31985L0503

L 308/12 *AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA* 1985.11.20.

A BIZOTTSÁG ELSŐ IRÁNYELVE
(1985. október 25.)
az étkezési kazeinek és kazeinátok vizsgálati módszereiről

(85/503/EGK)

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Gazdasági Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel az emberi fogyasztásra szánt egyes tejfehérjékre (kazeinek és kazeinátok) vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1983. július 25-i 83/417/EGK tanácsi irányelvre [1] és különösen annak 9. cikke b) pontjára,

mivel a 83/417/EGK irányelv 9. cikkének b) pontja előírja, hogy egyes étkezési kazeinek és kazeinátok összetételének ellenőrzése érdekében közösségi vizsgálati módszereket kell meghatározni;

mivel a korábban elvégzett vizsgálatok alapján el lehet fogadni a módszerek első sorozatát;

mivel az ezen irányelvben előírt intézkedések összhangban vannak az Élelmiszerügyi Állandó Bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

A tagállamok megtesznek minden olyan intézkedést, amely szükséges annak biztosítására, hogy az I. mellékletben meghatározott feltételek ellenőrzéséhez szükséges vizsgálatokat a II. mellékletben leírt módszerek alkalmazásával végezzék el.

2. cikk

A tagállamok hatályba léptetik azokat a törvényi, rendeleti és közigazgatási rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ennek az irányelvnek legkésőbb 1987. május 1-jéig megfeleljenek. Erről haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot.

3. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 1985. október 25-én.

a Bizottság részéről

COCKFIELD

alelnök

[1] HL L 237., 1983.8.26., 25. o.

I. MELLÉKLET

AZ ÉTKEZÉSI KAZEINEK ÉS KAZEINÁTOK VIZSGÁLATI MÓDSZEREIRE VONATKOZÓ ELSŐ KÖZÖSSÉGI IRÁNYELV ALKALMAZÁSI KÖRE

I. **Általános rendelkezések**

II. **A nedvességtartalom meghatározása:**
- a savas kazeinekben a II. melléklet 1. módszerének alkalmazásával
- az oltós kazeinekben a II. melléklet 1. módszerének alkalmazásával
- a kazeinátokban a II. melléklet 1. módszerének alkalmazásával

III. **A fehérjetartalom meghatározása:**
- a savas kazeinekben a II. melléklet 2. módszerének alkalmazásával
- az oltós kazeinekben a II. melléklet 2. módszerének alkalmazásával
- a kazeinátokban a II. melléklet 2. módszerének alkalmazásával

IV. **A titrálható savasság meghatározása:**
- a savas kazeinekben a II. melléklet 3. módszerének alkalmazásával

V. **A hamutartalom meghatározása (beleértve a P_2O_5-ot):**
- a savas kazeinekben a II. melléklet 4. módszerének alkalmazásával
- az oltós kazeinekben a II. melléklet 5. módszerének alkalmazásával

VI. **A pH-érték meghatározása:**
- a kazeinátokban a II. melléklet 6. módszerének alkalmazásával

II. MELLÉKLET

AZ ÉTKEZÉSI KAZEINEK ÉS KAZEINÁTOK ÖSSZETÉTELE MEGHATÁROZÁSÁNAK VIZSGÁLATI MÓDSZEREI

ÁLTALÁNOS RENDELKEZÉSEK

1. A VIZSGÁLATI MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

1.1. **Általános követelmények**

A laboratóriumi vizsgálatra szánt minta tömegének legalább 200 grammnak kell lennie.

1.2. **A minta előkészítése a laboratóriumi vizsgálatra**

1.2.1. A laboratóriumi mintát alaposan keverjük el és oszlassunk el minden csomót stb. az edény rázogatásával és fel-le forgatásával. (Szükség esetén öntsük át az egész laboratóriumi mintát egy légmentesen záródó edénybe, amelynek – a művelet végrehajtása érdekében – az űrtartalma kétszer akkora legyen, mint a minta térfogata.)

1.2.2. Az alaposan összekevert laboratóriumi mintából (1.2.1) egy reprezentatív mennyiséget, kb. 50 grammot vigyünk át a szitára (3.3.).

1.2.3. Ha az 50 grammos adag teljesen vagy majdnem teljesen (legalább 95 % tömegszázalékban) átmegy a szitán (3.3.), a meghatározáshoz az 1.2.1. pont szerint elkészített mintát használjuk.

1.2.4. Amennyiben az 50 grammos adag nem megy át teljesen vagy majdnem teljesen a szitán, dörzsmozsárban dörzsöljük el (3.4.), amíg meg nem felel az átszűrési feltételnek (1.2.3.). Az összes átszűrt mintát azonnal tegyük légmentesen záródó, megfelelő – a minta terjedelmének kétszeresével megegyező – űrtartalmú tartályba és ismételt rázogatással és a tartály forgatásával alaposan keverjük össze. Mindezen műveletek végzése közben ügyeljünk arra, hogy a termék nedvességtartalma lehetőleg ne változzon.

1.2.5. A vizsgálati minta előkészítését követően a meghatározást a lehető leggyorsabban el kell végezni.

1.3. **Tárolóedények**

A mintát mindig légmentesen és páramentesen záródó edényben kell tárolni.

2. REAGENSEK

2.1. **Víz**

2.1.1. Amikor a víznek az oldási, hígítási, illetve elmosási célra való felhasználásáról történik említés, mindig desztillált vizet, illetve azonos tisztaságú ioncserélt vizet kell használni.

2.1.2. Amikor – minden további utalás nélkül – „feloldásra”, „oldásra”, illetve „hígításra” történik hivatkozás, „vízben történő feloldást”, „vízben oldást”, illetve „vízzel hígítást” kell érteni.

2.2. **Vegyszerek**

Minden felhasznált vegyszernek analitikai minőségű reagensnek kell lennie, amennyiben másképp nincs meghatározva.

3. ESZKÖZÖK

3.1. **Az eszközök felsorolása**

Az eszközök felsorolásában csak azok a tételek szerepelnek, amelyeknek különleges rendeltetése van, vagy meghatározott előírás vonatkozik rájuk.

3.2. **Analitikai mérleg**

Az analitikai mérleg alatt olyan mérleget értünk, amely legalább 0,1 mg pontossággal mér.

3.3. **Ellenőrző szita**

A vizsgálathoz használt szitának 200 mm-es átmérőjű, fedővel ellátott, 500 µm névleges lyukbőségű dróthálóból kell készülnie. A huzalátmérőkre és a lyukbőségre vonatkozó megengedett eltérést az ISO 3310/1 számú nemzetközi szabvány adja meg. (Ellenőrző sziták. Műszaki követelmények és vizsgálat – 1. rész: Fémhuzalszövet. ISO 3310/1 – 1975).

A szitákhoz gyűjtőedény tartozik.

3.4. **Daráló**

Ha a laboratóriumi mintát felesleges hőképződés és nedvességtartalom-vesztés vagy felszívódás nélkül kell elmorzsolni (lásd az 1.2.4. pontot), kalapácsos daráló nem használható.

4. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

4.1. **Eredmények**

A vizsgálati jegyzőkönyvben feljegyzett eredmény két olyan meghatározásból kapott adat középértéke, amelyek megfeleltek az adott módszerre érvényes ismételhetőségi feltételnek.

4.2. **A százalékos arány kiszámítása**

Eltérő rendelkezés hiányában az eredményeket a minta tömegének százalékos arányában kell kiszámítani.

5. VIZSGÁLATI JEGYZŐKÖNYV

A vizsgálati jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell az alkalmazott vizsgálati módszer meghatározását, valamint a kapott eredményeket. Ezen túlmenően részletesen tartalmaznia kell minden olyan eljárást, amelynek a leírása a vizsgálati módszerben nem szerepel, illetve amely nem kötelező, továbbá meg kell említenie minden olyan körülményt, amely a kapott eredményeket befolyásolhatta. A vizsgálati jegyzőkönyvben szerepelnie kell minden olyan adatnak, amely a minta azonosításához szükséges.

1. MÓDSZER

A NEDVESSÉGTARTALOM MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer az alábbi anyagok nedvességtartalmát határozza meg:

– savas kazeinek

– oltós kazeinek

– kazeinátok

2. MEGHATÁROZÁS

A kazeinek és a kazeinátok nedvességtartalma: a megadott módszer szerint meghatározott tömegveszteség.

3. VIZSGÁLATI ALAPELV

A vizsgálati minta visszamaradt tömegének a meghatározását 102 °C ± 1 °C-os hőmérsékleten, légköri nyomáson, szárítószekrényben történő szárítását követően végezzük el a tömegállandóság eléréséig. A kapott tömegveszteséget a minta tömegének százalékában kell kiszámítani.

4. ESZKÖZÖK

4.1. **Analitikai mérleg**

4.2. **Bemérőedények**, lehetőleg lapos fenekű és a vizsgálati körülmények között nem rozsdásodó anyagból, pédául nikkelből, alumíniumból, rozsdamentes acélból vagy üvegből. Jól záródó, de könnyen eltávolítható fedéllel kell rendelkezniük. A megfelelő méret: 60–80 mm átmérő és körülbelül 25 mm mélység.

4.3. **Légköri nyomáson működő szárítószekrény**, jól szellőző, termosztáttal 102 °C ± 1 °C-ra szabályozható. A szárítószekrény minden pontján azonos hőmérsékletnek kell lennie.

4.4. **Exszikkátor**, frissen aktivált, nedvességindikátort tartalmazó szilikagéllel vagy egyéb, ezzel egyenértékű szárítóközeggel.

4.5. Edények kezelésére alkalmas eszköz, pl. laboratóriumi edényfogó.

5. VIZSGÁLATI ELJÁRÁS

5.1. **A vizsgálati minta előkészítése**

Az általános rendelkezések 1.2. szakaszában leírtaknak megfelelően.

5.2. **Az edény előkészítése**

5.2.1. Szárítsuk az edényt és a fedelét (4.2.) 102 °C ± 1 °C-on legalább egy órán keresztül a szárítószekrényben (4.3.)

5.2.2. Helyezzük vissza a fedőt és az edényt tegyük át az exszikkátorba (4.4.). Hagyjuk a mérőszoba hőmérsékletére hűlni és mérjük meg 0,1 mg-os pontossággal (m_0).

5.3. **Bemérés**

A vizsgálati mintából tegyünk 3–5 g-ot az edénybe, helyezzük vissza a fedőt és mérjük meg 0,1 mg-os pontossággal. (m_1).

5.4. **Meghatározás**

5.4.1. Vegyük le az edény fedelét, majd a fedetlen edényt és a tetejét helyezzük a 102 °C ± 1 °C-os szárítószekrénybe (4.3.) legalább négy órán keresztül.

5.4.2. Helyezzük vissza a fedőt és az edényt tegyük át az exszikkátorba (4.4.). Hagyjuk a mérőszoba hőmérsékletére hűlni és mérjük meg 0,1 mg-os pontossággal.

5.4.3. Vegyük le az edény fedelét és ismét szárítsuk a szárítószekrényben a fedelével együtt egy órán keresztül. Ezután ismételjük meg az 5.4.2. pontban leírt műveletet.

5.4.4. Amennyiben az 5.4.3. pontban kapott tömeg több mint egy milligrammal kevesebb, mint az 5.4.2. pontban kapott tömeg, ismételjük meg az 5.4.3. pontban leírt műveletet.

Amennyiben a tömeg növekedése észlelhető, a számításoknál a legkisebb mért tömeget használjuk (6.1.).

A feljegyzett végső súly m_2g legyen. Rendes körülmények között a teljes szárítási idő nem haladhatja meg a hat órát.

6. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

6.1. **A számítás módja**

A minta szárításakor kapott tömegveszteség a tömeg százalékában kifejezve az alábbi képlettel számítható ki:

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

ahol:

m_0 = az edény és a fedő grammban kifejezett együttes tömege az 5.2. pontban leírt eljárást követően;

m_1 = az edény, a fedő és a vizsgálati anyag grammban kifejezett együttes tömege szárítás előtt (5.3. lépés);

m_2 = az edény, a fedő és a vizsgálati anyag grammban kifejezett együttes tömege a szárítást követően (5.4.3. és 5.4.4. lépés).

A szárítással kapott veszteséget 0,01 %-os pontossággal számítsuk ki.

6.2. **Ismételhetőség**

Az ugyanazon mintából, egy időben vagy gyors egymásutánban, ugyanazon személy által, azonos feltételek mellett végzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem haladhatja meg a 0,1 g nedvességtartalmat 100 gramm termékre számítva.

Ezt az intervallumot a módszer alkalmazásának 95 %-ában el kell érni.

2. MÓDSZER

A FEHÉRJETARTALOM MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer az alábbi anyagok fehérjetartalmát határozza meg:

– savas kazeinek,

– tejoltós kazeinek,

– kazeinátok,

kivéve azokat, amelyek ammónium-kazeinátot vagy egyéb, nem fehérje jellegű, de ammónia- vagy nitrogéntartalmú vegyületeket tartalmaznak.

2. MEGHATÁROZÁS

Fehérjetartalom: a megadott módszerrel meghatározott és a tömeg százalékában kifejezett összes nitrogéntartalom 6,38-cal szorozva.

3. VIZSGÁLATI ALAPELV

A vizsgálati mintát tömény kénsavval kálium-szulfát és réz-(II)-szulfát katalizátor jelenlétében elroncsoljuk, hogy a szerves nitrogén ammóniumsó nitrogénjévé alakuljon át. Az ammóniát desztilláljuk, bórsavoldatban felfogjuk, majd ez utóbbit sósavoldattal titráljuk. A nitrogéntartalmat úgy számítjuk át fehérjetartalommá, hogy a kapott értéket megszorozzuk 6,38-cal.

4. REAGENSEK

4.1. **Kénsav, tömény**, S_2O 1,84 g/ml.

4.2. **Kálium-szulfát, vízmentes** (K_2SO_4).

4.3. **Réz-II-szulfát-pentahidrát** ($CuSO_4 5H_2O$).

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

4.5. **Bórsav**, 40-g/l oldat.

4.6. **Nátrium-hidroxid** 30 % (m/m) karbonátmentes vizes oldata.

4.7. **Sósav**, 0,1 mol/l.

4.8. **Indikátor-keverék**: keverjünk össze egyenlő mennyiségben 2 g/l, legalább 95 % (V/V) etanolban oldott metilvörös oldatot és 1 g/l legalább 95 % (V/V) etil-alkoholban oldott metilénkék oldatot.

5. ESZKÖZÖK

5.1. **Analitikai mérleg**

5.2. **Kjeldahl-lombik** 500 ml űrtartalommal.

5.3. **Roncsolókészülék,** amely a Kjeldahl-lombikot (5.2.) ferde helyzetben tartja, és olyan melegítőberendezéssel rendelkezik, amely a folyadéktartalom szintje felett nem melegíti a lombikot.

5.4. **Hűtő,** egyenes belső csővel.

5.5. **Visszafolyó cső biztonsági gömbbel,** amely a hűtő (5.4.) alsó részéhez gumicsővel vagy csiszolattal csatlakozik. Gumicső használata esetén a két üvegcső végének egymáshoz közel kell lennie.

5.6. **Desztilláló feltét** a Kjeldahl-lombikhoz (5.2.) és a hűtőhöz (5.4.) puha, szorosan illeszkedő gumidugóval vagy más megfelelő agyagból készült dugóval.

5.7. **Erlenmeyer-lombik**, 500 ml űrtartalommal.

5.8. **Mérőhenger**, 50 ml és 100 ml űrtartalommal.

5.9. **Büretta**, 50 ml űrtartalommal, 0,1 ml-es osztással.

5.10. **Forrást elősegítő anyag:**

5.10.1. a roncsoláshoz: apró, kemény porcelándarabkák vagy üveggyöngyök,

5.10.2. a desztilláláshoz: forrkő darabkák.

6. VIZSGÁLATI ELJÁRÁS

6.1. **A vizsgálati minta előkészítése**

Az Általános rendelkezések 1.2. pontjában leírtak szerint.

6.2. **Az ammónium-nitrogén jelenlétének ellenőrzése**

Ha ammónium-kazeinát vagy egyéb ammóniavegyület jelenlétének a lehetősége merül fel, a következő ellenőrző vizsgálatot kell elvégezni. Adjunk a minta 1 grammjához egy kis Erlenmeyer-lombikban 10 ml vizet és 100 mg magnézium-oxidot. Mossunk le minden, az üveg falához tapadt magnézium-oxidot és az Erlenmeyer-lombikot parafadugóval zárjuk le, miközben a dugó és a lombik nyakának a fala közé egy darabka megnedvesített vörös lakmuszpapírt teszünk. Gondosan keverjük el a lombik tartalmát és melegítsük az edényt 60–65 °C-os vízfürdőn. Ha a lakmuszpapír 15 percen belül kékre színeződik, ammónia van jelen, és a módszer nem alkalmazható (lásd az 1. pontot).

6.3. **Vakpróba**

A minta nitrogéntartalmának a meghatározásával egyidejűleg végezzük el a vakpróbát is a vizsgálati anyag helyett 0,5 g szacharóz (4.4.) felhasználásával ugyanazokkal a felszerelésekkel, azonos mennyiségű, ugyanazon reagensekkel, és ugyanazzal az eljárással, amely a 6.5. pontban szerepel. Ha a vakpróba alatt a titrálással fogyott 0,1 mol/l sav meghaladja a 0,5 ml-t, a reagenseket ellenőrizni kell, a szennyeződött reagenseket pedig meg kell tisztítani vagy ki kell cserélni.

6.4. **Bemérés**

Az 5.2-es Kjeldahl-edénybe vigyünk a vizsgálati mintából (6.1.) 0,1 mg pontossággal kimért 0,3–0,4 gramm mennyiséget.

6.5. **Meghatározás**

6.5.1. A lombikba tegyünk néhány szem porcelándarabkát vagy üveggyöngyöt (5.10.1.) és kb. 10 grammot a vízmentes kálium-szulfátból (4.2.).

Adjunk hozzá 0,2 g réz-II-szulfátot (4.3.) és mossuk le a lombik nyakát egy kevés vízzel. Adjunk az oldathoz 20 ml tömény kénsavat (4.1.). Keverjük el a lombik tartalmát.

Enyhén melegítsük a roncsolókészüléket (5.3.), amíg a habképződés meg nem szűnik és enyhén forraljuk egészen addig, amíg tiszta és folyamatosan halvány zöldeskék színű lesz. Melegítés alatt a lombikot néha rázzuk össze.

Folytassuk a forralást és a melegítést úgy szabályozzuk, hogy a gőzök a lombik nyakának a közepén csapódjanak le. Folytassuk a melegítést 90 percen át úgy, hogy közben elkerüljük a helyi túlmelegedést.

Hagyjuk szobahőmérsékletre hűlni a folyadékot. Óvatosan adjunk hozzá mintegy 200 ml vizet és néhány darab forrkövet (5.10.2.). Keverjük össze és hűtsük le ismét.

6.5.2. Tegyünk az Erlenmeyer-lombikba (5.7.) 50 ml bórsavoldatot (4.5.) és négy csepp indikátort (4.8.). Keverjük el. Helyezzük az Erlenmeyer-lombikot a hűtő (5.4.) alá úgy, hogy a kivezető cső hegye (5.5) merüljön bele a bórsavoldatba. Beosztással ellátott mérőhengerrel (5.8.) adjunk a Kjeldahl-lombikba 80 ml nátrium-hidroxid-oldatot (4.6.). A művelet alatt tartsuk a lombikot megdöntött helyzetben, hogy a nátrium-hidroxid a lombik oldalán lecsorogva alul egy réteget képezzen.

A feltét (5.6.) segítségével azonnal csatlakoztassuk a Kjeldahl-lombikot a hűtőhöz.

Óvatosan forgassuk meg a Kjeldahl-lombikot úgy, hogy a tartalma elkeveredjen. Forraljuk enyhén, kerülve a habképződést. Folytassuk a desztillációt egészen addig, amíg megközelítőleg harminc perc alatt 150 ml desztillátum összegyűlik. A desztillátum hőmérsékletének 25 °C alatt kell lennie. A desztillálás befejezése előtt körülbelül két perccel engedjük le az Erlenmeyer-lombikot úgy, hogy a kimenő cső vége ne érjen már bele a savas oldatba, és a végét kevés vízzel öblítsük le. Állítsuk le a melegítést, távolítsuk el a kivezető csövet és mind a külső, mind a belső felületén vízzel öblítsük le úgy, hogy az öblítővíz az Erlenmeyer-lombikban gyűljön össze.

6.5.3. A desztillátumot 0,1 mol/l töménységű sósavoldattal (4.7.) titráljuk az Erlenmeyer-lombikban.

7. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

7.1. **A képlet és a számítás módja**

A minta fehérjetartalmát a tömeg százalékában kifejezve az alábbi képlet adja meg:

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

ahol:

V_1 a meghatározáshoz (6.5.) felhasznált sav-mérőoldat (4.7.) mennyisége milliliterben;

V_2 a vakpróbához (6.3.) felhasznált sav-mérőoldat (4.7.) mennyisége milliliterben;

T a sav-mérőoldat erőssége (4.7.) mol/l-ben kifejezve;

m a vizsgálati anyag tömege grammban kifejezve.

A fehérjetartalmat 0,1 %-os pontossággal számítsuk ki.

7.2. **Ismételhetőség**

Az ugyanazon mintából, egy időben vagy gyors egymásutánban, ugyanazon személy által, azonos feltételek mellett végzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem haladhatja meg a 0,1 g nedvességtartalmat 100 gramm termékre számítva.

Ezt az intervallumot a módszer alkalmazásának 95 %-ában el kell érni.

3. MÓDSZER

A TITRÁLHATÓ SAVASSÁG MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer az alábbi anyag titrálható savtartalmát méri:

– a savas kazeinek.

2. MEGHATÁROZÁS

A savas kazeinek titrálható savtartalma: az 1 gramm termék vizes kivonatának semlegesítéséhez szükséges 0,1 mol/liter töménységű nátrium-hidroxid mérőoldat mennyisége milliliterekben megadva.

3. VIZSGÁLATI ALAPELV

A mintából 60 °C hőmérsékleten vizes kivonatot készítünk és leszűrjük. A szűrletet fenolftalein indikátor jelenlétében nátrium-hidroxid mérőoldattal titráljuk.

4. REAGENSEK

A reagensek elkészítéséhez vagy a módszerben alkalmazott műveletekhez használt minden vizet felhasználás előtt tíz perces forralással kell a szén-dioxidtól mentesíteni.

4.1. **Nátrium-hidroxid mérőoldat**: 0,1 mol/l.

4.2. **Fenolftalein indikátoroldat**, 10 g/l 95 % térfogatszázalékos etanolos oldat közömbösítve.

5. ESZKÖZÖK

5.1. **Analitikai mérleg**

5.2. **Erlenmeyer-lombik**, 500 ml űrtartalommal, csiszolt nyakkal és csiszolt üvegdugóval.

5.3. **Pipetta**, 100 ml űrtartalommal.

5.4. **Pipetta**, amely alkalmas 0,5 ml indikátoroldat adagolására (4.2.).

5.5. **Erlenmeyer-lombik**, 250 ml űrtartalommal.

5.6. **Mérőhenger**, 250 ml űrtartalommal.

5.7. **Büretta**, 0,1 ml-es beosztással.

5.8. **Vízfürdő**, 60 °C ± 2 °C hőmérsékletre szabályozható.

5.9. **Megfelelő szűrő**

6. VIZSGÁLATI ELJÁRÁS

6.1. **A vizsgálati minta előkészítése**

Az Általános rendelkezések 1.2. pontjában leírtak szerint.

6.2. **Bemérés**

A vizsgálati mintából (6.1.) 10 milligrammos pontossággal mérjünk ki 10 grammot és tegyük bele az Erlenmeyer-lombikba (5.2.).

6.3. **Meghatározás**

A 250 ml-es mérőhengerbe (5.6.) mérjünk ki 200 ml, előzetesen 60 °C-ra melegített, frissen forralt és lehűtött vizet. Dugaszoljuk be a lombikot, rázással keverjük el, és fél órára helyezzük 60 °C-os vízfürdőbe (5.8.). Tíz percenként rázzuk fel a lombikot.

Szűrjük meg, és a szűrletet körülbelül 20 °C-ra hűtsük le. A szűrletnek tisztának kell lennie.

A lehűtött szűrletből a pipetta (5.3.) segítségével 100 ml-t tegyünk az Erlenmeyer-lombikba (5.5.). A másik pipetta (5.4.) segítségével adjunk hozzá 0,5 ml fenolftalein indikátoroldatot (4.2.). Addig titráljuk a nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.1.), amíg halvány rózsaszínű nem lesz, és a szín legalább 30 másodpercig meg is marad. Határozzuk meg az elfogyott mennyiséget és 0,01 ml-es pontossággal jegyezzük fel.

7. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

7.1. **A képlet és a számítás módja**

A savanyú kazein titrálható savtartalmát a következő képlet adja meg:

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

ahol:

V = a meghatározáshoz felhasznált nátrium-hidroxid mérőoldat (4.1.) mennyisége milliliterben;

T = a standard nátrium-hidroxid mérőoldat faktora (4.1.) mol/l-ben megadva;

m = a vizsgálati anyag tömege grammban kifejezve.

A titrálható savtartalmat két tizedesjegy pontossággal számítsuk ki.

7.2. **Ismételhetőség**

Az ugyanazon mintából, egy időben vagy gyors egymásutánban, ugyanazon személy által, azonos feltételek mellett végzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem haladhatja meg a 0,1 g nedvességtartalmat 100 gramm termékre számítva.

Ezt az intervallumot a módszer alkalmazásának 95 %-ában el kell érni.

4. MÓDSZER

A HAMUTARTALOM MEGHATÁROZÁSA

(beleértve a P_2O_5-ot)

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszerrel a következő anyag hamutartalmát lehet meghatározni (beleértve a P_2O_5-ot):

– a savas kazeinek

2. MEGHATÁROZÁS

A hamutartalom (beleértve a P_2O_5-ot): a megadott módszerrel meghatározott hamutartalom.

3. VIZSGÁLATI ALAPELV

A mintából kivett anyagot 825 °C ± 25 °C-on elégetjük az összes szerves eredetű foszfort megkötő magnézium-acetát jelenlétében. A hamutartalom kiszámításához a visszamaradt anyagot lemérjük és kivonjuk belőle a magnézium-acetátból származó hamu tömegét.

4. REAGENSEK

4.1. **Magnéziumacetát-tetrahidrát oldat**, 120 g/l. Oldjunk fel vízben 120 gramm magnéziumacetát-tetrahidrátot [$Mg(CH_3CO_2)_2\ 4H_2O$] és egészítsük ki vízzel egy literre.

5. ESZKÖZÖK

5.1. **Analitikai mérleg**

5.2. **Pipetta**, 5 ml.

5.3. **Izzítótégely kvarcból vagy platinából**, körülbelül 70 mm átmérőjű és 25–50 mm mély.

5.4. **Szárítószekrény**, amely 102 °C ± 1 °C-ra beállítható.

5.5. **Izzítókemence**, amely 825 °C ± 25 °C-ra beállítható.

5.6. **Vízfürdő,** forrásban tartható**.**

5.7. **Exszikkátor**, frissen aktivált, nedvességindikátort tartalmazó szilikagéllel vagy egyéb, ezzel egyenértékű szárítóközeggel.

6. VIZSGÁLATI ELJÁRÁS

6.1. **A vizsgálati minta előkészítése**

Az Általános rendelkezések 1.2. szakaszában leírtak szerint.

6.2. **Az izzítótégelyek előkészítése**

Két izzítótégelyt (A,B) (5.3.) az izzítókemencében (5.5.) 825 °C ± 25 °C hőmérsékletre állítva melegítsünk 30 percig. Hagyjuk az edényeket valamennyire lehűlni, majd helyezzük őket az exszikkátorba (5.7.) amíg a mérőszoba hőmérsékletét elérik, majd mérjük meg 0,1 mg-os pontossággal.

6.3. **Bemérés**

Megközelítőleg 3 gramm vizsgálati anyagot (6.1.) 0,1 mg-os pontossággal mérjünk közvetlenül az egyik – a fenti módon – előkészített edénybe (A).

6.4. **Meghatározás**

A pipetta (5.2.) felhasználásával tegyünk az izzítótégelybe (A) pontosan 5 ml magnéziumacetát-oldatot (4.1.), amíg a teljes vizsgálati anyag át nem nedvesedik, majd hagyjuk állni 20 percen át.

A másik előkészített izzítótégelybe (B) tegyünk a pipettával (5.2.) pontosan 5 ml magnéziumacetát-oldatot (4.1.).

Párologtassuk szárazra mind a két izzítótégely (A és B) tartalmát a forrásban lévő vízfürdőn (5.6.).

Helyezzük mindkét izzítótégelyt 30 percre a 102 °C ± 1 °C hőmérsékletre állított szárítószekrénybe (5.4.).

Az A jelzésű izzítótégelyt a tartalmával együtt kis lángon melegítsük forró lapon vagy infralámpa alatt, amíg a vizsgálati anyag teljesen el nem szenesedik, vigyázva arra, hogy közben ne fogjon lángot.

Mindkét edényt (A és B) tegyük át a 825 °C ± 25 °C-ra beállított izzítókemencébe (5.5.), és tartsuk itt legalább egy órán keresztül, amíg az A jelzésű izzítótégelyből az összes szén el nem tűnik. Hagyjuk, hogy mindkét izzítótégely kihűljön valamelyest, és helyezzük az exszikkátorba (5.7.), amíg el nem érik a mérőszoba hőmérsékletét, majd mérjük meg 0,1 milligrammos pontossággal.

Ismételjük meg a hevítési műveleteket megközelítőleg harminc percen keresztül az izzítókemencében (5.5.), valamint a hűtést és a mérést addíg, amíg a tömeg 1 mg-os pontossággal állandó marad vagy amíg emelkedni kezd. A legkisebb tömeg értékét rögzítsük.

7. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

7.1. **A számítás módja**

A minta hamutartalma – beleértve a P_2O_5-ot – a tömeg százalékában kifejezve az alábbi képlettel adható meg:

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

ahol:

m_0 a vizsgálati anyag tömege grammban;

m_1 az A jelzésű izzítótégely és a maradványanyag tömege grammban;

m_2 az előkészített A jelzésű izzítótégely tömege grammban;

m_3 az B jelzésű izzítótégely és a maradványanyag tömege grammban;

m_4 az előkészített B jelzésű izzítótégely tömege grammban.

A végső eredményt 0,01 %-os pontossággal számítsuk ki.

7.2. **Ismételhetőség**

Az ugyanazon mintából, egy időben vagy gyors egymásutánban, ugyanazon személy által, azonos feltételek mellett végzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem haladhatja meg a 0,1 g nedvességtartalmat 100 gramm termékre számítva.

Ezt az intervallumot a módszer alkalmazásának 95 %-ában el kell érni.

5. MÓDSZER

A HAMUTARTALOM MEGHATÁROZÁSA

(beleértve a P_2O_5-ot)

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszerrel a következő anyag hamutartalmát (beleértve a P_2O_5-ot) lehet meghatározni:

– az oltós kazeinek

2. MEGHATÁROZÁS

A hamutartalom (beleértve a P_2O_5-ot): a megadott módszerrel meghatározott hamutartalom.

3. VIZSGÁLATI ALAPELV

A mintából kivett anyagot 825 °C ± 25 °C-on tömegállandóságig hamvasztjuk. A hamutartalom kiszámításához a maradékot lemérjük és a tömeg százalékára számítjuk.

4. ESZKÖZÖK

4.1. **Analitikai mérleg**

4.2. **Izzítótégely kvarcból vagy platinából**, körülbelül 70 mm átmérőjű és 25–50 mm mély.

4.3. **Izzítókemence**, amely 825 °C ± 25 °C-ra beállítható.

4.4. **Exszikkátor**, frissen aktivált, nedvességindikátort tartalmazó szilikagéllel vagy egyéb, ezzel egyenértékű szárítóközeggel.

5. VIZSGÁLATI ELJÁRÁS

5.1. **A vizsgálati minta előkészítése**

Az Általános rendelkezések 1.2. pontjában leírtak szerint.

5.2. **Az izzítótégelyek előkészítése**

Az izzítótégelyt (4.2.) elektromos kemencében (4.3.) 825 °C ± 25 °C hőmérsékletre állítva melegítsük 30 percig. Hagyjuk az izzítótégelyt valamennyire lehűlni, és ezután helyezzük az exszikkátorba (4.4.), amíg a mérőszoba hőmérsékletéig le nem hűl, majd mérjük meg 0,1 mg-os pontossággal.

5.3. **Bemérés**

Megközelítőleg 3 gramm vizsgálati anyagot (5.1.) 0,1 mg-os pontossággal mérjünk közvetlenül az előkészített izzítótégelybe.

5.4. **Meghatározás**

Az izzítótégelyt a tartalmával együtt kis lángon melegítsük forró lapon vagy infralámpa alatt, amíg a vizsgálati anyag teljesen el nem szenesedik, de vigyázva arra, hogy lángot ne fogjon közben.

Tegyük át az izzítótégelyt a 825 °C ± 25 °C-ra állított izzítókemencébe (4.3.) és tartsuk itt legalább egy órán keresztül, amíg az izzítótégelyből az összes anyag el nem szenesedett. Hagyjuk, hogy az edény kihűljön valamelyest, majd helyezzük az exszikkátorba (4.4.), amíg el nem éri a mérőszoba hőmérsékletét, majd mérjük meg 0,1 milligrammos pontossággal.

Ismételjük meg a hevítési műveleteket hozzávetőleg harminc percen keresztül az izzítókemencében (4.3.), majd a hűtést és a mérést, amíg a tömeg 1 mg-os pontossággal állandó nagyságú marad vagy amíg emelkedni nem kezd. A legkisebb tömeg értékét rögzítsük.

6. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

6.1. **A képlet és a számítás módja**

A minta hamutartalma – beleértve a P_2O_5-ot – a tömeg százalékában kifejezve az alábbi képlettel adható meg:

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

ahol:

m_0 a vizsgálati anyag tömege grammban;

m_1 az izzítótégely és a maradék tömege grammban;

m_3 az előkészített izzítótégely tömege grammban;

A végső eredményt 0,01 %-os pontossággal számoljuk ki.

6.2. **Ismételhetőség**

Az ugyanazon mintából, egy időben vagy gyors egymásutánban, ugyanazon személy által, azonos feltételek mellett végzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem haladhatja meg a 0,1 g nedvességtartalmat 100 gramm termékre számítva.

Ezt az intervallumot a módszer alkalmazásának 95 %-ában el kell érni.

6. MÓDSZER

A pH-ÉRTÉK MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer az alábbi anyag pH-értékét határozza meg:

– kazeinátok.

2. MEGHATÁROZÁS

A kazeinátok pH-értéke: a kazeinátok vizes oldatának a megadott módszerrel 20 °C-on mérhető pH-értéke.

3. VIZSGÁLATI ALAPELV

A kazeinátok vizes oldatának pH-mérővel végzett elektrometriás pH-érték-meghatározása.

4. REAGENSEK

A reagensek elkészítéséhez vagy a meghatározáshoz (6.) frissen desztillált vizet kell használni, amelynek a szén-dioxid elnyelését megakadályoztuk.

4.1. A pH-mérő kalibrálásához használt pufferoldatok (5.2.)

Két standard pufferoldat, amelyek pH-értéke 20 °C-on két tizedesjegy pontossággal ismert, és amelyek határértékpárt alkotnak a vizsgált minta pH-értékéhez, például megközelítőleg 4-es pH-értékű ftalát pufferoldat, és megközelítőleg 9-es pH-értékű bórax pufferoldat.

5. ESZKÖZÖK

5.1. **Mérleg**, 0,1 gramm pontossággal.

5.2. **pH-mérő**, leolvasási pontossága 0,05 pH egység, megfelelően hitelesített elektróddal, például üvegelektróddal és kalomelektróddal vagy más vonatkoztatási elektróddal.

5.3. **Hőmérő**, 0,5 °C pontosságú.

5.4. **Erlenmeyer-lombik**, 100 ml űrtartalommal, csiszolt üvegdugóval.

5.5. **Főzőpohár**, 50 ml-es űrtartalommal.

5.6. **Keverő**

5.7. **Főzőpohár**, a keveréshez (5.6.), legalább 250 ml űrtartalommal.

6. VIZSGÁLATI ELJÁRÁS

6.1. **A vizsgálati minta előkészítése**

Az Általános rendelkezések 1.2. pontjában leírtak szerint.

6.2. **Meghatározás**

6.2.1. *A pH-mérő hitelesítése*

A pufferoldat (4.1.) hőmérsékletét állítsuk 20 °C-ra, és a pH-mérőt hitelesítsük be a gyártó utasításainak megfelelően.

MEGJEGYZÉSEK

1. A hitelesítést addig kell elvégezni, amíg a lombikok 20 percen át állnak (lásd 6.2.2. pont).
2. Ha mintasorozatot vizsgálunk, legalább 30 percenként ellenőrizzük a pH-mérő hitelesítését egy vagy több standard pufferoldattal.

6.2.2. *A vizsgálati oldat előkészítése*

A főzőpohárba (5.7.) tegyünk 95 ml vizet, és adjunk hozzá 5,0 grammot a vizsgálati mintából (6.1.), majd a keverő használatával (5.6.) keverjük 30 másodpercen át.

Óraüveggel lefedve engedjük 20 percig állni körülbelül 20 °C hőmérsékleten.

6.2.3. *A pH-érték mérése*

6.2.3.1. Az oldatból körülbelül 20 ml-t öntsünk a főzőpohárba (5.5.) és azonnal határozzuk meg ennek a folyadéknak a pH-értékét a pH-mérő (5.2.) segítségével, miután az elektródot vízzel óvatosan elöblítettük.

6.2.3.2. Mérjük meg a pH-értékét.

7. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

7.1. **A pH-érték feljegyzése**

A pH-mérőről legalább két tizedesjegy pontossággal leolvasott értéket jegyezzük fel, mint a kazeinát oldat pH-értékét.

7.2. **Ismételhetőség**

Az ugyanazon mintából, egy időben vagy gyors egymásutánban, ugyanazon személy által, azonos feltételek mellett végzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem haladhatja meg a 0,1 g nedvességtartalmat 100 gramm termékre számítva.

Ezt az intervallumot a módszer alkalmazásának 95 %-ában el kell érni.