385L0503

Nr L 308/12 *EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS OFFICIELLA TIDNING* 20.11.85

KOMMISSIONENS FÖRSTA DIREKTIV

av den 25 oktober 1985

om metoder för analys av ätliga kaseiner och kaseinater

(85/503/EEG)

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR ANTAGIT DETTA DIREKTIV

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska ekonomiska gemenskapen,

med beaktande av rådets direktiv 83/417/EEG av den 25 juli 1983 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om vissa mjölkproteiner (kaseiner och kaseinater) avsedda som livsmedel(1), särskilt artikel 9 b i detta, och

med beaktande av följande:

Enligt artikel 9 b i direktiv 83/417/EEG skall analysmetoder för gemenskapen bestämmas för kontroll av sammansättningen av vissa ätliga kaseiner och kaseinater.

Ett antal metoder har utvecklats och kan nu antas.

De åtgärder som föreskrivs i detta direktiv har tillstyrkts av Ständiga livsmedelskommittén.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Medlemsstaterna skall vidta alla nödvändiga åtgärder för att säkerställa att analyser som behövs för kontroll av de kriterier som har fastställts i bilaga 1 utförs med de metoder som beskrivs i bilaga 2.

Artikel 2

Medlemsstaterna skall senast den 1 maj 1987 sätta i kraft de lagar och andra författningar som behövs för att detta direktiv skall kunna följas. De skall genast underrätta kommissionen om detta.

Artikel 3

Detta direktiv riktar sig till medlemsstaterna.

Utfärdat i Bryssel den 25 oktober 1985.

På kommissionens vägnar

COCKFIELD

Vice ordförande

(1) EGT nr L 237, 26.8.1983, s. 25.

BILAGA 1

RÄCKVIDD AV GEMENSKAPENS FÖRSTA DIREKTIV OM ANALYSMETODER FÖR ÄTLIGA KASEINER OCH KASEINATER

I. **Allmänna bestämmelser**

II. **Bestämning av vattenhalten i**

— syrakaseiner med metod 1, bilaga 2

— löpekaseiner med metod 1, bilaga 2

— kaseinater med metod 1, bilaga 2

III. **Bestämning av proteinhalten i**

— syrakaseiner med metod 2, bilaga 2

— löpekaseiner med metod 2, bilaga 2

— kaseinater med metod 2, bilaga 2

IV. **Bestämning av den titrerbara surheten i**

— syrakaseiner med metod 3, bilaga 2

V. **Bestämning av askhalten (även P_2O_5) i**

— syrakaseiner med metod 4, bilaga 2

— löpekaseiner med metod 5, bilaga 2

VI. **Bestämning av pH-värdet i**

— kaseinater med metod 6, bilaga 2

BILAGA 2

METODER FÖR ANALYS AV SAMMANSÄTTNINGEN HOS ÄTLIGA KASEINER OCH KASEINATER

ALLMÄNNA BESTÄMMELSER

1. BEREDNING AV PROV FÖR ANALYS

1.1 **Allmänt**

Det prov som lämnas till laboratoriet för analys skall väga minst 200 gram.

1.2 **Beredning av prov för analys i laboratoriet**

1.2.1 Blanda noga och finfördela klumpar och liknande i laboratorieprovet genom att flera gånger skaka och vända på behållaren. För att detta arbetsmoment skall kunna genomföras, kan det bli nödvändigt att flytta över hela laboratorieprovet till en lufttät och tillräckligt stor behållare (som rymmer dubbla provmängden).

1.2.2 För över ca 50 gram av det noggrant blandade laboratorieprovet (1.2.1) till provsikten (3.3).

1.2.3 Om provet på 50 g helt eller nästan helt (minst 95 viktprocent) passerar genom sikten (3.3) kan provet som beretts enligt punkt 1.2.1 användas för bestämningen.

1.2.4 I annat fall skall provet på 50 g malas med en kvarn (3.4), tills det uppfyller kriterierna för siktning (1.2.3). Överför omedelbart hela det siktade provet till en lufttät och tillräckligt stor behållare (som rymmer dubbla provmängden) och blanda omsorgsfullt genom att flera gånger skaka och vända på behållaren. Under denna punkt måste åtgärder vidtas för att undvika att varans vattenhalt ändras.

1.2.5 När provet är färdigberett bör bestämningen utföras så snart som möjligt.

1.3 **Behållare**

Provet skall alltid förvaras i en luft- och vattentät behållare.

2. REAGENS

2.1 **Vatten**

2.1.1 Överallt där det anges att vatten skall användas för lösning, spädning eller tvättning, avses destillerat vatten eller avjoniserat vatten av minst motsvarande renhet.

2.1.2 Överallt där *lösning* eller *spädning* nämns utan närmare uppgifter, avses *lösning i vatten* eller *spädning med vatten.*

2.2 **Kemikalier**

Alla kemikalier som används skall, om inte annat anges, vara av vedertagen kvalitet för analytiska reagens.

3. UTRUSTNING

3.1 **Utrustningslista**

Utrustningslistan upptar endast sådan utrustning som har en speciell uppgift eller särskild specifikation.

3.2 **Analysvåg**

Med analysvåg avses en våg med en noggrannhet av minst 0,1 mg.

3.3 **Provsikt**

De provsiktar som skall användas måste ha lock, vara 200 mm i diameter och vara gjorda av metallnät med en nominell maskstorlek av 500 µm. Maskstorleken och trådens diameter får variera inom de gränser som gäller enligt ISO 3310/1. (Provsiktar – Tekniska krav och provning – Del 1: Metallnät. ISO 3310/1 – 1975). Siktarna skall vara försedda med uppsamlingskärl.

3.4 **Kvarn**

Om laboratorieprovet behöver malas (se 1.2.4) skall detta ske utan onödig värmeutveckling och utan att vatten avdunstar eller absorberas. Hammarkvarn får inte användas.

4. REDOVISNING AV RESULTAT

4.1 **Resultat**

Resultatet i analysrapporten skall beräknas som medelvärdet av två bestämningar som uppfyller kriterierna för repeterbarhet hos metoden.

4.2 **Beräkning av procenthalt**

Om inte annat anges skall resultatet beräknas i procent av provets vikt.

5. ANALYSRAPPORT

Analysrapporten skall ange vilken analysmetod som använts och redovisa de erhållna resultaten. Den skall dessutom redovisa alla detaljer i förfarandet som inte anges i beskrivningen av analysmetoden eller där det finns valmöjligheter, liksom de omständigheter som kan ha påverkat resultaten. Analysrapporten skall innehålla all den information som behövs för fullständig identifikation av provet.

METOD 1

BESTÄMNING AV VATTENHALT

1. ANVÄNDNINGSOMRÅDE

Med denna metod bestäms vattenhalten i

— syrakaseiner,

— löpekaseiner,

— kaseinater.

2. DEFINITION

Vattenhalten i kaseiner och kaseinater: viktförlusten fastställd med den angivna metoden.

3. PRINCIP

Provets återstående vikt bestäms sedan det torkats i ugn under atmosfäriskt tryck vid 102 °C ± 1 °C tills vikten blir konstant. Viktförlusten beräknas i procent av provets vikt.

4. UTRUSTNING

4.1 **Analysvåg**

4.2 **Skålar,** med flat botten och av material som inte korroderar vid testet, t.ex. nickel, aluminium, rostfritt stål eller glas. Skålarna måste ha tättslutande lock som lätt kan tas av. Lämpliga mått är 60–80 mm diameter och ca 25 mm djup.

4.3 **Torkugn med atmosfäriskt tryck,** välventilerad och termostatreglerad (för drift vid 102 °C ± 1 °C). Temperaturen bör vara densamma i hela ugnen.

4.4 **Exsickator** som innehåller nyaktiverad kiselgel med indikator för vattenhalt eller motsvarande torkmedel.

4.5 **Lämplig anordning för hantering av skålar,** t.ex. laboratorietänger.

5. UTFÖRANDE

5.1 **Provberedning**

Enligt Allmänna bestämmelser, punkt 1.2.

5.2 **Behandling av skålen**

5.2.1 Värm den öppna skålen och dess lock (4.2) minst en timme i ugnen (4.3) som skall vara inställd på 102 °C ± 1 °C.

5.2.2 Placera locket på skålen, flytta den förslutna skålen till exsickatorn (4.4), låt den svalna till vågrummets temperatur och väg därefter med en noggrannhet av 0,1 mg (m_0).

5.3 **Provmängd**

Placera 3–5 gram av provet (5.1) i skålen, sätt på locket och väg med en noggrannhet av 0,1 mg (m_1).

5.4 **Bestämning**

5.4.1 Ta av locket och låt skålen och locket stå i fyra timmar i ugnen (4.3) som skall vara inställd på 102 °C ± 1 °C.

5.4.2 Sätt tillbaka locket på skålen och flytta över den till exsickatorn, låt den svalna till vågrummets temperatur och väg därefter med en noggrannhet av 0,1 mg.

5.4.3 Ta av locket och värm skålen på nytt tillsammans med locket i en timme i ugnen. Upprepa därefter punkt 5.4.2.

5.4.4 Om vikten enligt punkt 5.4.3 är mer än 1 mg lägre än den som uppmättes i punkt 5.4.2, skall punkt 5.4.3 göras om.

Om vikten har ökat skall det lägsta uppmätta värdet användas vid beräkningen (6.1).

Den sist noterade vikten är m_2 g. Den sammanlagda torktiden bör normalt inte överskrida sex timmar.

6. REDOVISNING AV RESULTATEN

6.1 **Beräkningsmetod**

Viktförlusten när provet torkas, uttryckt i viktprocent, beräknas med följande formel:

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

där:

m_0 = vikten i g av skål och lock efter punkt 5.2,

m_1 = vikten i g av skål, lock och prov före torkning (punkt 5.3),

m_2 = vikten i g av skål, lock och prov efter torkning (punkt 5.4.3 eller 5.4.4).

Beräkna förlusten vid torkningen med en noggrannhet av 0,01 %.

6.2 **Repeterbarhet**

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 0,1 g vatten per 100 gram prov.

Denna repeterbarhet bör uppnås i 95 % av de utförda bestämningarna.

METOD 2

BESTÄMNING AV PROTEINHALT

1. ANVÄNDNINGSOMRÅDE

Med denna metod bestäms proteinhalten i

— syrakaseiner,

— löpekaseiner,

— kaseinater,

med undantag för sådana som innehåller ammoniumkaseinat eller andra proteinfria ammonium- eller kvävehaltiga föreningar.

2. DEFINITION

Proteinhalt: kvävehalten enligt bestämning med den angivna metoden, därefter multiplicerad med 6,38 och uttryckt som viktprocent.

3. PRINCIP

För att omvandla organiskt kväve till ammoniakkväve kokas ett prov med en blandning av kaliumsulfat och svavelsyra tillsammans med koppar(II)sulfat som katalysator. Ammoniaken destilleras och absorberas i borsyralösning och titreras sedan med standardsaltsyralösning. Kvävehalten omräknas till proteinhalt genom att multipliceras med 6,38.

4. REAGENS

4.1 **Svavelsyra, koncentrerad,** S_2O 1,84 g/ml.

4.2 **Kaliumsulfat, vattenfritt** (K_2SO_4).

4.3 **Koppar(II)sulfatpentahydrat,** ($CuSO_45H_2O$).

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

4.5 **Borsyralösning,** 40 g/l.

4.6 **Natriumhydroxid,** koncentrerad vattenlösning 30 % (m/m), karbonatfri.

4.7 **Saltsyra,** 0,1 mol/l.

4.8 **Indikatorblandning.** Blanda lika delar av en lösning av metylrött, 2 g/l, i minst 95 % etanol (v/v) och en lösning av metylenblått, 1 g/l, i minst 95 % etanol (v/v).

5. UTRUSTNING

5.1 **Analysvåg.**

5.2 **Kjeldahlkolv,** 500 ml.

5.3 **Kjeldahlutrustning** som kan hålla kjeldahlkolven (5.2) i lutande läge och som har en uppvärmningsanordning som inte värmer den del av kolven som är ovanför vätskeytan.

5.4 **Kylare** med rakt innerrör.

5.5 **Utlopp med utbuktning,** ansluten till kylarens (5.4) nedre del, med skarv av slipat glas eller gummislang. Om gummislang används måste avståndet mellan glasändarna vara så kort som möjligt.

5.6 **Droppfångare,** ansluten till kjeldahlkolven (5.2) och till kylaren (5.4) genom mjuka, tättslutande proppar av gummi eller annat lämpligt material.

5.7 **Konisk kolv,** 500 ml.

5.8 **Graderade cylindrar,** 50 och 100 ml.

5.9 **Byrett,** 50 ml, gradering 0,1 ml.

5.10 **Hjälpmedel för kokning:**

5.10.1 För kokning: kokstenar bestående av små bitar av hårt porslin eller glas.

5.10.2 För destillering: nykalcinerade pimpstensbitar.

6. UTFÖRANDE

6.1 **Provberedning**

Enligt beskrivningen i Allmänna bestämmelser, punkt 1.2.

6.2 **Kontroll av förekomst av ammoniakkväve**

Om man misstänker att det finns ammoniumkaseinat eller andra ammoniumföreningar skall följande prov utföras: Till 1 gram prov tillsätts i en liten konisk kolv 10 ml vatten och 100 mg magnesiumoxid. Skölj ner det magnesiumoxid som fastnat på kolvens insida och förslut kolven med en kork, samtidigt som en bit fuktat rött lackmuspapper placeras mellan korken och kolvens hals. Blanda omsorgsfullt kolvens innehåll och värm kolven i vattenbad på 60–65 °C. Om lackmuspapperet blir blått inom 15 minuter finns det ammoniak i provet, och metoden kan inte tillämpas (se avsnitt 1).

6.3 **Blankprov**

Utför samtidigt med bestämningen av kvävehalten i provet ett blankprov med 0,5 g sackaros (4.4) i stället för provet. Använd samma utrustning, samma kvantitet av alla reagenser och samma förfarande som beskrivs i 6.5. Om resultatet av titreringen i blankprovet överskrider 0,5 ml av 0,1 mol/l syra, skall reagenserna kontrolleras och den förorenade reagensen eller reagenserna renas eller ersättas.

6.4 **Provmängd**

Häll 0,3–0,4 gram av provet (6.1), uppvägt med en noggrannhet av 0,1 mg, i en kjeldahlkolv (5.2).

6.5 **Bestämning**

6.5.1 Lägg några kokstenar av porslin eller glas (5.10.1) i kolven tillsammans med ca 10 gram vattenfritt kaliumsulfat (4.2).

Tillsätt 0,2 g koppar(II)sulfat (4.3) och skölj kolvhalsen med lite vatten. Tillsätt 20 ml koncentrerad svavelsyra (4.1). Blanda innehållet i kolven.

Värm försiktigt med kjeldahlutrustningen (5.3) tills all skumbildning har upphört, koka sakta tills lösningen är klar och bibehåller en svagt grönblå färg. Snurra på flaskan då och då under uppvärmningen.

Fortsätt koka och reglera värmen så att ångorna kondenseras mitt i kolvhalsen. Fortsätt uppvärmningen i 90 minuter och undvik lokal överhettning.

Låt svalna till rumstemperatur. Tillsätt försiktigt ca 200 ml vatten och ett par pimpstensbitar (5.10.2). Blanda och låt svalna igen.

6.5.2 Häll 50 ml borsyralösning (4.5) och fyra droppar av indikatorn (4.8) i den koniska kolven (5.7). Blanda. Placera den koniska kolven under kylaren (5.4) så att utloppets mynning (5.5) sänks ner i borsyralösningen. Häll 80 ml natriumhydroxidlösning (4.6) i kjeldahlkolven med hjälp av en graderad cylinder (5.8). Under denna punkt lutas kolven så att natriumhydroxidlösningen rinner ned längs kolvens ena sida och bildar en bottensats.

Anslut omedelbart kjeldahlkolven till kylaren med hjälp av droppfångaren (5.6).

Snurra försiktigt på kjeldahlkolven så att innehållet blandas. Koka sakta till att börja med och undvik skumbildning. Fortsätt destillera så att det efter ca 30 minuter har bildats 150 ml destillat. Destillatets temperatur bör vara under 25 °C. När ca två minuter återstår av destilleringen sänks den koniska kolven så att utloppet inte längre är nedsänkt i syralösningen, och mynningen sköljs med lite vatten. Avbryt uppvärmningen, avlägsna utloppet och skölj väggarna in- och utvändigt med lite vatten som samlas upp i den koniska kolven.

6.5.3 Titrera destillatet i den koniska kolven med volymetrisk standardsaltsyralösning (4.7).

7. REDOVISNING AV RESULTAT

7.1 **Formel och beräkningsmetod**

Provets proteinhalt uttryckt i viktprocent beräknas med följande formel:

$$\frac{(V_1 - V_2) \times T \times 14 \times 100 \times 6{,}38}{m \times 1\,000} = \frac{8{,}932\,(V_1 - V_2) \times T}{m}$$

där:

V_1 är volymen i milliliter av den volymetriska standardsaltsyralösning (4.7) som använts vid bestämningen (6.5),

V_2 är volymen i milliliter av den volymetriska standardsaltsyralösningen (4.7) som använts vid blankbestämningen (6.3),

T är den volymetriska saltsyralösningens (4.7) styrka i mol/l,

m är provets vikt i gram.

Beräkna proteinhalten med en noggrannhet av 0,1 %.

7.2 **Repeterbarhet**

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförs samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 0,5 gram protein per 100 gram prov.

Denna repeterbarhet bör uppnås i 95 % av de korrekt utförda bestämningarna.

METOD 3

BESTÄMNING AV DEN TITRERBARA SURHETEN

1. ANVÄNDNINGSOMRÅDE

Med denna metod bestäms den titrerbara surheten hos

— syrakaseiner.

2. DEFINITION

Den titrerbara surheten hos syrakaseiner: den mängd i milliliter av en 0,1 mol/l standardnatriumhydroxidlösning som behövs för att neutralisera ett vattenextrakt på 1 gram av provet.

3. PRINCIP

Ett vattenextrakt av provet med en temperatur av 60 °C tas fram och filtreras. Filtratet titreras mot standardnatriumhydroxid med fenolftalein som indikator.

4. REAGENS

Det vatten som används vid bestämningen eller vid framställning av reagens skall befrias från koldioxid genom att kokas i 10 minuter före användningen.

4.1 **Natriumhydroxidlösning:** 0,1 mol/l.

4.2 **Indikatorlösning med fenolftalein:** 10 g/l i etanol (95 % v/v) neutral mot indikatorn.

5. UTRUSTNING

5.1 **Analysvåg.**

5.2 **Konisk kolv,** 500 ml, med slipad hals och glaspropp.

5.3 **Vollpipett,** 100 ml.

5.4 **Pipett,** lämplig för mätning av 0,5 ml indikatorlösning (4.2).

5.5 **Konisk kolv,** 250 ml.

5.6 **Mätcylinder,** 250 ml.

5.7 **Byrett,** gradering 0,1 ml.

5.8 **Vattenbad,** som kan hålla temperaturen vid 60 °C ± 2 °C.

5.9 **Lämpligt filter.**

6. UTFÖRANDE

6.1 **Provberedning**

Enligt beskrivning i Allmänna bestämmelser, punkt 1.2.

6.2 **Provmängd**

Väg upp ca 10 gram av provet (6.1) med en noggrannhet av 10 mg och häll det i den koniska kolven (5.2).

6.3 **Bestämning**

Tillsätt med en 250 ml mätcylinder (5.6) 200 ml nykokt och avsvalnat vatten som dessförinnan värmts upp till 60 °C. Förslut kolven, blanda innehållet i kolven genom att snurra på den och placera den i ett 60 °C vattenbad (5.8) i 30 minuter. Skaka kolven med ca 10 minuters mellanrum.

Filtrera och låt filtratet svalna till ca 20 °C. Filtratet måste vara klart.

Överför med pipett (5.3) 100 ml av det avsvalnade filtratet till den koniska kolven (5.5). Tillsätt med pipett (5.4) 0,5 ml indikatorlösning av fenolftalein (4.2). Titrera med volymetrisk standardnatriumhydroxidlösning (4.1) tills en svagt rosa färg framträder och bibehålls under minst 30 sekunder. Mät och notera den använda mängden med en noggrannhet av 0,01 ml.

7. REDOVISNING AV RESULTAT

7.1 **Formel och beräkningsmetod**

Den titrerbara surheten i syrakasein beräknas med följande formel:

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

där:

V är volymen i milliliter av den använda volymetriska standardnatriumhydroxidlösningen (4.1),

T är styrkan hos den använda volymetriska standardnatriumhydroxidlösningen (4.1) i mol/l,

m är provets vikt i gram.

Beräkna den titrerbara surheten med två decimaler.

7.2 **Repeterbarhet**

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 0,02 ml 0,1 mol/l natriumhydroxid per gram prov.

Denna repeterbarhet bör uppnås i 95 % av de korrekt utförda bestämningarna.

METOD 4

BESTÄMNING AV ASKHALT (inklusive P_2O_5)

1. ANVÄNDNINGSOMRÅDE

Med metoden bestäms mängden aska (inklusive P_2O_5) i

— syrakaseiner.

2. DEFINITION

Mängden aska (inklusive P_2O_5): den mängd aska som bestämts med den angivna metoden.

3. PRINCIP

En del av provet förbränns till aska vid 825 °C ± 25 °C och för att binda all organisk fosfor skall detta ske i närvaro av magnesiumacetat. Den slutliga mängden aska beräknas genom att restmängden vägs och vikten på askan som kommer från magnesiumacetatet dras ifrån.

4. REAGENS

4.1 **Magnesiumacetattetrahydratlösning,** 120 g/l. Lös 120 gram magnesiumacetattetrahydrat $[Mg(CH_3CO_2)_2 4H_2O]$ i vatten och späd med vatten till 1 l.

5. UTRUSTNING

5.1 **Analysvåg**

5.2 **Vollpipett,** 5 ml.

5.3 **Skålar av kisel eller platina,** ca 70 mm i diameter och 25–50 mm djupa.

5.4 **Torkugn,** inställbar på 102 °C ± 1 °C.

5.5 **Elektrisk muffelugn,** inställbar på 825 °C ± 25 °C.

5.6 **Kokande vattenbad**

5.7 **Exsickator** med nyaktiverad kiselgel med indikator för vattenhalt eller motsvarande torkmedel.

6. UTFÖRANDE

6.1 **Provberedning**

Enligt Allmänna bestämmelser, punkt 1.2.

6.2 **Behandling av skålarna**

Värm upp två skålar (A, B) (5.3) i 30 minuter i den elektriska muffelugnen (5.5) som skall vara inställd på 825 °C ± 25 °C. Låt skålarna svalna något och placera dem sedan i exsickatorn (5.7) tills de har svalnat till vågrummets temperatur och väg dem sedan med en noggrannhet av 0,1 mg.

6.3 **Provmängd**

Väg med en noggrannhet av 0,1 mg upp ca 3 gram av provet (6.1) direkt i en av de iordningställda skålarna (A).

6.4 **Bestämning**

Tillsätt med pipetten (5.2) exakt 5 ml magnesiumacetatlösning (4.1) till skål (A) så att hela provet blir fuktigt och låt stå i 20 minuter.

Tillsätt med pipetten (5.2) exakt 5 ml magnesiumacetatlösning (4.1) till den andra iordningställda skålen (B).

Indunsta innehållet i båda skålarna (A och B) på kokande vattenbad till torrhet (5.6).

Placera båda skålarna i torkugnen (5.4), som skall vara inställd på 102 °C ± 1 °C, i 30 minuter.

Värm upp skål A med innehåll på svag låga, värmeplatta eller under en infrarödlampa, tills provet är helt förkolnat och se noga till att det inte börjar brinna.

Flytta båda skålarna (A och B) till den elektriska muffelugnen (5.5), som skall vara inställd på 825 °C ± 25 °C, och värm i minst en timme tills allt kol i skål A har försvunnit. Låt båda skålarna svalna något, ställ dem därefter i exsickatorn (5.7) och låt dem svalna till vågrummets temperatur och väg dem sedan med en noggrannhet av 0,1 mg.

Värm på nytt upp skålarna i muffelugnen (5.5) i omkring 30 minuter, kyl ned och väg provet tills vikten förändras mindre än 1 mg eller börjar öka. Notera den lägsta vikten.

7. REDOVISNING AV RESULTAT

7.1 **Beräkningsmetod**

Provets askmängd i viktprocent, inklusive P_2O_5, beräknas med följande formel:

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

där:

m_0 är provets vikt i gram,

m_1 är vikten i gram av skål A med återstående innehåll,

m_2 är vikten i gram av den iordningställda skålen A,

m_3 är vikten i gram av skål B med återstående innehåll,

m_4 är vikten i gram av den iordningställda skålen B.

Beräkna det slutliga resultatet med en noggrannhet av 0,01 %.

7.2 **Repeterbarhet**

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 0,1 gram per 100 gram prov.

Denna repeterbarhet bör uppnås i 95 % av de korrekt utförda bestämningarna.

METOD 5

BESTÄMNING AV ASKHALT (inklusive P_2O_5)

1. ANVÄNDNINGSOMRÅDE

Med metoden bestäms mängden aska (inklusive P_2O_5) i

— löpekasein.

2. DEFINITION

Mängden aska (inklusive P_2O_5): den mängd aska som bestämts med den angivna metoden.

3. PRINCIP

En viss mängd prov förbränns till konstant vikt vid 825 °C ± 25 °C. Restmängden bestäms genom vägning och beräknas som viktprocent av provet.

4. UTRUSTNING

4.1 **Analysvåg**

4.2 **Skål av kisel eller platina,** ca 70 mm i diameter och 25–50 mm djup.

4.3 **Elektrisk muffelugn,** inställbar på 825 °C ± 25 °C.

4.4 **Exsickator** med nyaktiverad kiselgel med indikator för vattenhalt eller motsvarande torkmedel.

5. UTFÖRANDE

5.1 **Provberedning**

Enligt beskrivning i Allmänna bestämmelser, punkt 1.2.

5.2 **Behandling av skålen**

Värm upp skålen (4.2) i 30 minuter i den elektriska muffelugnen (4.3) som skall vara inställd på 825 °C ± 25 °C. Låt skålen svalna något och placera den sedan i exsickatorn (4.4) tills den har svalnat till vågrummets temperatur och väg med en noggrannhet av 0,1 mg.

5.3 **Provmängd**

Väg med en noggrannhet av 0,1 mg upp ca 3 gram av provet (5.1) direkt i den iordningställda skålen.

5.4 **Bestämning**

Värm upp skålen med innehåll på svag låga, värmeplatta eller under en infrarödlampa, tills provet är helt förkolnat och se noga till att det inte brinner med låga.

Flytta skålen till den elektriska muffelugnen (4.3) som skall vara inställd på 825 °C ± 25 °C och värm i minst en timme tills allt kol i skålen har försvunnit. Låt skålen svalna något, ställ den därefter i exsickatorn (4.4), låt den svalna till vågrummets temperatur och väg sedan med en noggrannhet av 0,1 mg.

Värm på nytt upp skålen i muffelugnen (4.3) i omkring 30 minuter, kyl ned och väg provet tills vikten förändras mindre än 1 mg eller börjar öka. Notera den lägsta vikten.

6. REDOVISNING AV RESULTAT

6.1 **Beräkningsmetod med formel**

Provets askmängd i viktprocent, inklusive P_2O_5, beräknas med följande formel:

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

där:

m_0 är provets vikt i gram,

m_1 är skålens vikt i gram med återstående innehåll,

m_2 är den iordningställda skålens vikt i gram.

Beräkna det slutliga resultatet med en noggrannhet av 0,01 %.

6.2 **Repeterbarhet**

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 0,15 gram aska per 100 gram prov.

Denna repeterbarhet bör uppnås i 95 % av de korrekt utförda bestämningarna.

METOD 6

BESTÄMNING AV pH-VÄRDE

1. ANVÄNDNINGSOMRÅDE

Med denna metod bestäms pH-värdet hos

— kaseinater.

2. DEFINITION

pH-värdet hos kaseinater: pH-värdet vid 20 °C i en vattenlösning av kaseinat enligt bestämning med den angivna metoden.

3. PRINCIP

Elektrometrisk bestämning av pH-värdet hos en vattenlösning av kaseinat med hjälp av pH-meter.

4. REAGENS

Det vatten som används vid beredning av reagenserna eller vid utförandet (6) skall vara nydestillerat och skyddat mot koldioxidabsorption.

4.1 **Buffertlösningar** för kalibrering av pH-metern (5.2).

Två standardbuffertlösningar med pH-värden vid 20 °C som är kända till andra decimalen och som markerar övre och undre gränsen av det prov som skall analyseras, t.ex. en ftalatbuffertlösning med pH-värde ca 4 och en boraxbuffertlösning med pH-värde ca 9.

5. UTRUSTNING

5.1 **Våg** med en noggrannhet av 0,1 gram.

5.2 **pH-meter** med en känslighet av minst 0,05 pH-enheter med en på lämpligt sätt kalibrerad elektrod, t.ex. en glaselektrod och en kalomelelektrod eller liknande som referenselektrod.

5.3 **Termometer** med en noggrannhet av 0,5 °C.

5.4 **Konisk kolv,** 100 ml, med propp av slipat glas.

5.5 **Bägare,** 50 ml.

5.6 **Mixer**

5.7 **Bägare,** minst 250 ml, till mixern (5.6).

6. UTFÖRANDE

6.1 **Provberedning**

Enligt Allmänna bestämmelser, punkt 1.2.

6.2 **Bestämning**

6.2.1 Kalibrering av pH-meter

Justera buffertlösningarnas (4.1) temperatur till 20 °C och kalibrera pH-metern enligt tillverkarens anvisningar.

Anmärkningar

1. Kalibreringen bör utföras med kolvarna stående i 20 minuter (se 6.2.2).
2. Om en serie prov utförs, bör pH-meterns kalibrering kontrolleras med en eller flera av standardbuffertlösningarna minst var 30:e minut.

6.2.2 *Beredning av prov*

Häll 95 ml vatten i bägaren (5.6), tillsätt 5,0 gram av provet (6.1) och blanda med mixern (5.5) i 30 sekunder.

Täck över med ett urglas och låt blandningen stå i 20 minuter vid ca 20 °C.

6.2.3 *Mätning av pH-värde*

6.2.3.1 Häll ca 20 ml av lösningen i bägaren (5.5), och bestäm omedelbart pH-värdet i vätskan med hjälp av pH-metern (5.2), sedan glaselektroden noggrant sköljts med vatten.

6.2.3.2 Avläs pH-värdet.

7. REDOVISNING AV RESULTAT

7.1 **Notering av pH-värde**

Anteckna som pH-värde för denna vattenlösning av kaseinat det värde som visas på pH-meterns skala med minst två decimaler.

7.2 **Repeterbarhet**

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 0,05 pH-enheter.

Denna repeterbarhet bör uppnås i 95 % av de korrekt utförda bestämningarna.