

31985L0503

L 308/12

EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA

20.11.1985

ESIMENE KOMISJONI DIREKTIIV,
25. oktoober 1985,
söödavate kaseiinide ja kaseinaatide analüüsimeetodite kohta
(85/503/EMÜ)

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Majandusühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 25. juuli 1983. aasta direktiivi 83/417/EMÜ teatavaid piimavalke (kaseiine ja kaseinaate), sealhulgas inimtoiduks ettenähtuid, käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta, ⁽¹⁾ eriti selle artikli 9 punkti b,

ning arvestades, et:

direktiivi 83/417/EMÜ artikli 9 kohaselt tuleb kindlaks määrata ühenduse analüüsimeetodid teatavate söödavate kaseiinide ja kaseinaatide koostise kontrollimiseks;

on võimalik vastu võtta esmane rühm meetodeid, mille kohta on läbi viidud uurimused;

käesolevas direktiivis ettenähtud meetmed on kooskõlas alalise toiduainekomitee arvamusega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

Artikkel 1

Liikmesriigid võtavad kõik vajalikud meetmed tagamaks, et I lisas sätestatud kriteeriumide kontrollimiseks vajalikud analüüsid viiakse läbi kooskõlas II lisas kirjeldatud meetoditega.

Artikkel 2

Liikmesriigid jõustavad käesoleva direktiivi järgimiseks vajalikud õigus- ja haldusnormid hiljemalt 1. maiks 1987. Liikmesriigid teatavad sellest viivitamata komisjonile.

Artikkel 3.

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Brüssel, 25. oktoober 1985

Komisjoni nimel

asepresident

COCKFIELD

⁽¹⁾ EÜT L 237, 26.8.1983, lk 25.

I LISA

**ESIMESE SÖÖDAVATE KASEIINIDE JA KASEINAATIDE ÜHENDUSE ANALÜÜSIMEETODITE DIREKTIIVI
REGULEERIMISALA****I. Üldsätted****II. Niiskuse määramine:**

- happekaseiinides, kasutades II lisa 1. meetodit
- laabikaseiinides, kasutades II lisa 1. meetodit
- kaseinaatides, kasutades II lisa 1. meetodit

III. Proteiinisalduse määramine:

- happekaseiinides, kasutades II lisa 2. meetodit
- laabikaseiinides, kasutades II lisa 2. meetodit
- kaseinaatides, kasutades II lisa 2. meetodit

IV. Titreeritava happelisuse määramine:

- happekaseiinides, kasutades II lisa 3. meetodit

V. Tuhasisalduse (k.a P_2O_5) määramine:

- happekaseiinides, kasutades II lisa 4. meetodit
- laabikaseiinides, kasutades II lisa 5. meetodit

VI. pH määramine

- kaseinaatides, kasutades II lisa 6. meetodit
-

II LISA

SÖÖDAVATE KASEIINIDE JA KASEINAATIDE KOOSTISE ANALÜÜSIMEETODID

ÜLDSÄTTED

1. PROOVI ETTEVALMISTAMINE
 - 1.1. **Üldiselt**

Laboratooriumile analüüsiks antava proovi mass peab olema vähemalt 200 grammi.
 - 1.2. **Proovi ettevalmistamine analüüsiks laboratooriumis**
 - 1.2.1. Korduva segamise ja mahuti ümberpööramise abil segatakse laboratooriumiproov põhjalikult läbi ja peenestatakse selles kõik kämbud (viies laboratooriumiproovi vajadusel selleks üle piisava mahuga (proovi kahekordne maht) mahutisse).
 - 1.2.2. Representatiivne kogus proovist, st umbes 50 g põhjalikult läbisegatud laboratooriumiproovist (1.2.1) viiakse analüüsisõelale (3.3).
 - 1.2.3. Kui 50 grammine kogus läbib sõela (3.3) täielikult või peaaegu täielikult (vähemalt 95 protsenti massi järgi), kasutatakse määramisel proovi punktis 1.2.1. kirjeldatud moel ettevalmistatult.
 - 1.2.4. Vastupidisel juhul peenestatakse 50 grammist kogust peenestusseadmes (3.4) kuni ta vastab sõelumisnõudele (1.2.3). Kogu peenestatud kogus viiakse viivitamatult üle piisava mahuga (proovi kahekordne maht) hermeetilise mahutisse ja segatakse teda põhjalikult korduva loksutamise ja ümberpööramise abil. Nende operatsioonide teostamisel tuleb vältida proovi niiskusesisalduse muutumist.
 - 1.2.5. Kui uuringuproov on ette valmistatud, tuleks võimalikult peatselt jätkata analüüsiga.
 - 1.3. **Mahutid**

Proovi hoitakse alati hermeetilises niiskuskindlas mahutis.
2. REAKTIIVID
 - 2.1. **Vesi**
 - 2.1.1. Kui tekstis mainitakse vee kasutamist lahustamisel, lahjendamisel või pesemisel, tuleb kasutada destilleeritud vett või vähemalt samasuguse puhtusega deioniseeritud vett.
 - 2.1.2. Kui tekstis on ilma põhjalikumalt täpsustamata mainitud "lahust" või "lahjendust", peetakse silmas "vesilahust" ja "veega lahjendamist".
 - 2.2. **Kemikaalid**

Kõik kemikaalid peavad omama tunnustatavat analüütilise reaktiivi puhtusklassifikatsiooni, kui ei ole märgitud teisiti.
3. SEADMED
 - 3.1. **Seadmete nimekirjad**

Seadmete nimekirjades on ainult need seadmed, millel on spetsiifiline otstarve ja seadmed, mis on seotud konkreetse kirjeldusega.
 - 3.2. **Analüütilised kaalud**

"Analüütilised kaalud" tähendavad kaalusid, millega saab kaaluda vähemalt 0,1 mg täpsusega.
 - 3.3. **Analüüsisõel**

Kasutatavad analüüsisõelad peavad olema varustatud kaanega, omama diameetrit 200 mm ja olema valmistatud traatvõrgust nominaalse võresammuga 500 µm. Lubatavad võresammu hälbed ja traadi diameetrid vastavad standardile ISO 3310/1. (Analüüsisõelad – Tehnilised nõuded ja analüüs – I osa: metalltraatsõelad. ISO 3310/1 – 1975).

Sõelad peavad olema varustatud kogujaga.
 - 3.4. **Peenestusseade**

Laboratooriumiproovi peenestamiseks vastava vajaduse olemasolul (vt. 1.2.4) ning vältides liigset kuumenemist, kadusid ja niiskuse neeldumist, ei tohi kasutada vasarveskit.

4. TULEMUSTE ESITAMINE

4.1. Tulemused

Analüüsiaruandes toodav tulemus peab olema kahe vastava meetodi korratavusnõudeid rahuldava määramise keskmine väärtus.

4.2. Protsentuaalse sisalduse arvutamine

Kui ei ole märgitud teisiti, arvutatakse tulemus massiprotsendina proovis.

5. ANALÜÜSIARUANNE

Analüüsiaruandes märgitakse nii kasutatud analüüsimeetod kui saadud tulemus. Lisaks märgitakse analüüsimeetodi täpsustamata või lahtiseks jäetud üksikasjad, nagu ka tingimused mis võisid saadud tulemusi mõjutada. Aruandes esitatakse kogu proovi lõplikuks identifitseerimiseks vajalik info.

1. MEETOD

NIISKUSESISALDUSE MÄÄRAMINE

1. REGULEERIMISALA

Käesolev meetod võimaldab määrata niiskusesisalduse:

- happekaseiinides
- laabikaseiinides
- kaseinaatides.

2. MÄÄRATLUS

Kaseiinide ja kaseinaatide niiskusesisaldus: käesoleva meetodiga määratav massikadu.

3. PÕHIMÕTE

Määratakse analüüsitava koguse jääkmass peale ahjus atmosfäärirõhul, temperatuuril $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ püsiva massini kuivatamist. Massikadu arvutatakse massiprotsendina proovi massist.

4. SEADMED

4.1. Analüütilised kaalud

4.2. Lameda põhjaga, analüüsitingimustel mittekorrodeeruvast materjalist, näiteks niklist, alumiiniumist, roostevabast terasest või klaasist **laborinõud**. Nõudel peab olema kaas, mis sulgub tihedalt, kuid on kergesti ära võetav. Sobivad mõõdud on: diameeter 60–80 mm ja sügavus umbes 25 mm.

4.3. **Atmosfäärirõhul töötav kuivatusahi**, mis on hea õhuvahetusega ja termostaadi reguleeritava temperatuurireguleerimisega ($102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$). Temperatuur peaks kogu ahju ulatuses olema ühtlane.

4.4. **Eksikaator**, mis on varustatud äsjaaktiveeritud, veesisalduse indikaatoriga silikageeliga või ekvivalentse niiskuseabsorbeerijaga.

4.5. **Laborinõude käsitlemiseks sobiv seade**, näiteks laboratooriumitangid.

5. TÖÖ KÄIK

5.1. Analüüsiproovi ettevalmistamine.

Vastavalt üldsätete punktis 1.2 kirjeldatule.

5.2. Laboratooriuminõude ettevalmistamine.

- 5.2.1. Lahtist nõud ja tema kaant (4.2) kuumutatakse ahjus (4.3) temperatuuril $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ vähemalt tund aega.
- 5.2.2. Nõule pannakse kaas peale, pannakse suletud nõu eksikaatorisse (4.4), lastakse jahtuda kaaluruumi temperatuurini ja kaalutakse 0,1 mg täpsusega (m_0).

5.3. Analüüsitav kogus

3–5 g analüüsiproovist (5.1) pannakse nõusse, kaetakse nõu ja kaalutakse 0,1 mg täpsusega (m_1).

5.4. Määramine

- 5.4.1. Nõu avatakse ja asetatakse koos kaanega neljaks tunniks ahju (4.3) temperatuuril $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.
- 5.4.2. Nõu suletakse kaanega, pannakse eksikaatorisse, lastakse jahtuda kaaluruumi temperatuurini ja kaalutakse 0,1 mg täpsusega.
- 5.4.3. Nõu avatakse ja kuumutatakse jälle koos kaanega ahjus tund aega. Seejärel korratakse operatsiooni 5.4.2.
- 5.4.4. Kui punkti 5.4.3 kohaselt määratud mass on rohkem kui 1 mg võrra väiksem kui punkti 5.4.2 kohaselt leitu, korratakse operatsiooni 5.4.3.

Kui mass kasvab, kasutatakse arvutustes (6.1) väikseimat leitud massi.

Lõplik mass on m_2 grammi. Summaarne kuivamisaeg ei tohiks normaaljuhtudel ületada kuut tundi.

6. TULEMUSTE ESITAMINE

6.1. Arvutusmeetod

Massikaotus kuivamise ajal, väljendatuna massiprotsendina, leitakse vastavalt valemile:

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

kus:

m_0 = nõu ja kaane mass grammides peale protseduuri 5.2;

m_1 = nõu, kaane ja analüüsitava koguse mass grammides enne kuivatamist (protseduur 5.3);

m_2 = nõu, kaane ja analüüsitava koguse mass grammides peale kuivatamist (protseduur 5.4.3 või 5.4.4).

Massikadu kuivamisel väljendatakse 0,01 % täpsusega.

6.2. Korratavus

Tulemuste erinevus kahel üheaegsel või vahetult üksteisele järgneval määramisel samast proovist, samadel tingimustel ja sama analüüsija poolt ei tohi erineda rohkem kui 0,1 grammi niiskusesisalduse võrra 100 grammi saaduse kohta.

Käesolev korratavuskriteerium tuleb saavutada 95 protsendil käesoleva meetodi rakendamise juhtudest.

2. MEETOD

VALGUSISALDUSE MÄÄRAMINE

1. REGULEERIMISALA

Käesolev meetod võimaldab määrata proteiinisisalduse:

- happekaseiinides,
- laabikaseiinides,
- kaseinaatides,

välja arvatud neis, mis sisaldavad ammoniumkaseinaati või muid mittevalgulisi ammonium- või lämmastiühendeid.

2. MÄÄRATLUS
- Valgusisaldus: käesoleva meetodiga leitud lämmastikuisaldus, korrutatuna väärtusega 6,38 ja väljendatuna massiprotsendina.
3. PÕHIMÕTE
- Analüüsitav kogus digereeritakse kaaliumsulfaadi ja väävelhappe segus katalüsaatori vask(II)sulfaadi juuresolekul, viies orgaanilise lämmastiku üle ammoniakaalseks lämmastikuks. Ammoniaak destilleeritakse välja, absorbeeritakse boorhappelahusega ja tiitritakse vesinikkloriidhappe standardlahusega. Lämmastikuisaldusest tuletatakse valgusisaldus, korrutades selle läbi väärtusega 6,38.
4. REAKTIIVID
- 4.1. **Kontsenteeritud väävelhape**, H_2SO_4 1,84 g/ml.
- 4.2. **Veevaba kaaliumsulfaat** (K_2SO_4).
- 4.3. **Vask(II)sulfaatpentahüdraat** ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$).
- 4.4. **Sahharoos** ($C_{12}H_{22}O_{11}$).
- 4.5. **Boorhape**, 40 g/l lahus.
- 4.6. **Naatriumhüdrosiid**, kontsenteeritud 30 %-line vesilahus (m/m), karbonaadivaba.
- 4.7. **Vesinikkloriidhape**, 0,1 mol/l.
- 4.8. **Indikaatorsegu**. Segatakse kokku võrdsed ruumalad 2 g/l lahust metüüloranžist vähemalt 95 % (mahu järgi) etanoolis ja 1 g/l metüleenisise lahust vähemalt 95 % (mahu järgi) etanoolis.
5. SEADMED
- 5.1. **Analüütilised kaalud**
- 5.2. **Kjeldahli kolb**, mahuga 500 ml
- 5.3. **Digereerimisseade**, mis hoiab Kjeldahli kolbi (5.2) kaldasendis, kuumutusseadmega, mis ei kuumuta seda kolvi osa, mis jääb vedelikupiirist ülespoole.
- 5.4. Sirge sisemise toruga **jahuti**.
- 5.5. Jahuti (5.4) alumise otsa külge kas klaaslihvi või kummivoolikuga ühendatud **vastuvõtjaga allonž**. Kui kasutatakse kummivoolikut, peavad klaasdetailide otsad olema lähestikku.
- 5.6. **Pritsmepüüdja**, mis on pehmete, tihedaltistuvate kummist või muust sobivast materjalist korkide abil kinnitatud Kjeldahli kolvi (5.2) ja jahuti (5.4) külge.
- 5.7. **Kooniline kolb** mahuga 500 ml.
- 5.8. **Mõõtsilindrid** mahtudega 50 ja 100 ml.
- 5.9. **Bürett** mahuga 50 ml, gradueeritud 0,1 ml vahedega.
- 5.10. **Keemistsentrid:**
- 5.10.1. Digereerimiseks: väikesed kõva portselani tükid või klaashelmed.
- 5.10.2. Destilleerimiseks: äsja kaltsineeritud pimsitükid.
6. TÖÖ KÄIK
- 6.1. **Analüüsiproovi ettevalmistamine.**
- Vastavalt üldsätete punktis 1.2 kirjeldatule.

6.2. Ammoniaakalse lämmastiku sisalduse kontroll

Kui kahtlustatakse ammooniumkaseinaadi või muude ammooniumühendite olemasolu proovis, viiakse läbi järgnev kontrollkatse. 1 g proovile väikeses koonilises kolvis lisatakse 10 ml vett ja 100 mg magneesiumoksiidi. Seinte külge jäänud magneesiumoksiid pestakse lahusesse ja suletakse kolb korgist korgiga, asetades korgi ja kolvikaela vahele tükikese niisutatud punast lakmuspaberit. Kolvi sisu segatakse ettevaatlikult ja kuumutatakse kolbi veevannil temperatuuril 60 kuni 65 °C juures. Kui lakmuspaber 15 minuti jooksul siniseks värvub, sisaldab proov ammoniaaki ja meetodit ei saa kasutada. (vt punkt 1).

6.3. Pimekatse

Samaaegselt lämmastiku määramisega proovis viiakse läbi pimekatse kasutades proovi asemel 0,5 grammi sahharoosi (4.4), sama aparatuuri, samu reaktiivikoguseid ja sama protseduuri nagu kirjeldatud punktis 6.5. Kui pimekatsel kulub tiitrimiseks rohkem kui 0,5 ml 0,1 mol/l hapet, tuleb reaktiive kontrollida ja ebaühtad reaktiivid puhastada või asendada.

6.4. Analüüsiv kogus

Kjeldahli kolbi (5.2) viiakse 0,3 kuni 0,4 grammi analüüsivat proovi (6.1) kaalutuna 0,1 mg täpsusega.

6.5. Määramine

6.5.1. Kolbi pannakse mõned portselanitükid või klaashelmed (5.10.1) ja umbes 10 grammi veevaba kaaliumsulfaati (4.2).

Lisatakse 0,2 g vask(II)sulfaati (4.3) ja loputatakse see vähesse veega kolvikaelast alla. Lisatakse 20 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.1). Kolvi sisu segatakse.

Kolbi kuumutatakse õrnalt digereerimisaparaadil (5.3), kuni vahutamine on lõppenud, keedetakse õrnalt, kuni lahus on selge ja rohekassinine toon püsima jääb. Kuumutamise ajal loksutatakse kolbi aeg-ajalt ringliigutustega.

Keetmist jätkatakse, reguleerides kuumust, nii et keemisaaurud kondenseeruksid kolvi kaelal. Keetmist jätkatakse 90 minutit, vältides lokaalset ülekuumenemist.

Lastakse jahtuda toatemperatuurini. Ettevaatlikult lisatakse umbes 200 ml vett ja mõned pimsitükid (5.10.2). Segatakse ja jahutatakse jälle.

6.5.2. Koonilise kolbi (5.7) viiakse 50 ml boorhappelahust (4.5) ja 4 tilka indikaatorsegu (4.8). Segatakse. Kooniline kolb asetatakse jahuti (5.4) alla, nii et allonzi ots jääb allapoole lahusepinda. Mõõtsilindri (5.8) abil lisatakse Kjeldahli kolbi 80 ml naatriumhüdroksiidi lahust (4.6). Lisamise juures hoitakse kolbi kaldasendis, nii et hüdroksiidilahus voolab mööda kolviseina põhja ja moodustab seal põhjakihi.

Kohe ühendatakse Kjeldahli kolb pritsmepüüdja (5.6) abil jahutiga.

Kjeldahli kolbi keerutatakse ettevaatlikult, et sisu läbi segada. Algul keedetakse ettevaatlikult, vältides vahutamist. Destillatsiooni jätkatakse, nii et umbes 30 minutiga koguneks 150 ml destillaati. Destillaadi temperatuur peaks olema alla 25 °C. Umbes 2 minutit enne destillatsiooni lõppu lastakse koonilist kolbi allapoole, nii et allonzi ots ei ole enam allpool happelahuse pinda, ja pestakse allonzi otsa vähesse veega. Kuumutamine lõpetatakse, allonž eemaldatakse ja teda pestakse seest ja väljast vähesse veega, kogudes pesuveed koonilise kolbi.

6.5.3. Kasutades vesinikkloriidhappe volümeetrilist standardlahust (4.7), tiitritakse destillaati koonilises kolvis.

7. TULEMUSTE ESITAMINE

7.1. Valem ja arvutusmeetod

Proovi valgusisaldus väljendatuna massiprotsentides leitakse vastavalt valemile:

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

kus:

V_1 on proovi tiitrimisel (6.5) kulunud vesinikkloriidhappe volümeetrilise standardlahuse (4.7) ruumala milliliitrites;

V_2 on pimekatsel tiitrimisel (6.3) kulunud vesinikkloriidhappe volümeetrilise standardlahuse (4.7) ruumala milliliitrites;

T on vesinikkloriidhappe volümeetrilise standardlahuse molaarne kontsentratsioon;

m on analüüsitava proovikoguse mass grammides.

Valgusisaldus väljendatakse 0,1 % täpsusega.

7.2. Korratavus

Tulemuste erinevus kahel üheaegsel või vahetult üksteisele järgneval määramisel samast proovist, samadel tingimustel ja sama analüüsija poolt ei tohi erineda rohkem kui 0,5 grammi valgusisalduse võrra 100 grammi saaduse kohta.

Käesolev korratavuskriteerium tuleb saavutada 95 protsendil käesoleva meetodi korrektsel rakendamisel juhtudest.

3. MEETOD

TIITRITAVA HAPPELISUSE MÄÄRAMINE

1. REGULEERIMISALA

Käesolev meetod võimaldab määrata tiitritava happelisuse:

— happekaseiinides.

2. MÄÄRATLUS

Tiitritav happelisus happekaseiinides: 1 grammi saaduse vesiekstrakti neutraliseerimiseks vajaliku naatriumhüdroksiidi 0,1 mol/l standardlahuse maht milliliitrites.

3. PÕHIMÕTE

Proovist valmistatakse 60 °C juures vesiekstrakt ja filtreeritakse see. Filtraati tiitritakse naatriumhüdroksiidi standardlahusega kasutades fenoolftaleiinindikaatorit.

4. REAKTIIVID

Kõik käesoleva meetodi protseduuriosas või reaktiivide valmistamisel kasutatav vesi peab olema enne kasutamist 10 minutilise keetmisega süsinikdioksiidist vabastatud.

4.1. Naatriumhüdroksiidilahus, 0,1 mol/l.

4.2. Fenoolftaleiinindikaatorilahus, 10 g/l etanoolis (95 % V/V), neutraliseeritud vastavalt indikaatorile.

5. SEADMED

5.1. Analüütilised kaalud.

5.2. Kooniline kolb mahuga 500 ml, lihviga ja sobiva lihvkorgiga.

5.3. Mõõtpipett, mahuga 100 ml.

5.4. Pipett, sobiv 0,5 ml indikaatorilahuse (4.2) mõõtmiseks.

5.5. Kooniline kolb mahuga 250 ml.

5.6. Mõõtsilinder mahuga 250 ml.

5.7. Bürett, gradueeritud 0,1 ml vahedega.

5.8. Vesivann, võimalusega reguleeritud temperatuuriks 60 °C ± 2 °C.

5.9. Sobiv filter

6. TÖÖ KÄIK

6.1. Analüüsiproovi ettevalmistamine.

Vastavalt üldsätete punktis 1.2 kirjeldatule.

6.2. **Analüüsitav kogus**

Umbes 10 grammi analüüsitavast proovist (6.1) kaalutakse 10 mg täpsusega ja viiakse koonilisse kolbi (5.2).

6.3. **Määramine**

Kasutades 250 ml mõõtsilindrit (5.6) lisatakse proovile 200 ml äsja keedetud ja jahutatud vett, mis on eelkuumutatud temperatuurini 60 °C. Kolb suletakse, loksutatakse ringiratast ja pannakse 30 minutiks vesivannile 60°C juures (5.8). Kolbi loksutatakse umbes 10 minutiliste vahedega.

Ekstrakt filtreeritakse ja jahutatakse filtraat temperatuurini 20 °C. Filtraat peab olema selge.

Mõõtpipeti (5.3) abil viiakse 100 ml filtraati koonilisse kolbi (5.5). Kasutades pipetti (5.4) lisatakse 0,5 ml fenoolftaleiinindikaatorlahust (4.2). Lahust tiitritakse naatriumhüdroksiidi volümeetrilise standardlahusega (4.1), kuni õrna roosa tooni ilmnemiseni ning vähemalt 30 sekundiks püsima jäämiseni. Tiitritud ruumala määratakse 0,01 ml täpsusega.

7. TULEMUSTE ESITAMINE

7.1. **Valem ja arvutusmeetod**

Happelise kaseiini tiitritav happelisus leitakse vastavalt valemile:

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

kus:

V on tiitrimisel kulunud naatriumhüdroksiidi volümeetrilise standardlahuse (4.1) ruumala milliliitrites;

T on naatriumhüdroksiidi volümeetrilise standardlahuse (4.1) molaarne kontsentratsioon;

m on analüüsitava proovikoguse mass grammides.

Tiitritav happelisus väljendatakse kahe komakoha täpsusega.

7.2. **Korratavus**

Tulemuste erinevus kahel üheaegsel või vahetult üksteisele järgneval määramisel samast proovist, samadel tingimustel ja sama analüüsija poolt ei tohi erineda rohkem kui 0,02 ml 0,1 mol/l naatriumhüdroksiidilahuse ruumala võrra 1 grammi saaduse kohta.

Käesolev korratavuskriteerium tuleb saavutada 95 protsendil käesoleva meetodi korrektse rakendamise juhtudest.

4. MEETOD

TUHASISALDUSE (k.a P₂O₅) MÄÄRAMINE

1. REGULEERIMISALA

Käesolev meetod võimaldab määrata tuhasisalduse (k.a P₂O₅):

— happekaseiinides.

2. MÄÄRATLUS

Tuhasisaldus (k.a P₂O₅): käesoleva meetodiga määratav tuhakogus.

3. PÕHIMÕTE

Teatav kogus proovist tuhastatakse temperatuuril 825 °C ± 25 °C magneesiumatsetaadi juuresolekul, viimane peab siduma kõik orgaanilise fosfori. Lõplik tuhasisaldus leitakse jäägi kaalumisel ja magneesiumatsetaadist pärineva tuha massi lahutamisel.

4. REAKTIIVID

4.1. **Magneesiumatsetaattetraahüdraadi lahus**, 120 g/l. 120 g maneesiumatsetaattetraahüdraati [Mg(CH₃CO₂)₂·4H₂O] lahustatakse vees, lõpliku mahuni 1 liiter.

5. SEADMED

5.1. **Analüütilised kaalud.**5.2. **Mõõtpipett**, mahuga 5 ml.5.3. **Räni- või plaatinanõud**, diameetriga umbes 70 mm ja sügavusega 25–50 mm.5.4. **Kuivatusahi**, reguleeritav temperatuurile 102 °C ± 1 °C.5.5. **Elektriahi**, reguleeritav temperatuurile 825 °C ± 25 °C.5.6. **Keevaveevann**

5.7. **Eksikaator**, mis on varustatud äsjaaktiveeritud, veesisalduse indikaatoriga silikageeliga või ekvivalentse niiskuseabsorbeerijaga.

6. TÖÖ KÄIK

6.1. **Analüüsiproovi ettevalmistamine.**

Vastavalt üldsätete punktis 1.2 kirjeldatule.

6.2. **Nõude ettevalmistamine.**

Kaht nõud (A, B) (5.3) kuumutatakse ahjus (5.5) temperatuuril $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ 30 minutit. Nõudel lastakse mõnevõrra jahtuda, seejärel paigutatakse nad eksikaatorisse (5.7), lastakse jahtuda kaaluruumi temperatuurini ja kaalutakse 0,1 mg täpsusega.

6.3. **Analüüsitav kogus**

Umbes 3 g analüüsiproovist (6.1) kaalutakse 0,1 mg täpsusega otse ühte ettevalmistatud nõusse (A).

6.4. **Määramine**

Pipeti (5.2) abil lisatakse nõusse (A) täpselt 5 ml magneesiumatsetaadi lahust (4.1), nii et see märgab kogu analüüsitava koguse, ja lastakse nõul 20 minutit seista.

Teisele ettevalmistatud nõule (B) lisatakse pipeti (5.2) abil täpselt 5 ml magneesiumatsetaadi lahust (4.1).

Mõlema nõu (A ja B) sisu aurutatakse keevaveevannil (5.6) kuivaks.

Mõlemad nõud asetatakse 30 minutiks ahju (5.4) temperatuuril $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.

Nõu A koos sisuga kuumutatakse tasasel leegil, kuumutusplaadil või infrapunalampli all, kuni analüüsitav kogus on täielikult söestunud, hoolitsedes selle eest, et ta leegiga põlema ei süttiks.

Mõlemad nõud asetatakse elektriahju (5.5) temperatuuril $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ ning kuumutatakse vähemalt tund aega, kuni kogu süsi nõult A kadunud on. Mõlemal nõul lastakse mõnevõrra jahtuda, seejärel paigutatakse nad eksikaatorisse (5.7), lastakse jahtuda kaaluruumi temperatuurini ja kaalutakse 0,1 mg täpsusega.

Kuumutamist elektriahjus (5.5) umbes 30 minuti jooksul, jahutamist ja kaalumist korratakse niikaua, kuni mass jääb 1 mg täpsusega konstantseks või hakkab kasvama. Kirja pannakse väikseim mass.

7. TULEMUSTE ESITAMINE

7.1. **Arvutusmeetod**

Tuhasisaldus (k.a P_2O_5), väljendatuna massiprotsendina, leitakse vastavalt valemile:

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

kus:

m_0 analüüsitava koguse mass grammides;

m_1 nõu A ja jäägi mass grammides;

m_2 ettevalmistatud nõu A mass grammides;

m_3 nõu B ja jäägi mass grammides;

m_4 ettevalmistatud nõu B mass grammides.

Lõpptulemus väljendatakse 0,01 % täpsusega.

7.2. **Korratavus**

Tulemuste erinevus kahel üheaegsel või vahetult üksteisele järgneval määramisel samast proovist, samadel tingimustel ja sama analüüsija poolt ei tohi erineda rohkem kui 0,1 grammi võrra 100 grammi saaduse kohta.

Käesolev korratavuskriteerium tuleb saavutada 95 protsendil käesoleva meetodi korrektse rakendamise juhtudest.

5. MEETOD

TUHASISALDUSE (k.a P₂O₅) MÄÄRAMINE

1. REGULEERIMISALA

Käesolev meetod võimaldab määrata tuhasisalduse (k.a P₂O₅):

— laabikaseiinis.

2. MÄÄRATLUS

Tuhasisaldus (k.a P₂O₅): käesoleva meetodiga määratav tuhakogus.

3. PÕHIMÕTE

Teatav kogus proovist tuhastatakse temperatuuril 825 °C ± 25 °C konstantse massini. Lõplik tuhasisaldus leitakse jäägi kaalumisel ja väljendatakse massiprotsendina proovi massist.

4. SEADMED

4.1. Analüütilised kaalud.

4.2. **Räni- või plaatinanõud**, diameetriga umbes 70 mm ja sügavusega 25–50 mm.

4.3. **Elektriahhi**, õhuvahetusega, reguleeritav temperatuurile 825 °C ± 25 °C.

4.4. **Eksikaator**, mis on varustatud äsjaaktiveeritud, veesisalduse indikaatoriga silikageeliga või ekvivalentse niiskuseabsorbeerijaga.

5. TÖÖ KÄIK

5.1. Analüüsiproovi ettevalmistamine.

Vastavalt üldsätete punktis 1.2 kirjeldatule.

5.2. Nõude ettevalmistamine.

Nõu (4.2) kuumutatakse elektriahjus (4.3) temperatuuril 825 °C ± 25°C 30 minutit. Nõul lastakse mõnevõrra jahtuda, seejärel paigutatakse ta eksikaatorisse (4.4), lastakse jahtuda kaaluruumi temperatuurini ja kaalutakse 0,1 mg täpsusega.

5.3. Analüüsitav kogus

Umbes 3 g analüüsiproovist (5.1) kaalutakse 0,1 mg täpsusega otse ettevalmistatud nõusse.

5.4. Määramine

Nõu koos sisuga kuumutatakse tasasel leegil, kuumutusplaadil või infrapunalampli all, kuni analüüsitav kogus on täielikult söestunud, hoolitsedes selle eest, et ta leegiga põlema ei süttiks.

Nõu asetatakse elektriahju (4.3) temperatuuril 825 °C ± 25 °C ning kuumutatakse vähemalt tund aega, kuni kogu süsi nõult kadunud on. Nõul lastakse mõnevõrra jahtuda, seejärel paigutatakse ta eksikaatorisse (4.4), lastakse jahtuda kaaluruumi temperatuurini ja kaalutakse 0,1 mg täpsusega.

Kuumutamist elektriahju (4.3) umbes 30 minuti jooksul, jahutamist ja kaalumist korratakse niikaua, kuni mass jääb 1 mg täpsusega konstantseks või hakkab kasvama. Kirja pannakse väikseim mass.

6. TULEMUSTE ESITAMINE

6.1. Valem ja arvutusmeetod

Proovi tuhasisaldus (k.a P₂O₅), väljendatuna massiprotsendina, leitakse vastavalt valemile:

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

kus:

m_0 analüüsitava koguse mass grammides;

m_1 nõu ja jäägi mass grammides;

m_3 ettevalmistatud nõu mass grammides.

Lõpptulemus väljendatakse 0,01 % täpsusega.

6.2. Korratavus

Tulemuste erinevus kahel üheaegsel või vahetult üksteisele järgneval määramisel samast proovist, samadel tingimustel ja sama analüüsija poolt ei tohi erineda rohkem kui 0,15 grammi võrra 100 grammi saaduse kohta.

Käesolev korratavuskriteerium tuleb saavutada 95 protsendil käesoleva meetodi korrektse rakendamise juhtudest.

6. MEETOD

pH MÄÄRAMINE

1. REGULEERIMISALA

Käesolev meetod võimaldab määrata pH:

— kaseinaatides.

2. MÄÄRATLUS

Kaseinaatide pH: käesoleva meetodiga määratud kaseinaatide vesilahuse pH temperatuuril 20 °C.

3. PÕHIMÕTE

pH elektromeetriline määramine pH meetri abil kaseinaadi vesilahuses.

4. REAKTIIVID

Kõik käesoleva meetodi protseduuride raames (6) või reaktiivide valmistamisel kasutatav vesi peab olema äsjadestilleeritud vesi, mis on kaitstud süsinikdioksiidi absorbeerumise eest.

4.1. Puhverlahused, pH-meetri (5.2) kalibreerimiseks.

Kaks standardpuhverlahust, mille pH-d temperatuuril 20 °C on teada kahe komakoha täpsusega ja ümbritsevad uuritava proovi pH-d pH skaalal mõlemalt poolt, näiteks ftalaatpuhverlahus pH-ga umbes 4 ja boorakspuhverlahus pH-ga umbes 9.

5. SEADMED

5.1. **Kaalud**, täpsusega 0,1 grammi.

5.2. **pH-meeter** minimaalse tundlikkusega 0,05 pH ühikut ja sobivalt kalibreeritud elektroodiga, näiteks klaaselektroodiga ja kalomel- või muu võrdluselektroodiga.

5.3. **Termomeeter**, täpsusega 0,5 °C.

5.4. **Kooniline kolb** mahuga 100 ml ja korraliku klaasist lihvkorgiga.

5.5. **Keeduklaas** mahuga 50 ml.

5.6. **Segaja**

5.7. **Keeduklaas** segaja (5.6) jaoks, mahuga vähemalt 250 ml.

6. TÖÖ KÄIK

6.1. Analüüsiproovi ettevalmistamine.

Vastavalt üldsätete punktis 1.2 kirjeldatule.

6.2. Määramine**6.2.1. pH-meetri kalibreerimine**

Puhverlahused (4.1) viiakse temperatuurile 20 °C ja kalibreeritakse pH-meeter vastavalt tootja juhenditele.

MÄRKUSED

1. Kalibreerimine tuleks läbi viia sellal, kui kolvid on 20 minutiks seisma pandud (vt 6.2.2).
2. Prooviseeriade analüüsimisel tuleks pH-meetri kalibratsiooni kontrollida ühe või enama puhverlahusega vähemalt iga 30 minuti tagant.

6.2.2. Analüüsilahuste ettevalmistamine

Keeduklaasi (5.7) viiakse 95 ml vett, lisatakse 5,0 grammi uuritavat proovi (6.1) ja segatakse segaja (5.6) abil 30 sekundit.

Lastakse klaasiga kaetuna seista vähemalt 20 minutit ligikaudu 20 °C juures.

6.2.3. pH määramine

6.2.3.1. Umbes 20 ml lahust valatakse keeduklaasi (5.5) ja määratakse viivitamata vedeliku pH, kasutades pH-meetrit (5.2), mille klaaselektrood on eelnevalt hoolikalt veega loputatud.

6.2.3.2. Määratakse pH.

7. TULEMUSTE ESITAMINE**7.1. pH jäädvustamine**

Kaseinaadi vesilahuse pH-na pannakse pH meetri osutinäit vähemalt kahe komakohaga kirja.

7.2. Korratavus

Tulemuste erinevus kahel üheaegsel või vahetult üksteisele järgneval määramisel samast proovist, samadel tingimustel ja sama analüüsija poolt ei tohi erineda rohkem kui 0,05 pH ühikut.

Käesolev korratavuskriteerium tuleb saavutada 95 protsendil käesoleva meetodi korrektse rakendamise juhtudest.
