-4:2001); LST EN ISO 8698-5:2002 „Pienas. Azoto kiekio nustatymas. 5 dalis. Baltyminio azoto kiekio nustatymas“ (ISO 8968-5:2001).

PASTABOS:

1. Jei pateikiamas daugiau nei vienas analizės metodas, mėginys gali būti tiriamas pagal bet kurį iš jų. Bandyto ataskaitoje būtina nurodyti, kuris metodas taikytas.

2. Gaminiai gali būti tiriami ir kitais įprastiniais bei lygiaverčiais pagal tikslumą metodais, kaip nurodyta 2001 m. sausio 9 d. Komisijos reglamento (EB) Nr. 213/2001, nustatančio išsamias Tarybos reglamento (EB) Nr. 1255/1999 taikymo taisykles, susijusias su pieno ir pieno produktų analizės bei kokybės vertinimo metodais ir iš dalies pakeičiančio Reglamentus (EB) Nr. 2771/1999 ir (EB) Nr. 2799/1999, (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 3 skyrius, 31 tomas, p. 240), 3 straipsnyje.

KAI KURIŲ GAMINIŲ ALTERNATYVIŲ SAŲOKŲ APRAŠAS

1. Angliškas pavadinimas „evaporated milk“ atitinka sutirštintą pienu, kuriame pagal masę yra ne mažiau kaip 9 proc. pieno riebalų ir 31 proc. sausųjų pieno medžiagų.

2. Prancūziški pavadinimai „lait demi-écrémé concentré“ ir „lait demi-écrémé non sucré“, ispaniškas pavadinimas „leche evaporada semidesnatada“, olandiški pavadinimai „geëvaporeerde halfvolle melk“ arba „halfvolle koffiemelk“ ir angliškas pavadinimas „evaporated semi-skimmed milk“ atitinka sutirštintą iš dalies nugriebtą pienu, kuriame pagal masę yra tarp 4,0 proc. ir 4,5 proc. pieno riebalų ir ne mažiau kaip 24 proc. sausųjų pieno medžiagų.

3. Daniškas pavadinimas „kondenseret kaffefløde“ ir vokiškas pavadinimas „kondensierte Kaffeesahne“ atitinka sutirštintą labai riebių pienu.

4. Daniškas pavadinimas „flødepulver“, vokiški pavadinimai „Rahmpulver“ ir „Sahnepulver“, prancūziškas pavadinimas „crème en poudre“, olandiškas pavadinimas „roompoeder“, švediškas pavadinimas „gräddpulver“ ir suomiškas pavadinimas „kermajauhe“ atitinka labai riebaus pieno miltelius.

5. Prancūziškas pavadinimas „lait demi-écrémé concentré sucré“, ispaniškas pavadinimas „leche condensada semidesnatada“ ir olandiškas pavadinimas „gecondenseerde halfvolle melk met suiker“ atitinka saldintą sutirštintą iš dalies nugriebtą pienu, kuriame pagal masę yra tarp 4 proc. ir 4,5 proc. riebalų ir ne mažiau kaip 28 proc. sausųjų pieno medžiagų.

6. Prancūziškas pavadinimas „lait demi-écrémé en poudre“, olandiškas pavadinimas „halfvolle melkpoeder“ ir angliški pavadinimai „semi-skimmed milk powder“ arba „dried semi-skimmed milk“ atitinka iš dalies nugriebto pieno miltelius, kurių pieno riebalų kiekis yra tarp 14 proc. ir 16 proc.

7. Portugališkas pavadinimas „leite em pó meio gordo“ atitinka iš dalies nugriebto pieno miltelius, kurių pieno riebalų kiekis yra tarp 13 proc. ir 26 proc.

8. Olandiškas pavadinimas „koffiemelk“ atitinka sutirštintą pienu.

9. Suomiškas pavadinimas „rasvaton maitojauhe“ atitinka nugriebto pieno miltelius.

10. Ispaniškas pavadinimas „leche en polvo semidesnatada“ atitinka iš dalies nugriebto pieno miltelius, kurių pieno riebalų kiekis yra tarp 10 proc. ir 16 proc.

11. Maltietiškas pavadinimas „Halib evaporat“ atitinka sutirštintą pieną.
 12. Maltietiškas pavadinimas „Halib evaporat b'kontenut baxx ta' xaħam“ atitinka sutirštintą iš dalies nugriebtą pieną.
 13. Estiškas pavadinimas „koorepulber“ atitinka labai riebaus pieno miltelius.
 14. Estiškas pavadinimas „piimapulber“ atitinka nenugriebto pieno miltelius.
 15. Estiškas pavadinimas „väherasvane kondenspiim“ atitinka sutirštintą iš dalies nugriebtą pieną.
 16. Estiškas pavadinimas „magustatud väherasvane kondenspiim“ atitinka saldintą sutirštintą iš dalies nugriebtą pieną.
 17. Estiškas pavadinimas „väherasvane piimapulber“ atitinka iš dalies nugriebto pieno miltelius.
 18. Čekiškas pavadinimas „zahuštěná neslazená smetana“ atitinka sutirštintą labai riebų pieną.
 19. Čekiškas pavadinimas „zahuštěné neslazené plnotučné mléko“ atitinka sutirštintą pieną.
 20. Čekiškas pavadinimas „zahuštěné neslazené polotučné mléko“ atitinka sutirštintą iš dalies nugriebtą pieną, kuriame riebalai pagal masę yra nuo 4 proc. iki 4,5 proc.
 21. Čekiškas pavadinimas „zahuštěné slazené plnotučné mléko“ atitinka saldintą sutirštintą pieną.
 22. Čekiškas pavadinimas „zahuštěné slazené polotučné mléko“ atitinka saldintą sutirštintą iš dalies nugriebtą pieną, kuriame riebalai pagal masę sudaro nuo 4 proc. iki 4,5 proc.
 23. Čekiškas pavadinimas „sušěná smetana“ atitinka labai riebaus pieno miltelius.
 24. Čekiškas pavadinimas „zahuštěné slazené polotučné mléko“ atitinka iš dalies nugriebto pieno miltelius, kurių riebalų kiekis pagal masę yra nuo 14 proc. iki 16 proc.
-

IŠ DALIES ARBA VISIŠKAI DEHIDRATUOTO KONSERVUOTO PIENO, SKIRTO ŽMONĖMS VARTOTI, SUDĖTIES ANALIZĖS BENDRIEJI REIKALAVIMAI

1. Mėginio paruošimas cheminei analizei:

1.1. Sutirštintos grietinėlės, sutirštinto pieno, sutirštinto iš dalies nugriebto pieno, sutirštinto nugriebto pieno mėginių paruošimas:

Uždaryta skardinė supurtoma ir pavartoma. Skardinė atidaroma ir pienas lėtai perpilamas į kitą hermetiškai uždaromą indą, pakartotinio perpylimo metu sumaišant. Įsitikinama, ar visi prie skardinės sienelių ir dugno prikibę riebalų ir pieno likučiai įmaišyti į mėginį. Indas uždaromas. Jeigu turinys nevienalytis, indas pašildomas 40 °C temperatūros vandens vonioje. Kas 15 minučių energingai supurtoma. Po dviejų valandų indas ištraukiamas iš vandens vonios ir jam leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros. Nuimamas dangtelis ir indo turinys gerai sumaišomas šaukštu arba mentele (jeigu atsiskyrė riebalai, mėginys neturėtų būti tiriamas). Indas uždaromas ir laikomas šaltai;

1.2. Saldinto sutirštinto pieno, saldinto sutirštinto iš dalies nugriebto pieno, saldinto sutirštinto nugriebto pieno mėginių paruošimas:

1.2.1. Uždaryta sutirštinto pieno skardinė šildoma (30 – 40) °C temperatūros vandens vonioje apie 30 minučių. Skardinė atidaroma ir turinys gerai sumaišomas mentele arba šaukštu, darant judesius aukštyn, žemyn ir ratu, kad būtų gautas vienodas viršutinių ir apatinių sluoksnių mišinys. Įsitikinama, ar prie skardinės sienelių ir dugno prilipę pieno likučiai įmaišyti į mėginį. Turinys perpilamas į kitą indą (su sandariu dangteliu). Indas uždaromas ir laikomas šaltai.

1.2.2. Sutirštinto pieno tūbelės galas nukerpamas ir turinys supilamas į indą (su sandariu dangteliu). Po to tūbelė perkerpama išilgai. Gaminys, prilipęs prie vidinės pusės, nugramdomas ir rūpestingai sumaišomas su visu turiniu. Indas uždaromas ir laikomas šaltai.

1.3. Grietinėlės miltelių, nenugriebto pieno miltelių, iš dalies nugriebto pieno miltelių, nugriebto pieno miltelių mėginių paruošimas:

Pieno milteliai perpilami į švarų sausą indą (su sandariu dangteliu), kurio tūris du kartus didesnis už miltelių užimamą tūrį. Indas tuoj pat uždaromas ir pieno milteliai gerai sumaišomi keletą kartų purtant ir vartant indą. Kad drėgmės absorbcija būtų kuo mažesnė, ruošiant mėginį nereikėtų palikti pieno miltelių atvirame ore.

2. Reagentai:

2.1. Tirpinimo, skiedimo arba plovimo tikslais turi būti naudojamas tik degazuotas arba prieš naudojimą 10 min. pavirintas, mažiausiai 3-ojo 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 įranga;

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

4. Rezultatų apskaičiavimas:

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

4.2. reikšminių skaitmenų skaičius. Rezultate reikšminių skaitmenų turi būti ne daugiau nei leidžia taikomo analizės metodo tikslumas.

5. Bandymo ataskaita. Ataskaitoje turi būti nurodytas taikomas analizės metodas ir gauti rezultatai. Be to, joje turi būti nurodytos visos (ir neprivalomos) metodikos, analizės metode nenurodytos sąlygos, taip pat visos aplinkybės, kurios galėjo daryti poveikį gautam rezultatui. Bandymo ataskaita turi suteikti visą informaciją, reikalingą mėginiui identifikuoti.

SAUSŪJŲ MEDŽIAGŲ KIEKIO NUSTATYMAS

(Džiovinimo spintoje esant 99 °C temperatūrai)

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas sausųjų medžiagų kiekis:

- 1.1. sutirštintos grietinėlės;
- 1.2. sutirštinto pieno;
- 1.3. sutirštinto iš dalies nugriebto pieno;
- 1.4. sutirštinto nugriebto pieno;
- 1.5. saldinto sutirštinto pieno;
- 1.6. saldinto sutirštinto iš dalies nugriebto pieno;
- 1.7. saldinto sutirštinto nugriebto pieno.

2. Apibrėžimas. **Sutirštintos grietinėlės ir sutirštinto pieno sausųjų medžiagų kiekis** – sausųjų medžiagų kiekis, nustatytas apibūdintu metodu.

3. Metodo esmė. Žinomas mėginio kiekis skiedžiamas vandeniu, sumaišomas su smėliu ir džiovinamas (99 ±1) °C temperatūroje. Po džiovinimo likusi masė yra sausųjų medžiagų masė ir apskaičiuojama mėginio masės procentais.

4. Reagentai:

4.1. kvarcinis smėlis arba jūros smėlis, apdorotas druskos rūgštimi (dalelių dydis - nuo 0,18 mm iki 0,5 mm, jos pereina per 500 mikronų sietą ir sulaikomos 180 mikronų sietu). Jis turi atitikti šį kontrolinį bandymą:

4.1.1. 25 g smėlio 2 valandas kaitinama džiovinimo spintoje (5.3 p.), kaip aprašyta 6.1-6.3 punktuose. Įpilama 5 ml vandens, vėl kaitinama džiovinimo spintoje 2 valandas, atšaldoma ir vėl pasverama. Dviejų svėrimų metu nustatytų masių skirtumas turi neviršyti 0,5 mg;

4.1.2. prireikus smėlis 3 dienas apdorojamas 25 proc. druskos rūgšties tirpalu, retkarčiais pamaišant druskos rūgšties tirpalu užpiltą smėlį. Plaunama vandeniu tol, kol pranyksta rūgštinė reakcija arba nelieta chloro jonų. Išdžiovinama 160 °C temperatūroje ir vėl patikrinama, kaip aprašyta 4.1.1 punkte.

5. Įranga:

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

5.2. metaliniai biuksai, geriau iš nikelio, aliuminio arba nerūdijančio plieno. Biuksai turi turėti labai gerai priglundančius dangtelius, kuriuos galima lengvai nuimti. Tinkami matmenys yra šie: skersmuo – nuo 60 mm iki 80 mm, aukštis – apie 25 mm;

5.3. gerai ventiliuojama, termostatiškai reguliuojama, atmosferos slėgio džiovavimo spinta, kurioje nustatoma (99 ± 1) °C temperatūra. Temperatūra turėtų būti vienoda visoje džiovavimo spintoje;

5.4. eksikatorius, pripildytas naujai aktyvuoto silicio gelio su vandens kiekio indikatoriumi arba ekvivalentiško desikanto;

5.5. stiklinės lazdelės, suplotu vienu galu ir tokio ilgio, kad tilptų metalinių biuksų (5.2 p.) viduje;

5.6. Vandens vonia virinimui.

6. Procedūra:

6.1. į biuksą (5.2 p.) pasveriamą apie 25 g smėlio (4 p.) ir įdedama trumpa stiklinė lazdelė (5.5 p.);

6.2. neuždengtas biuksas su turiniu bei dangtelis įdedami į džiovavimo spintą (5.3 p.) ir kaitinami dvi valandas;

6.3. biuksas vėl uždengiamas dangteliu ir perdedamas į eksikatorių (5.4 p.). Leidžiama jam atvėsti iki kambario temperatūros ir pasveriamą 0,1 mg tikslumu (M_0);

6.4. smėlis sustumiamas į vieną biukso pusę. Į tuščią vietą pilama apie 1,5 g sutirštinto saldinto pieno arba 3,0 g sutirštinto pieno mėginio. Biuksas vėl uždengiamas ir pasveriamas 0,1 mg tikslumu (M_1);

6.5. dangtelis nuimamas, įpilama 5 ml vandens ir stikline lazdele sumaišomi skysčiai, po to smėlis ir skystoji dalis. Lazdelė paliekama biukse;

6.6. biuksas įstatomas į verdančio vandens vonią (5.6 p.) ir paliekamas joje, kol išgaruoja vanduo; tai paprastai trunka 20 minučių. Retkarčiais mišinys pamaišomas lazdele, kad masė gerai vėstų ir džiūdama nesustingtų į gabalą. Lazdelė paliekama biukse;

6.7. biuksas ir dangtelis įdedami į džiovavimo spintą ir laikomi pusantros valandos;

6.8. biuksas vėl uždengiamas dangteliu ir perdedamas į eksikatorių (5.4 p.), jam leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros ir pasveriamą 0,1 mg tikslumu;

6.9. biuksas ir dangtelis dedami atgal į džiovavimo spintą, biuksas atidengiamas ir kaitinamas kartu su dangteliu dar valandą;

6.10. kartojama 6.8 punkte aprašyta procedūra;

6.11. kartojama 6.9 ir 6.10 punktuose aprašyta procedūra tol, kol dviejų vienas po kito atliekamų svėrimų rezultatų skirtumas bus mažesnis kaip 0,5 mg arba kol masė padidės. Jeigu masė

padidėja, skaičiavimui (7.1 p.) naudojama mažiausia masė. Paskutinė užfiksuota masė žymima M_2 , g.

7. Rezultatų apskaičiavimas:

7.1. apskaičiavimo metodas. Sausųjų medžiagų kiekis apskaičiuojamas mėginio masės procentais pagal formulę:

$$\frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \times 100,$$

kur:

M_0 – biukso, dangtelio ir smėlio masė gramais, atlikus 6.3 punkte aprašytą procedūrą;

M_1 – biukso, dangtelio, smėlio ir mėginio masė gramais, atlikus 6.4 punkte aprašytą procedūrą;

M_2 – biukso, dangtelio, smėlio ir išdžiovinto mėginio masė gramais, atlikus 6.11 punkte aprašytą procedūrą.

7.2. Pakartojamumas. To paties mėginio dviejų analizių, kurias tuo pat metu arba vieną po kitos, tomis pačiomis sąlygomis atlieka tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi neviršyti 0,2 g sausųjų medžiagų 100 g gaminio.

8. Pieno bendrojo sausųjų medžiagų kiekio ir neriebalinių sausųjų medžiagų kiekio apskaičiavimas:

8.1. saldinto sutirštinto pieno bendrasis pieno sausųjų medžiagų kiekis yra sausosios medžiagos kiekis (gautas šiame priede nurodytu metodu), atėmus sacharozės kiekį; 8.2. saldinto sutirštinto pieno neriebalinių pieno sausųjų medžiagų kiekis yra sausosios medžiagos kiekis (gautas šiame priede nurodytu metodu), atėmus sacharozės kiekį ir riebalų kiekį (gautą 5 priede nurodytu metodu);

8.3. sutirštinto pieno neriebalinių pieno sausųjų medžiagų kiekis yra sausosios medžiagos kiekis (gautas šiame priede nurodytu metodu), atėmus riebalų kiekį (gautą 5 priede nurodytu metodu).

DRĖGMĖS KIEKIO NUSTATYMAS
(Džiovinimo spintoje esant 102 °C temperatūrai)

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas masės nuostolis, išdžiovinus:
 - 1.1. grietinėlės miltelius;
 - 1.2. nenugriebto pieno miltelius;
 - 1.3. iš dalies nugriebto pieno miltelius;
 - 1.4. nugriebto pieno miltelius.
2. Apibrėžimas. **Drėgmės kiekis** yra masės nuostolis, gautas džiovinant apibūdintu metodu.
3. Metodo esmė – mėginio tiriamosios dalies liekamoji masė nustatoma išdžiovinus ją iki pastovios masės, atmosferos slėgio džiovinimo spintoje esant (102 ± 1) °C temperatūrai. Masės nuostolis apskaičiuojamas mėginio masės procentais.
4. Įranga:
 - 4.1. analizinės svarstyklės, sveriančios 0,1 mg tikslumu;
 - 4.2. biuksai, geriau iš nikelio, aliuminio, nerūdijančio plieno arba stiklo. Biuksai turi turėti labai gerai priglundančius dangtelius, kuriuos galima lengvai nuimti. Tinkami matmenys yra šie: skersmuo - nuo 60 mm iki 80 mm, aukštis – apie 25 mm;
 - 4.3. gerai ventiliuojama, 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 ekvivalentiško desikanto.
5. Procedūra:
 - 5.1. biuksas (4.2 p.) atidengiamas, kartu su dangteliu įdedamas į džiovinimo spintą (4.3 p.) ir kaitinamas apie valandą;
 - 5.2. biuksas vėl uždengiamas ir perdedamas į eksikatorių (4.4 p.). Leidžiama jam atvėsti iki kambario temperatūros ir pasveriamas 0,1 mg tikslumu (M_0);
 - 5.3. į biuksą įdedama apytiksliai 2 g pieno miltelių mėginio, biuksas uždengiamas dangteliu ir kaip galima greičiau pasveriamas 0,1 mg tikslumu (M_1);
 - 5.4. biuksas atidengiamas ir kartu su dangteliu įdedamas dviem valandom į džiovinimo spintą;

5.5. biuksas vėl uždengiamas ir perkeliamas į eksikatorių, jam leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros ir kaip galima greičiau pasveriami 0,1 mg tikslumu;

5.6. biuksas atidengiamas ir kartu su dangteliu kaitinamas džiovavimo spintoje vieną valandą;

5.7. pakartojama 5.5 punkte aprašyta procedūra;

5.8. kartojama 5.6 ir 5.5 punktuose aprašyta procedūra tol, kol dviejų vienas po kito atliekamų svėrimų rezultatų skirtumas neviršija 0,5 mg arba kol masė padidėja. Jeigu masė padidėja, skaičiavimams (6.1 p.) naudojama mažiausia gauta masė. Paskutinis užfiksuotas svoris žymimas M_2 , g.

6. Rezultatų apskaičiavimas:

6.1. apskaičiavimo metodas. Masės nuostoliai, gauti džiovinant mėginį, išreikšti masės procentais, apskaičiuojami pagal formulę:

$$\frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100,$$

kur:

M_0 – biukso ir jo dangtelio masė gramais, atlikus 5.2 punkte aprašytą procedūrą;

M_1 – biukso, jo dangtelio ir mėginio masė gramais, atlikus 5.3 punkte aprašytą procedūrą;

M_2 – biukso, jo dangtelio ir galutinio mėginio masė gramais, atlikus 5.5 punkte aprašytą procedūrą.

6.2. Pakartojamumas. 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.

SUTIRŠTINTOS GRIETINĖLĖS IR SUTIRŠTINTO PIENO RIEBALŲ KIEKIO NUSTATYMAS RÖSE-GOTTLIEBO METODU

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas riebalų kiekis:

- 1.1. sutirštintos grietinėlės;
- 1.2. sutirštinto pieno;
- 1.3. sutirštinto iš dalies nugriebto pieno;
- 1.4. sutirštinto nugriebto pieno;
- 1.5. saldinto sutirštinto pieno;
- 1.6. saldinto sutirštinto iš dalies nugriebto pieno;
- 1.7. saldinto sutirštinto nugriebto pieno.

2. Apibrėžimas. **Sutirštintos grietinėlės ir sutirštinto pieno riebalų kiekis** – riebalų kiekis, nustatytas apibūdintu metodu.

3. Metodo esmė. Riebalų kiekis Röse-Gottliebo metodu nustatomas ekstrahuojant riebalus dietileteriu ir petroleteriu iš amoniakinio alkoholinio mėginio tirpalo, po to tirpiklius išgarinant ir likutį pasveriant bei apskaičiuojant mėginio masės procentais.

4. Reagentai:

4.1. amoniako tirpalas, apie 25 proc. masės NH_3 (20 °C temperatūroje tankis apytiksliai 0,91 g/ml), arba stipresnis žinomos koncentracijos tirpalas;

4.2. etanolis, (96±2) proc. tūrio, arba etanolis, denatūruotas metanoliu, etilmetilketonas arba petroleteris;

4.3. dietileteris, be peroksidų.

PASTABA. Peroksidams patikrinti į mažą užkemšamą stiklinį cilindrą, iš anksto perskalautą eteriu, įpilama 10 ml eterio ir 1 ml naujai paruošto 10 procentų kalio jodido tirpalo. Supurtoma ir paliekama vienai minutei. Visuose sluoksniuose neturėtų būti geltonos spalvos. Dietileterį galima išlaikyti be peroksidų įdedant į jį drėgną cinko foliją, kuri vieną minutę buvo visa panardinta į atskiestą parūgštintą vario sulfato tirpalą ir paskui nuplauta vandeniu. 1 litrui naudojama apie 8000 mm² cinko folijos, sukarpytos tokio ilgio juostelėmis, kad siektų bent iki pusės indo;

4.4. petroleteris, kurio virimo temperatūra tarp 30 °C ir 60 °C;

4.5. sumaišytas tirpiklis paruošiamas prieš pat vartojimą sumaišant lygius dietileterio (4.3 p.) ir petroleterio (4.4 p.) tūrius (ten, kur nurodyta naudoti sumaišytą tirpiklį, jį galima pakeisti arba dietileteriu, arba petroleteriu).

Visi reagentai turėtų atitikti reikalavimus, nurodytus tuščiajame bandyme (6.1 p.). Jeigu reikia, reagentai gali būti perdistiliuoti kartu su 1 g sviesto riebalų 100 ml tirpiklio.

5. Įranga:

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

5.2. tinkami ekstrahavimui mėgintuvėliai arba kolbos su prigludintais stikliniais arba kitokiais kamščiais, kurių neveikia naudojami tirpikliai;

5.3. kolbos, plonasienės ir plokščiadugnės, 150 ml ir 250 ml tūrio;

5.4. gerai ventiliuojama, termostatiškai reguliuojama atmosferos slėgio džiovinimo spinta, kurioje nustatoma (102 ± 1) °C temperatūra;

5.5. granulės, neleidžiančios kunkuliuoti, be riebalų, neporėtos, netrapios. Gali būti naudojami stikliniai rutuliukai arba silicio karbido gabaliukai (šių medžiagų naudojimas nėra būtinas) (žr. 6.2.1 punktą);

5.6. sifonas, įstatomas į ekstrahavimo mėgintuvėlius;

5.7. centrifuga (nebūtina).

6. Procedūra:

6.1. tuščiasis bandymas. Nustatant riebalų kiekį mėginyje, tuo pačiu metu atliekamas ir tuščiasis bandymas su 10 ml vandens, naudojant tą patį ekstrahavimo įrangos tipą, tuos pačius tu pačių reagentų kiekius ir taikant tą pačią, žemiau aprašytą, metodiką, išskyrus 6.2.2 punktą. Jeigu tuščiojo bandymo rezultatas didesnis kaip 0,5 mg, reagentai turėtų būti patikrinti ir negrynas reagentas arba reagentai turėtų būti išgryninti arba pakeisti;

6.2. analizė:

6.2.1. džiovinimo spintoje (5.4 p.) kolba (5.3 p.) (jeigu reikia, kartu su trupučiu granuliu nuo kunkuliavimo (5.5 p.), kad sušvelnintų virimą garinant tirpiklius) džiovinama nuo pusės valandos iki valandos. Kolbai leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros. Atvėsusi kolba pasverama 0,1 mg tikslumu;

6.2.2. paruoštas mėginys sumaišomas ir nedelsiant 1 mg tikslumu pasverama nuo 2 g iki 2,5 g saldinto sutirštinto gaminio mėginio arba nuo 4 g iki 5 g nesaldinto sutirštinto gaminio mėginio tiesiai į ekstrahavimo indą (5.2 p.) arba pagal svorių skirtumą į jį perpilamas pasvertas mėginys. Įpilama 10,5 ml vandens ir, silpnai šildant (nuo 40 °C iki 50 °C), švelniai purtoma, kol mėginys visiškai disperguojamas. Mėginys turi būti visiškai disperguotas, kitu atveju analizė turėtų būti kartojama;

6.2.3. įpilama 1,5 ml 25 proc. amoniako (4.1 p.) arba atitinkamas kiekis stipresnio tirpalo ir gerai išmaišoma;

6.2.4. įpilama 10 ml etanolio (4.2 p.) ir skysčiai atsargiai, gerai sumaišomi neužkimštame inde;

6.2.5. įpilama 25 ml dietileterio (4.3 p.). Atvėsinama tekančiu vandeniu. Indas užkemšamas ir energingai purtomas bei pakartotinai vartomas vieną minutę;

6.2.6. atsargiai ištraukiamas kamštis, įpilama 25 ml petroleterio (4.4 p.), keliais pirmaisiais mililitrais perplaunamas kamštis ir indo kakliuko vidinė dalis, leidžiant nuoplovoms tekėti į indą. Vėl užkemšama ir pakartotinai purtoma ir vartoma 30 sekundžių. Jeigu nebus centrifuguojama (žr. 6.2.7 punktą), nereikia purtyti labai energingai;

6.2.7. indui leidžiama pastovėti tol, kol viršutinis skysčio sluoksnis nuskaidrėja ir aiškiai atsiskiria nuo vandens sluoksnio. Atskiriama gali būti centrifuguojant (5.7 p.);

PASTABA. Jeigu naudojama centrifuga, kurią suka ne trifazis motoras, gali pasirodyti kibirkštis, todėl reikia pasirūpinti, kad būtų išvengta sprogimo arba neužsidegtų eterio garai, kylantys, pavyzdžiui, iš sudužusio mėgintuvėlio.

6.2.8. kamštis ištraukiamas, jis ir indo kakliuko vidinė dalis perplaunami keliais mililitrais sumaišyto tirpiklio (4.5 p.) leidžiant nuoplovoms tekėti į indą. Į paruoštą kolbą (6.2.1 p.) atsargiai nupilama kaip galima daugiau paviršinio sluoksnio dekantuoju arba naudojant sifoną (5.6 p.).

PASTABA. Jeigu nupilama nenaudojant sifono, gali reikėti įpilti truputį vandens, kad pakiltų tarpfazinė riba ir būtų lengviau dekantuoti;

6.2.9. keliais mililitrais sumaišyto tirpiklio (4.5 p.) perplaunama indo kakliuko vidinė ir išorinė dalys arba sifono viršutinė ir apatinė dalys. Nuoplovoms nuo įrangos išorinės dalies leidžiama tekėti į kolbą, o nuoplovoms nuo kakliuko vidinės dalies bei sifono - į ekstrahavimo indą;

6.2.10. antroji ekstrakcija atliekama kartojant procedūrą, aprašytą 6.2.5 - 6.2.9 punktuose, bet naudojant tik 15 ml dietileterio ir 15 ml petroleterio;

6.2.11. trečioji ekstrakcija atliekama kartojant 6.2.10 punkte aprašytą procedūrą, bet praleidžiant paskutinį perplovimą (6.2.9 p.);

PASTABA. Analizuojant sutirštinto nugriebto pieno ir saldinto sutirštinto nugriebto pieno mėginius, atlikti trečiąją ekstrakciją neprivaloma.

6.2.12. atsargiai nugarinama arba nudistilijuojama kaip galima daugiau tirpiklio (įskaitant etanolį). Jeigu kolba mažo tūrio, po kiekvienos ekstrakcijos reikės, kaip ir ankščiau, pašalinti truputį tirpiklio;

6.2.13. kai nebejaučiama tirpiklio kvapo, kolba padedama džiovinimo spintoje ant šono ir kaitinama vieną valandą;

6.2.14. kolba išimama iš džiovinimo spintos, jai leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros ir pasveriami 0,1 mg tikslumu;

6.2.15. kartojamos 6.2.13 ir 6.2.14 punktuose aprašytos procedūros, kaitinant nuo 30 min iki 60 min, kol dviejų, vienas po kito atliekamų svėrimų rezultatų skirtumas bus ne didesnis kaip 0,5 mg arba kol masė padidės. Jeigu masė padidėjo, skaičiavimams (7.1 p.) naudojama mažiausia masė. Paskutinė užfiksuota masė žymima M_1 , g;

6.2.16. kad išekstrahuota medžiaga visiškai ištirtų, įpilama nuo 15 ml iki 25 ml petroleterio. Kolba švelniai pašildoma ir sukama, kol ištirpsta visi riebalai:

6.2.16.1. jeigu visa išekstrahuota medžiaga yra ištirpusi petroleteryje, riebalų masė yra lygi 6.2.1 ir 6.2.15 punktuose aprašytose procedūrose nustatytų masių skirtumui;

6.2.16.2. jeigu yra bent truputis neištirpusios medžiagos arba jeigu tuo abejojama, riebalai visiškai išekstrahuojami pakartotinai plaunant šiltu petroleteriu ir prieš kiekvieną dekantavimą leidžiant neištirpusioms medžiagoms nusėsti. Kolbos kakliuko išorinė dalis perplaunama 3 kartus. Ant šono padėta kolba kaitinama džiovinimo spintoje vieną valandą, kaip ir ankščiau (6.2.1 p.), jai leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros ir pasveriami 0,1 mg tikslumu. Riebalų masė yra masės, gautos 6.2.15 punkte, ir šios galutinės masės skirtumas.

7. Rezultatų apskaičiavimas:

7.1. išekstrahuotų riebalų masė, išreikšta gramais, apskaičiuojama pagal formulę:

$$(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2),$$

Mėginio riebalų kiekis, išreikštas procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100,$$

kur:

M_1 – kolbos M su riebalais masė gramais, atlikus 6.2.15 punkte aprašytą procedūrą;

M_2 – kolbos M masė gramais, atlikus 6.2.1 punkte aprašytą procedūrą, o medžiagoms neištirpus arba abejotinu atveju – 6.2.16.2 punkte aprašytą procedūrą;

B_1 – tuščiojo bandymo kolbos B masė gramais, atlikus 6.2.15 punkte aprašytą procedūrą;

B_2 – kolbos B masė gramais, atlikus 6.2.1 punkte aprašytą procedūrą, o medžiagoms neištirpus arba abejotinu atveju – 6.2.16.2 punkte aprašytą procedūrą;

S – mėginio masė gramais.

7.2. Pakartojamumas. 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 g riebalų 100 g gaminio.

PIENO MILTELIŲ IR GRIETINĖLĖS MILTELIŲ RIEBALŲ KIEKIO NUSTATYMAS RÖSE-GOTTLIEBO METODU

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas riebalų kiekis:

- 1.1. grietinėlės miltelių;
- 1.2. nenugriebto pieno miltelių;
- 1.3. iš dalies nugriebto pieno miltelių;
- 1.4. nugriebto pieno miltelių.

2. Apibrėžimas. **Pieno miltelių ir grietinėlės miltelių riebalų kiekis** – riebalų kiekis, nustatytas apibūdintu metodu.

3. Metodo esmė. Riebalų kiekis Röse-Gottliebo metodu nustatomas ekstrahuojant riebalus dietileteriu ir petroleteriu iš amoniakinio alkoholinio mėginio tirpalo, po to tirpiklius išgarinant ir likutį pasveriant bei apskaičiuojant mėginio masės procentais.

4. Reagentai:

4.1. amoniako tirpalas, apie 25 proc. masės NH_3 (20 °C temperatūroje tankis apytiksliai 0,91 g/ml), arba stipresnis žinomos koncentracijos tirpalas;

4.2. etanolis, (96±2) proc. tūrio, arba etanolis, denatūruotas metanoliu, etilmetilketonas arba petroleteris;

4.3. dietileteris, be peroksidų.

PASTABA. Peroksidams patikrinti į mažą užkemšamą stiklinį cilindrą, iš anksto perskalautą eteriu, įpilama 10 ml eterio ir 1 ml naujai paruošto 10 proc. kalio jodido tirpalo. Supurtoma ir paliekama vienai minutei. Visuose sluoksniuose turėtų nebūti geltonos spalvos.

Dietileterį galima išlaikyti be peroksidų įdedant į jį drėgną cinko foliją, kuri vieną minutę buvo visa panardinta į atskiestą parūgštintą vario sulfato tirpalą ir paskui nuplauta vandeniu. 1 litrui naudojama apie 8000 mm² cinko folijos, sukarpytos tokio ilgio juostelėmis, kad siektų bent iki pusės indo;

4.4. petroleteris, kurio virimo temperatūra tarp 30 °C ir 60 °C;

4.5. sumaišytas tirpiklis paruošiamas prieš pat naudojimą sumaišant lygius dietileterio (4.3 p.) ir petroleterio (4.4 p.) tūrius (ten, kur nurodyta naudoti sumaišytą tirpiklį, jį galima pakeisti arba dietileteriu, arba petroleteriu).

Visi reagentai turėtų atitikti reikalavimus, nurodytus tuščiajame bandyme (6.1 p.). Jeigu reikia, reagentai gali būti perdistiliuoti kartu su 1 g sviesto riebalų 100 ml tirpiklio.

5. Įranga:

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

5.2. tinkami ekstrahavimui mėgintuvėliai arba kolbos su prigludintais stikliniais kamščiais arba kitokiais dangteliais, kurių neveikia naudojami tirpikliai;

5.3. kolbos, plonasienės ir plokščiadugnės, 150 ml ir 250 ml tūrio;

5.4. gerai ventiliuojama, termostatiškai reguliuojama atmosferos slėgio džiovavimo spinta, kurioje nustatoma (102 ± 1) °C temperatūra;

5.5. granulės, neleidžiančios kunkuliuoti, be riebalų, neporėtos, netrapios. Gali būti naudojami stikliniai rutuliukai arba silicio karbido gabaliukai (šių medžiagų naudojimas nėra būtinas) (žr. 6.2.1 punktą);

5.6. vandens vonia, kurios temperatūra nuo 60 °C iki 70 °C;

5.7. sifonas, įstatytas į ekstrahavimo mėgintuvėlius;

5.8. centrifuga (nebūtina).

6. Procedūra:

6.1. tuščiasis bandymas. Nustatant riebalų kiekį mėginyje, tuo pačiu metu atliekamas ir tuščiasis bandymas su 10 ml vandens, naudojant tą patį ekstrahavimo įrangos tipą, tokius pačius tu pačių reagentų kiekius ir taikant tą pačią, žemiau aprašytą metodiką, išskyrus 6.2.2 punktą. Jeigu tuščiojo bandymo rezultatas didesnis kaip 0,5 mg, reagentai turėtų būti patikrinti ir negrynas reagentas arba reagentai turėtų būti išgryninti arba pakeisti;

6.2. analizė:

6.2.1. džiovavimo spintoje (5.4 p.) kolba (5.3 p.) (jeigu reikia, kartu su trupučiu granuliu nuo kunkuliavimo (5.5 p.), kad sušvelnintų virimą garinant tirpiklius) džiovinama nuo pusės valandos iki valandos. Kolbai leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros. Atvėsusi kolba pasverama 0,1 mg tikslumu;

6.2.2. apie 1 g nenugriebto pieno miltelių arba apie 1,5 g iš dalies nugriebto arba nugriebto pieno miltelių 1 mg tikslumu pasverama tiesiai į ekstrahavimo indą (5.2 p.) arba pasvertas mėginys perpilamas į jį pagal svorių skirtumą. Įpilama 10 ml vandens ir švelniai purtoma, kol milteliai visiškai disperguoja (kai kuriuos mėginius būtina kaitinti);

6.2.3. įpilama 1,5 ml 25 proc. amoniako (4.1 p.) arba tiek pat stipresnio tirpalo ir kaitinama 15 minučių (60-70) °C temperatūros vandens vonioje (5.6 p.), retkarčiais purtant. Atvėsinama tekančiu vandeniu;

6.2.4. įpilama 10 ml etanolio (4.2 p.) ir skysčiai atsargiai, gerai sumaišomi neužkimštame inde;

6.2.5. įpilama 25 ml dietileterio (4.3 p.). Atvėsinama tekančiu vandeniu. Indas užkemšamas ir energingai purtomas bei pakartotinai vartomas vieną minutę;

6.2.6. atsargiai ištraukiamas kamštis, įpilama 25 ml petroleterio (4.4 p.), keliais pirmaisiais mililitrais perplaunamas kamštis ir indo kakliuko vidinė dalis, leidžiant nuoplovoms tekėti į indą. Vėl užkemšama ir pakartotinai purtoma ir vartoma 30 sekundžių. Jeigu nebus centrifuguojama (žr.6.2.7 punktą), nereikia purtyti labai energingai;

6.2.7. indui leidžiama pastovėti tol, kol viršutinis skysčio sluoksnis nuskaidrėja ir aiškiai atsiskiria nuo vandens sluoksnio. Atskiriama gali būti centrifuguojant (5.8 p.).

PASTABA. Jeigu naudojama centrifuga, kurią suka ne trifazis motoras, gali pasirodyti kibirkštis, todėl reikia pasirūpinti, kad būtų išvengta sprogimo arba neužsidegtų eterio garai, kylantys, pavyzdžiui, iš sudužusio mėgintuvėlio;

6.2.8. kamštis ištraukiamas, jis ir indo kakliuko vidinė dalis perplaunami keliais mililitrais sumaišyto tirpiklio (4.5 p.) nuoplovoms leidžiant tekėti į indą. Į paruoštą kolbą (6.2.1 p.) atsargiai nupilama kaip galima daugiau paviršinio sluoksnio dekantuojant arba naudojant sifoną (5.7 p.).

PASTABA. Jeigu nupilama nenaudojant sifono, gali reikėti įpilti truputį vandens, kad pakiltų tarpfazinė riba ir palengvėtų dekantavimas;

6.2.9. keliais mililitrais sumaišyto tirpiklio perplaunama indo kakliuko vidinė ir išorinė dalys arba sifono viršutinė ir apatinė dalys. Nuoplovoms nuo įrangos išorinės dalies leidžiama tekėti į kolbą, o nuoplovoms nuo kakliuko vidinės dalies bei sifono – į ekstrahavimo indą;

6.2.10. antroji ekstrakcija atliekama kartojant procedūrą, aprašytą 6.2.5-6.2.9 punktuose, bet naudojant tik 15 ml dietileterio ir 15 ml petroleterio;

6.2.11. trečioji ekstrakcija atliekama kartojant 6.2.10 punkte aprašytą procedūrą, bet praleidžiant paskutinį perplovimą (6.2.9 p.).

PASTABA. Analizuojant nugriebto pieno miltelių mėginius, šią trečiąją ekstrakciją atlikti neprivaloma;

6.2.12. atsargiai nugarinama arba nudistiliuojama kaip galima daugiau tirpiklio (įskaitant etanolį). Jeigu kolba mažo tūrio, po kiekvienos ekstrakcijos, kaip ir anksčiau, reikės pašalinti truputį tirpiklio;

6.2.13. kai nebejaučiama tirpiklio kvapo, kolba padedama džiovinimo spintoje ant šono ir kaitinama vieną valandą;

6.2.14. kolba išimama iš džiovinimo spintos, kaip ir anksčiau (6.2.1 p.), jai leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros ir pasveriami 0,1 mg tikslumu;

6.2.15. kartojamos 6.2.13 ir 6.2.14 punktuose aprašytos procedūros, kaitinant nuo 30 min. iki 60 minučių tol, kol dviejų vienas po kito atliekamų svėrimų rezultatų skirtumas bus ne didesnis

kaip 0,5 mg arba kol masė padidės. Jeigu masė padidėjo, skaičiavimams (7.1 p.) naudojama mažiausia masė. Paskutinė užfiksuota masė žymima M_1 , g;

6.2.16. kad išekstrahuota medžiaga visiškai ištirptų, įpilama nuo 15 ml iki 25 ml petroleterio. Kolba švelniai pašildoma ir sukama, kol ištirpsta visi riebalai:

6.2.16.1. jeigu visa išekstrahuota medžiaga yra ištirpusi petroleteryje, riebalų masė yra lygi 6.2.1 ir 6.2.15 punktuose aprašytose procedūrose nustatytų masių skirtumui;

6.2.16.2. jeigu yra bent truputis neištirpusios medžiagos arba jeigu tuo abejojama, riebalai visiškai išekstrahuojami pakartotinai plaunant šiltu petroleteriu ir prieš kiekvieną dekantavimą leidžiant neištirpusioms medžiagoms nusėsti. Kolbos kakliuko išorinė dalis perplaunama 3 kartus. Ant šono padėta kolba kaitinama džiovavimo spintoje vieną valandą, jai, kaip ir anksčiau (6.2.1 p.), leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros ir pasveriami 0,1 mg tikslumu. Riebalų masė yra masės, gautos 6.2.15 punkte, ir šios galutinės masės skirtumas.

7. Rezultatų apskaičiavimas:

7.1. apskaičiavimo metodas. Išekstrahuotų riebalų masė, išreikšta gramais, apskaičiuojama pagal formulę:

$$(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2),$$

Mėginio riebalų kiekis, išreikštas procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100,$$

kur:

M_1 – kolbos M su riebalais masė gramais, atlikus 6.2.15 punkte aprašytą procedūrą;

M_2 – kolbos M masė gramais, atlikus 6.2.1 punkte aprašytą procedūrą, o medžiagoms neištirpus arba abejotinu atveju – 6.2.16.2 punkte aprašytą procedūrą;

B_1 – tuščiojo mėginio kolbos B masė gramais, atlikus 6.2.15 punkte aprašytą procedūrą;

B_2 – kolbos B masė gramais, atlikus 6.2.1 punkte aprašytą procedūrą, o medžiagoms neištirpus arba abejotinu atveju – 6.2.16.2 punkte aprašytą procedūrą;

S – mėginio masė gramais.

7.2. Pakartojamumas. To paties mėginio dviejų analizių, kurias tuo pat metu arba vieną po kitos tomis pačiomis sąlygomis atlieka tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi neviršyti 0,2 g riebalų 100 g gaminio, išskyrus nugriebto pieno miltelius, kurių analizių skirtumas turi neviršyti 0,1 g riebalų 100 g gaminio.

PIENO RŪGŠTIES IR LAKTATŲ KIEKIO NUSTATYMAS

1. Taikymo sritis. Šiuo metodu nustatomas pieno rūgšties ir laktatų, išreikštų pieno rūgštimi, kiekis:

- 1.1. grietinėlės miltelių;
- 1.2. nenugriebto pieno miltelių;
- 1.3. iš dalies nugriebto pieno miltelių;
- 1.4. nugriebto pieno miltelių.

2. Apibrėžimas. **Pieno rūgšties ir laktatų kiekis pieno milteliuose ir grietinėlės milteliuose** – pieno rūgšties ir pieno rūgštimi išreikštų laktatų kiekis, nustatytas apibūdintu metodu.

3. Metodo esmė:

3.1. riebalai, baltymai ir laktozė vienas po kito pašalinami iš mėginio tirpalo pridedant vario sulfato ir kalcio hidroksido, po to filtruojant;

3.2. pieno rūgštis ir laktatai paverčiami acetaldehidais naudojant koncentruotą sieros rūgštį bei dalyvaujant vario (II) sulfatui;

3.3. pieno rūgšties kiekis nustatomas fotometriniu būdu naudojant p-hidroksidifenilą;

3.4. pieno rūgšties ir laktatų kiekis išreiškiamas pieno rūgšties miligramais 100-e g sausųjų neriebalinių pieno medžiagų.

4. Reagentai:

4.1. vario (II) sulfato tirpalas. 250 g vario (II) sulfato ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ištirpinama vandenyje ir praskiedžiama vandeniu iki 1000 ml.

4.2. kalcio hidroksido suspensija:

4.2.1. 300 g kalcio hidroksido ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) grūstuvėje sutrinama su vandeniu, iš viso sunaudojant 900 ml vandens. Suspensija turi būti pagaminta prieš pat naudojimą;

4.2.2. kalcio hidroksido suspensija. 300 g kalcio hidroksido ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) grūstuvėje sutrinama su vandeniu iš viso sunaudojant 1400 ml vandens. Suspensija turi būti pagaminta prieš pat naudojimą.

4.3. sieros rūgšties ir vario (II) sulfato tirpalas. Sumaišoma 0,5 ml vario (II) sulfato tirpalo (4.1) ir 300 ml (95,9 - 97,0) proc. pagal masę sieros rūgšties (H_2SO_4);

4.4. p-hidroksidifenilo ($C_6H_5C_6H_4OH$) tirpalas. 0,75 g p-hidroksidifenilo, purtant ir truputį šildant, ištirpinama 5 ml natrio hidroksido vandeninio tirpalo, kurio 100 ml yra 5 g NaOH. Matavimo kolboje tirpalas atskiedžiamas vandeniu iki 50 ml. Jis laikomas rudos spalvos stiklo butelyje sausoje ir šaltoje vietoje. Jeigu tirpalo spalva pasikeičia arba tirpalas susidrumsčia, jis nenaudojamas. Maksimali laikymo trukmė – 72 valandos;

4.5. etaloninis pieno rūgšties tirpalas. Prieš pat naudojimą vandenyje ištirpinama 0,1067 g ličio laktato ($CH_3CHOHCOOLi$) ir matavimo kolboje atskiedžiama vandeniu iki 1000 ml. 1 ml šio tirpalo atitinka 0,1 mg pieno rūgšties;

4.6. etaloninis atgamintas pienas. Iš anksto analizuojama keletas geros kokybės pieno miltelių mėginių. Kalibravimo kreivei gauti atrenkamas mėginys, kuriame yra mažiausiai pieno rūgšties, t.y. ne daugiau kaip 30 mg pieno rūgšties 100-e g sausųjų neriebalinių medžiagų. Laikomasi darbo metodikos, aprašytos 6.2.1, 6.2.2 punktuose.

5. Įranga:

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

5.2. fotometras, tinkantis matuoti esant 570 nm bangos ilgiui;

5.3. vandens vonia, kurioje palaikoma (30 ± 2) °C temperatūra;

5.4. grūstuvė ir grūstukas;

5.5. filtravimo popierius (Schleicher ir Schull 595, Whatman I arba ekvivalentiškas);

5.6. mėgintuvėliai, karščiui atsparaus arba ekvivalentiško stiklo (matmenys 25 mm x 150 mm).

PASTABA. Visi stikliniai indai turi būti gerai išplauti ir skirti tik šiai analizei. Prieš plaunant stiklinius indus, kuriuose yra nuosėdų, jie perplaunami koncentruota druskos rūgštimi.

6. Procedūra:

6.1. tuščiasis bandymas. Tuščiasis bandymas atliekamas į 50 ml tūrio matavimo cilindrą įpilant 30 ml vandens ir apdorojant kaip aprašyta 6.2.4 – 6.2.11 punktuose. Jeigu tuščiajame mėginyje, matuojant prieš vandenį, yra daugiau kaip 20 mg pieno rūgšties 100 g sausųjų neriebalinių medžiagų, reikėtų patikrinti reagentus ir negynus išgryninti arba pakeisti. Tuščiasis bandymas atliekamas tuo pačiu metu kaip ir mėginio analizė.

6.2. analizė:

PASTABA. Turi būti vengiama užteršti nešvarumais, ypač seilėmis ir prakaitu;

6.2.1. sausųjų neriebalinių medžiagų kiekis (a) g nustatomas iš 100 atimant riebalų kiekį, gautą 6 priede nurodytu metodu, ir drėgmės kiekį, gautą 3 priede nurodytu metodu;

6.2.2. 0,1 g tikslumu pasveriamas $\frac{1000}{(a-10)}$ g mėginio. Šis mėginio kiekis gerai sumaišomas

su 100 ml vandens;

6.2.3. 5 ml gauto tirpalo pipete įpilama į 50 ml matavimo cilindrą ir vandeniu praskiedžiama maždaug iki 30 ml;

6.2.4. purtant lėtai pripilama 5 ml vario (II) sulfato tirpalo (4.1 p.) ir leidžiama 10 minučių pastovėti;

6.2.5. purtant lėtai pripilama 5 ml kalcio hidroksido suspensijos (4.2.1 p.) arba 10 ml kalcio hidroksido suspensijos (4.2.2 p.);

6.2.6. vandeniu atskiedžiama iki 50 ml, energingai supurtoma, leidžiama pastovėti 10 minučių, po to filtruojama. Pirmieji ištekėję lašai išpilami;

6.2.7. į mėgintuvėlį (5.6 p.) pipete įpilama 1 ml filtrato;

6.2.8. į mėgintuvėlį pipete arba iš biuretės įpilama 6,0 ml sieros rūgšties ir vario (II) sulfato tirpalo (4.3 p.). Sumaišoma;

6.2.9. penkias minutes kaitinama verdančio vandens vonioje. Tekančiu vandeniu atvėsinama iki aplinkos temperatūros;

6.2.10. įlašinami 2 lašai p-hidroksidifenilo reagento (4.4 p.), energingai supurtoma, kad reagentas tolygiai pasklistų visame tirpale. Mėgintuvėlis įdedamas į vandens vonią, kurios temperatūra $(30 \pm 2) ^\circ\text{C}$; laikomas joje 15 minučių, retkarčiais supurtant;

6.2.11. mėgintuvėlis įdedamas į verdančio vandens vonią 90-čiai sekundžių, po to tekančiu vandeniu atvėsinamas iki aplinkos temperatūros;

6.2.12. per tris valandas išmatuojamas optinis tankis prieš tuščiąjį mėginį (6.1 p.) esant nurodytam bangos ilgiui (5.2 p.);

6.2.13. jeigu optinis tankis didesnis, nei rodo etalonišės kreivės aukščiausias taškas, bandymas kartojamas atitinkamai praskiedžiant filtratą (6.2.6 p.).

6.3. etaloninio tirpalo paruošimas:

6.3.1. į penkis 50 ml tūrio matavimo cilindrus pipete įpilama po 5 ml atgaminto pieno (4.6 p.). Atskirai į kiekvieną šių cilindrų pipete įpilama 0, 1, 2, 3 ir 4 ml etaloninio tirpalo (4.5 p.), kad būtų gauta etaloninių tirpalų eilė, atitinkanti 0, 20, 40, 60 ir 80 mg pieno rūgšties 100 g pieno miltelių sausųjų neriebalinių medžiagų;

6.3.2. vandeniu atskiedžiama iki 30 ml ir apdorojama, kaip aprašyta 6.2.4 – 6.2.11 punktuose;

6.3.3. etaloninių tirpalų (6.3.1 p.) optiniai tankiai išmatuojami prieš tuščiąjį mėginį (6.1 p.), esant 5.2 punkte nurodytam bangos ilgiui. Diagramoje pažymimas optinis tankis, priklausomai nuo pieno rūgšties kiekio, pateikto 6.3.1 punkte, t.y. 0, 20, 40, 60 ir 80 mg 100-e g sausųjų neriebalinių medžiagų. Per taškus išvedama tiesi linija ir etalonišė kreivė nubrėžiama vedant šią liniją lygiagrečiai jai pačiai taip, kad ji eitų per koordinacių ašių pradžią.

7. Rezultatų apskaičiavimas:

7.1. apskaičiavimo metodas. Pagal 6.2.12 arba 6.2.13 punktus išmatuotas optinis tankis pakeičiamas pieno rūgšties kiekiu miligramais 100 g mėginio sausųjų neriebalinių medžiagų remiantis etalonine kreive. Šis rezultatas padauginamas iš praskiedimo koeficiento, jeigu filtratas buvo skiedžiamas kaip nurodyta 6.2.13 punkte;

7.2. pakartojamumas. To paties mėginio dviejų analizių, kurias tuo pat metu arba vieną po kitos tomis pačiomis sąlygomis atlieka tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi neviršyti 8 mg pieno rūgšties 100 g sausųjų neriebalinių medžiagų, jeigu pieno rūgšties kiekis yra mažesnis kaip 80 mg. Jei šis kiekis didesnis, skirtumas neturi viršyti 10 proc. mažiausios vertės.

FOSFATAZĖS AKTYVUMO NUSTATYMAS

1. Taikymo sritis. Šiuo Aschaffenburgo ir Müllen metodu nustatomas fosfatazės aktyvumas:

- 1.1. grietinėlės miltelių;
- 1.2. nenugriebto pieno miltelių;
- 1.3. iš dalies nugriebto pieno miltelių;
- 1.4. nugriebto pieno miltelių.

2. Apibrėžimas. **Pieno miltelių ir grietinėlės miltelių fosfatazės aktyvumas** yra gaminiuose esančios aktyvios šarminės fosfatazės kiekio matas. Jis išreiškiamas p-nitrofenolio kiekiu mikrogramais, kurį aprašytomis sąlygomis išskyrė 1 ml atgaminto pieno ar grietinėlės.

3. Metodo esmė. Atgaminto pieno ar grietinėlės mėginys praskiedžiamas buferiniu substratu, kurio pH 10,2, ir dvi valandas laikomas 37 °C temperatūroje. Bet kokia mėginyje esanti šarminė fosfatazė šiomis aplinkybėmis iš pridėto dinatrio p-nitrofenilfosfato išskirs p-nitrofenolį. Išsiskyęs p-nitrofenolis nustatomas tiesiogiai lyginant su etaloniniais spalvotais stiklais paprastame spalvometryje naudojant atspindėtą šviesą.

4. Reagentai:

4.1. natrio karbonato ir bikarbonato buferinis tirpalas. 3,5 g bevandenio natrio karbonato ir 1,5 g natrio bikarbonato ištirpinama vandenyje ir matavimo kolboje atskiedžiama vandeniu iki 1000 ml;

4.2. buferinis substratas. 1,5 g dinatrio p-nitrofenilfosfato ištirpinama natrio karbonato ir bikarbonato buferiniame tirpale (4.1 p.) ir matavimo kolboje atskiedžiama juo iki 1000 ml. Šis tirpalas nekinta vieną mėnesį, jeigu laikomas šaldytuve (≤ 4 °C), bet reikia atlikti tokių tirpalų spalvos kontrolės bandymą (atsargumo priemonės, 6.4 punktas);

4.3. nuskaidrinimo tirpalas:

4.3.1. cinko sulfato tirpalas. 30,0 g cinko sulfato ($ZnSO_4$) ištirpinama vandenyje ir matavimo kolboje atskiedžiama vandeniu iki 100 ml;

4.3.2. kalio heksacianoferato (II) tirpalas. 17,2 g kalio heksacianoferato (II) su trimis molekulėmis vandens ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3 H_2O$) ištirpinama vandenyje ir matavimo kolboje atskiedžiama vandeniu iki 100 ml.

5. Įranga:

- 5.1. analizinės svarstyklės, sveriančios 0,1 mg tikslumu;
- 5.2. termostatiškai kontroliuojama vandens vonia, kurioje nustatoma $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ temperatūra;
- 5.3. spalvomatis su specialiu disku, kuriame yra etaloniniai spalvoti stiklai, kalibruoti p-nitrofenolio mikrogramais pieno mililitre ir 2 mm x 25 mm kiuvetės;
- 7.4. filtro popierius (Schleicher ir Schull 597, Whatman 42 arba ekvivalentiškas).

6. Atsargumo priemonės:

6.1. panaudoti mėgintuvėliai turi būti išplauti karštu vandeniu su šarminiu plovikliu, po to kruopščiai perplaunami karštu vandentiekio vandeniu. Pabaigoje jie turi būti perskalauti vandeniu ir prieš naudojant išdžiovinti;

6.2. pipetės turi būti kruopščiai perplaunamos švariu šaltu vandentiekio vandeniu tuoj pat po naudojimo, po to perskalaujamos vandeniu ir prieš naudojant išdžiovinamos;

6.3. naudoti mėgintuvėlių kamščiai tuoj pat kruopščiai perplaunami karštu vandentiekio vandeniu, po to dvi minutes virinami vandenyje;

6.4. buferinis substratas (4.2 p.), laikomas šaldytuve 4°C arba žemesnėje temperatūroje, turėtų likti stabilus mažiausiai vieną mėnesį. Geltonos spalvos atsiradimas reiškia bet kokią nestabilumą. Mėginio matavimas visada atliekamas lyginant su virinto mėginio tirpalu (kontrolinis mėginys), kuriam naudojamas tas pats buferinis substratas. Rekomenduojama tirpalo nenaudoti, jeigu jo spalvos matas viršija $10\ \mu\text{g}$ matuojant spalvometryje, 25 mm kiuvetėje, o kitoje 25 mm kiuvetėje naudojant distiliuotą vandenį;

6.5. kiekvienam mėginiui naudojama kita pipetė, vengiant užteršimo seilėmis;

6.6. bandymas neturi būti atliekamas tiesioginėje saulės šviesoje.

7. Procedūra:

7.1. mėginio paruošimas. 10 g pieno arba grietinėlės miltelių ištirpinama 90 ml vandens. Miltelių tirpinimo temperatūra turi neviršyti 35°C .

7.2. nustatymas:

7.2.1. į švarų, sausą mėgintuvėlį pipete įpilama 15 ml buferinio substrato (4.2 p.), po to 2 ml atgaminto mėginio (9.1 p.), kurį reikia tirti. Mėgintuvėlis užkemšamas, vartant sumaišomas ir įdedamas į 37°C temperatūros vandens vonią (5.2 p.);

7.2.2. tuo pat metu į vandens vonią įdedamas kontrolinis mėgintuvėlis, kuriame yra 15 ml buferinio substrato ir 2 ml virinto atgaminto mėginio, to paties, kuris tiriamas;

7.2.3. po dviejų valandų abu mėgintuvėliai išimami iš vandens vonios, pripilama 0,5 ml cinko sulfato (4.3.1 p.), užkemšami kitais kamšteliais, energingai purtomi ir jiems leidžiama pastovėti tris minutes. Įpilama 0,5 ml kalio heksacianoferato (II) (4.3.2 p.), kruopščiai sumaišoma, filtruojama per klostelėmis sulankstytą filtravimo popierių (5.4 p.) ir skaidrus filtratas surenkamas į švarų mėgintuvėlį;

7.2.4. filtratas perpilamas į 25 mm kiuvetę ir, naudojant specialų diską (5.3 p.), spalvometryje palyginamas su virinto mėginio tirpalo filtratu (kontrolinis mėginys).

8. Rezultatų apskaičiavimas:

8.1. apskaičiavimas. 7.2.4 punkte gautas tiesioginis atskaitymas užrašomas kaip p-nitrofenolio kiekis, μg , esantis 1 ml mėginio arba 1 ml atgaminto mėginio;

8.2. pakartojamumas. To paties mėginio dviejų analizių, atliktų tuo pat metu arba viena po kitos tomis pačiomis sąlygomis to paties analitiko, rezultatų skirtumas turi neviršyti 2 μg p-nitrofenolio, kuri išskyrė 1 ml atgaminto pieno arba grietinėlės.

PASTABA.

1979 m. lapkričio 13 d. Pirmojoje Komisijos direktyvoje 79/1067/EEB, nustatančioje tam tikro žmonėms vartoti skirto iš dalies arba visiškai dehidratuoto pieno Bendrijos analizės metodus, (OL 2004 m. *specialusis leidimas*, 3 skyrius, 4 tomas, p. 112) numatytas fosfatazės aktyvumo nustatymo modifikuotas Sanders ir Sagu metodas visiškai atitinka metodą, numatytą LST ISO 3356:1998 „Pienas ir sausasis pienas, pasukos ir sausosios pasukos, išrūgos ir sausosios išrūgos. Fosfatazės aktyvumo nustatymas (pamatinis metodas)“.
