

31985L0503

L 308/12

ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV

20.11.1985

PRVÁ SMERNICA KOMISIE
z 25. októbra 1985
o analytických metódach jedlých kazeínov a kazeinátov
(85/503/EHS)

KOMISIA EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho hospodárskeho spoločenstva,

so zreteľom na smernicu Rady 83/417/EHS z 25. júla 1983 o aproximácii právnych predpisov členských štátov týkajúcich sa niektorých laktoproteínov (kazeínov a kazeinátov) určených na ľudskú spotrebu⁽¹⁾, najmä na jej článok 9 písm. b),

keďže článok 9 písm. b) smernice 83/417/EHS vyžaduje, aby sa ustanovili analytické metódy spoločenstva na kontrolu zloženia určitých jedlých kazeínov a kazeinátov;

keďže je možné prijať počiatočné série metód, ktorých štúdie boli ukončené;

keďže opatrenia nachádzajúce sa v tejto smernici sú v súlade so stanoviskom Stáleho výboru pre potraviny,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

Členské štáty prijímú všetky opatrenia, ktoré sú nevyhnutné na zabezpečenie, aby analýzy, ktoré sú potrebné na overenie

kritérií stanovených v prílohe I, boli vykonané v súlade s metódami popísanými v prílohe II.

Článok 2

Členské štáty prijímú zákony, iné právne predpisy a správne opatrenia, ktoré je potrebné zosúladiť s touto smernicou najneskôr do 1. mája 1987. Okamžite o tom informujú Komisiu.

Článok 3

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

V Bruseli 25. októbra 1985

Za Komisiu
COCKFIELD
podpredseda

⁽¹⁾ Ú. v. ES L 237, 26.8.1983, s. 25.

PRÍLOHA I

ROZSAH ANALYTICKÝCH METÓD PRE JEDLÉ KAZEÍNY A KAZEINÁTY PODĽA PRVEJ SMERNICE RADY**I. Všeobecné ustanovenia****II. Stanovenie vlhkosti v:**

- kyslých kazeínoch za použitia metódy 1, príloha II
- syridlových kazeínoch za použitia metódy 1, príloha II
- kazeinátoch za použitia metódy 1, príloha II

III. Stanovenie obsahu bielkovín v:

- kyslých kazeínoch za použitia metódy 2, príloha II
- syridlových kazeínoch za použitia metódy 2, príloha II
- kazeinátoch za použitia metódy 2, príloha II

IV. Stanovenie titračnej kyslosti v:

- kyslých kazeínoch za použitia metódy 3, príloha II

V. Stanovenie popola (vrátane P_2O_5) v:

- kyslých kazeínoch za použitia metódy 4, príloha II
- syridlových kazeínoch za použitia metódy 5, príloha II

VI. Stanovenie pH v:

- kazeinátoch za použitia metódy 6, príloha II
-

PRÍLOHA II

ANALYTICKÉ METÓDY ZLOŽENIA JEDLÝCH KAZEÍNOV A KAZEINÁTOV

VŠEOBECNÉ USTANOVENIA

1. PRÍPRAVA VZORKY PRE ANALÝZU

1.1. Všeobecne

Hmotnosť vzorky pre laboratórnu analýzu je aspoň 200 gramov.

1.2. Príprava vzorky pre laboratórnu analýzu

1.2.1. Dôkladne premiešajte a rozdrvte všetky hrudky atď., v laboratórnej vzorke opakovaným trepaním a obracanim nádoby [ak je potrebné, vložte celú laboratórnu vzorku do vzduchotesnej nádoby, ktorá má dostatočnú kapacitu (dvojnásobok objemu vzorky), aby sa dala táto operácia vykonať].

1.2.2. Vložte reprezentatívnu dávku vzorky, t.j. okolo 50 gramov dokonale premiešanej laboratórnej vzorky (1.2.1.) do testovacieho sita (3.3.).

1.2.3. Ak 50 gramové množstvo celkom alebo takmer celkom prejde (aspoň 95 % váhy) cez sito (3.3.), použite pre stanovenie vzorku pripravenú podľa bodu 1.2.1.

1.2.4. V opačnom prípade zomleťte 50 gramovú dávku použitím zariadenia na mletie (3.4), pokiaľ vzorka nebude zodpovedať kritériu prechodu cez sieť (1.2.3). Okamžite premiestnite celú vzorku preosiatu cez sito do vzduchotesnej nádoby, ktorá má dostatočnú kapacitu (dvojnásobok objemu vzorky) a dôkladne premiešajte opakovaným trepaním a obracanim. Zabráňte, aby počas týchto operácií vznikla nejaká zmena v obsahu vlhkosti produktu.

1.2.5. Po príprave testovanej vzorky by sa čo najskôr malo uskutočniť stanovenie.

1.3. Nádoby

Vzorka sa vždy skladuje vo vzduchotesnej nádobe, ktorá zabraňuje prieniku vlhkosti.

2. CHEMICKÉ ČINIDLÁ

2.1. Voda

2.1.1. Kdekoľvek sa hovorí o vode na rozpúšťanie, zriedovanie alebo umývanie, použije sa destilovaná voda alebo demineralizovaná voda prinajmenšom ekvivalentnej čistoty.

2.1.2. Kdekoľvek sa hovorí o „roztoku“ alebo „zriedovaní“ bez ďalšieho vysvetlenia, myslí sa „roztok vo vode“ alebo „zriedovanie vodou“.

2.2. Chemikálie

Všetky používané chemikálie majú známu analytickú kvalitu pre reagenty, ak nie je inak špecifikované.

3. ZARIADENIA

3.1. Zoznam zariadení

Zoznam zariadení obsahuje iba položky so špecifickým použitím a položky na konkrétnu špecifikáciu.

3.2. Analytické váhy

Analytické váhy znamenajú váhy umožňujúce váženie s presnosťou aspoň 0,1 mg.

3.3. Testovacie sito

Testovacie sitá, ktoré sa majú používať, majú byť vybavené vrchnákom o priemere 200 mm, majú byť z drôteného pletiva s menovitým rozmerom sita 500 µm. Tolerancia rozmeru a priemer drôtu sú také, ako udáva ISO 3310/1. (Testovacie sitá – Technické požiadavky a testovanie – Časť 1: Kovové drôtené pletivo. ISO 3310/1 – 1975).

Sitá majú byť vybavené nádržou.

3.4. Zariadenie na mletie

Na mletie laboratórnej vzorky, ak je potrebné (pozri 1.2.4) bez vzniku nadmerného tepla a bez straty alebo absorpcie vlhkosti, kladivový mlyn sa nepoužije.

4. VYJADRENIE VÝSLEDKOV

4.1. **Výsledky**

Výsledky uvedené v analytickej správe majú vyjadrovať výsledky, ktoré sa získali z dvoch stanovení zodpovedajúcim kritériám reprodukovateľnosti pre danú metódu.

4.2. **Percentuálny výpočet**

Ak nie je inak špecifikované, výsledok sa počíta ako hmotnostné percento vzorky.

5. ZÁZNAM Z TESTU

V zázname z testu sa uvádza aká metóda sa použila, ako aj výsledky, ktoré sa dosiahli. Okrem toho sa spomenú všetky detaily procedúry, ktoré neboli špecifikované v analytickej metóde, alebo tie, ktoré boli voliteľné, ako aj všetky okolnosti, ktoré mohli ovplyvniť dosiahnuté výsledky. Záznam z testu poskytuje všetky informácie, ktoré sú potrebné ku kompletnej identifikácii vzorky.

METÓDA 1

STANOVENIE OBSAHU VLHKOSTI

1. ROZSAH A OBLASŤ APLIKÁCIE

Pomocou tejto metódy sa stanovuje obsah vlhkosti v:

- kyslých kazeínoch
- syridlových kazeínoch
- kazeinátach.

2. DEFINÍCIA

Obsah vlhkosti v kazeínoch a kazeinátach: strata hmotnosti, ako je stanovené predpísanou metódou.

3. PRINCÍP

Zostatková hmotnosť testovanej dávky je stanovená po vysušení pri atmosferickom tlaku v peci pri $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, kým nedosiahneme konštantnú hmotnosť. Strata hmotnosti sa vypočíta ako hmotnostné percento vzorky.

4. PRÍSTROJE

4.1. **Analytické váhy**

4.2. **Nádoby**, ktoré majú ploché dno a sú z materiálu, ktorý nepodlieha korózii v podmienkach testu napr. nikel, hliník, nehrdzavejúca oceľ alebo sklo. Nádoby musia mať vrchnák, ktorý tesne prilieha, ale ktorý je možno ľahko odstrániť. Vhodné rozmery sú: priemer 60 – 80 mm a hĺbka okolo 25 mm.

4.3. **Sušiča pec pri atmosferickom tlaku**, dobre vetrateľná, termostaticky kontrolovaná, s reguláciou teploty (pri $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$). Teplota by mala byť rovnomerná v celej peci.

4.4. **Exsikátor**, ktorý obsahuje čerstvo aktivovaný silikagél s indikátorom obsahu vody alebo ekvivalentný desikant.

4.5. **Vhodné zariadenie na manipuláciu s nádobami**, napr. laboratórne kliešte.

5. POSTUP

5.1. **Príprava testovanej vzorky**

Ako je popísané v časti 1.2 všeobecných ustanovení.

- 5.2 **Príprava misky**
- 5.2.1 Neuzavretá miska (4.2) sa zahrieva aj s vrchnákom v sušiarňi(4.3) pri teplote $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ po dobu najmenej 1 h.
- 5.2.2 Uzavretá miska sa ochladí v exsikátore (4.4) na teplotu miestnosti a odváži sa s presnosťou na 0,1 mg (m_0).
- 5.3 **Testovaná dávka**
- Do misky sa prenese 3 až 5 g analytickej dávky, miska sa prikryje vrchnákom a odváži sa s presnosťou na 0,1 mg (m_1).
- 5.4 **Stanovenie**
- 5.4.1 Neuzavretá miska sa umiestni aj s vrchnákom do sušiarne (4.3) vyhriatej na $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ a suší sa 4 hodiny.
- 5.4.2 Miska sa uzavrie a okamžite vloží do exsikátora, nechá sa vychladnúť na teplotu miestnosti a odváži sa s presnosťou na 0,1 mg.
- 5.4.3 Neuzavretá miska sa opakovane zahrieva s vrchnákom položeným vedľa po dobu 1 h. Opakuje sa postup popísaný v 5.4.2.
- 5.4.4. Ak je rozdiel hmotností získaný podľa 5.4.3 menší ako hmotnosť podľa 5.4.2 o viac ako 1 mg, opakuje sa postup 5.4.3.
- Ak sa zistí zvýšenie hmotnosti, použije sa pre výpočet najnižšia hmotnosť.
- Konečná hmotnosť sa zaznamená ako m_2 . Doba úplného vysušenia dávky by nemala za normálnych okolností prekročiť 6 hodín.

6. VYJADRENIE VÝSLEDKOV

6.1. Metóda výpočtu

Úbytok hmotnosti vysušením dávky vyjadrený ako percento hmotnosti je daný:

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

kde:

m_0 = hmotnosť misky a vrchnáku, podľa 5.2, v g;

m_1 = hmotnosť misky, vrchnáku a testovanej dávky pred sušením, podľa 5.3, v g;

m_2 = hmotnosť misky, vrchnáku a testovanej dávky po vysušení v g (podľa 5.4.3 a 5.4.4).

Strata sušenia sa vypočíta s presnosťou na 0,01 %.

6.2 Reprodukovateľnosť

Rozdiel výsledkov dvoch stanovení na tej istej dávke uskutočnených súbežne alebo bezprostredne za sebou tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 0,1 g vody na 100 g výrobku.

Údaj reprodukovateľnosti by sa mal vyjadriť s 95 % pravdepodobnosťou.

METÓDA 2

STANOVENIE OBSAHU BIELKOVÍN

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Touto metódou sa stanovuje obsah bielkovín v:

- kyslých kazeínov,
- syridlových kazeínov,
- kazeinátov,

okrem tých, ktoré obsahujú amónne kazeináty alebo iné amónne alebo dusíkaté nebielkovinové zložky.

2. DEFINÍCIA

Obsah bielkovín: obsah dusíka ako je stanovený predpísanou metódou a potom násobený 6,38 a vyjadrený ako hmotnostné percento.

3. PRINCÍP

Testovaná dávka je rozpustená v zmesi síranu draselného a kyseliny sírovej v prítomnosti síranu mednatého ako katalyzátora, aby sa premenil organický dusík na amoniakový dusík. Amoniak je destilovaný a absorbovaný do roztoku kyseliny boritej a potom titrovaný štandardným roztokom kyseliny chlorovodíkovej. Obsah dusíka je prevedený na obsah bielkovín násobkom 6,38.

4. CHEMICKÉ ČINIDLÁ

4.1. **Kyselina sírová, koncentrovaná**, S_2O 1,84 g/ml.

4.2. **Síran draselný, bezvodý** (K_2SO_4).

4.3. **Síran (II) meďnatý pentahydrát** ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$).

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

4.5. **Kyselina boritá**, roztok 40-g/l.

4.6. **Hydroxid sodný**, koncentrovaný vodný roztok 30 % (m/m), bezuhličitanový.

4.7. **Kyselina chlorovodíková**, 0,1 mol/l.

4.8. **Zmiešaný indikátor**. Zmiešajte rovnaké objemy 2 g/l roztoku metylčervene v aspoň 95 % (V/V) etanole a 1 g/l roztoku metylénovej modrej v aspoň 95 % (V/V) etanole.

5. PRÍSTROJE

5.1. **Analytické váhy**

5.2. **Kjehdalová banka** s objemom 500 ml.

5.3. **Prístroj na rozpúšťanie**, v ktorom je Kjehdalová banka (5.2.) v naklonenej polohe a s vyhrievacím zariadením, ktoré nebude vyhrievať časť banky nad povrchom kvapaliny, ktorú obsahuje.

5.4. **Kondenzátor** s priamou vnútornou trubicou.

5.5. **Vypúšťacia trubica s bezpečnostnou bankou** pripojenou k spodnej časti kondenzátora (5.4.) za pomoci zábrusného spoja alebo gumovej hadice. Ak sa používa gumová hadica, musia byť sklenené konce blízko pri sebe.

5.6. **Rozstrekovacia hlava** pripojená ku Kjehdalovej banke (5.2.) a ku kondenzátoru (5.4.) pomocou mäkkej tesniacej gumeny alebo iného vhodného tesnenia.

5.7. **Erlenmayerova banka** s objemom 500 ml.

5.8. **Odmerné valce** s 50 ml a 100 ml objemom.

5.9. **Byreta** s 50 ml objemom, delená po 0,1 ml.

5.10. **Varné pomôcky:**

5.10.1. Pre rozpúšťanie: malé kúsky tvrdého porcelánu alebo sklenené guľičky.

5.10.2. Pre destiláciu: čerstvo vypálené kúsky pemzy.

6. POSTUP

6.1. **Príprava testovanej vzorky**

Ako je popísané v časti 1.2 všeobecných ustanovení.

6.2. Test na prítomnosť amónneho dusíka

Ak je podozrenie na prítomnosť amónneho kazeinátu alebo iných amónnych zložiek, preveďte nasledujúci test. Pridajte k 1 gramu vzorky v malej Erlenmayerovej banke 10 ml vody a 100 mg oxidu horečnatého. Spláchnite všetok oxid horečnatý, ktorý zostal prilepený na stenách, zatvorte banku korkovou zátkou, pripevnite kúsok vlhkého červeného lakmusového papierika medzi zátku a hrdlo banky. Opatrne premiešajte obsah banky a zohrejte banku na vodnom kúpeli pri 60 až 65 °C. Ak sa lakmusový papierik zafarbí v priebehu 15 minút na modro, amoniak je prítomný a nemôžeme použiť metódu (pozri časť 1).

6.3. Slepý test

V rovnakom čase ako stanovenie obsahu dusíka, preveďte slepý test s použitím 0,5 gramu sacharózy (4.4) namiesto testovanej dávky, použite rovnaký prístroj, rovnaké množstvá chemických činidiel a rovnaký postup, ako je popísané v bode 6.5. Ak titrácia pri slepom teste presahuje 0,5 ml 0,1 mol/l kyseliny, chemické činidlá sa skontrolujú a nečisté chemické činidlo alebo chemické činidlá sa prečistia alebo nahradia.

6.4. Testovaná dávka

Vložte do Kjedhalovej banky (5.2) 0,3 až 0,4 gramu testovanej vzorky (6.1) odváženú s presnosťou na 0,1 mg.

6.5. Stanovenie

6.5.1. Vložte do banky zopár kúskov porcelánu alebo niekoľko sklenených guľčiek (5.10.1) a okolo 10 gramov bezvodého síranu draselného (4.2).

Pridajte 0,2 g síranu meďnatého (4.3) a zmyte hrdlo banky malým množstvom vody. Pridajte 20 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.1). Premiešajte obsah banky.

Pomaly zahrievajte v prístroji na rozpúšťanie (5.3) pokiaľ sa neprestane peniť, varte pomaly, pokiaľ nie je roztok číry a nezostane bledozelenomodrej farby. Počas varu príležitostne zakrúžte bankou.

Pokračujte vo vare, regulujte teplotu tak, aby výpary kondenzovali v prostriedku hrdla banky. Pokračujte v zahrievaní počas 90 minút a vyhnite sa miestnemu prehriatiu.

Nechajte vychladnúť pri laboratórnej teplote. Opatrne pridajte asi 200 ml vody a zopár kúskov pemzy (5.10.2) Zamiešajte a ochladzujte ďalej.

6.5.2. Vlejte do Erlenmayerovej banky (5.7) 50 ml roztoku kyseliny bóritej (4.) a štyri kvapky indikátora (4.8). Premiešajte. Položte Erlenmayerovu banku pod kondenzátor (5.4) tak, aby koniec vypúšťacej trubice (5.5) bol ponorený do roztoku kyseliny bóritej. Za použitia odmerného valca (5.8) pridajte do Kjedhalovej banky 80 ml roztoku hydroxidu sodného (4.6). Počas tejto operácie nechajte banku v naklonenej polohe tak, aby roztok hydroxidu sodného stiekol po boku banky a vytvoril spodnú vrstvu.

Okamžite pripojte Kjedhalovu banku ku kondenzátoru pomocou rozstrekovacej hlavy (5.6).

Jemne krúžte Kjedhalovou bankou, aby ste premiešali jej obsah. Najprv pomaly varte a vyhnite sa peneniu. Pokračujte v destilácii tak, aby sa zozbieralo 150 ml destilátu za približne 30 minút. Destilát musí mať teplotu pod 25 °C. Asi dve minúty pred koncom destilácie znížte Erlenmayerovu banku tak, aby koniec vypúšťacej trubice nebol viac ponorený do roztoku kyseliny a opláchnite koniec malým množstvom vody. Zastavte zahrievanie, odstráňte vypúšťaciu trubicu a opláchnite jej vonkajšie aj vnútorné steny malým množstvom vody, pričom zachyťte vodu z oplachovania do Erlenmayerovej banky.

6.5.3. Titrujte destilát v Erlenmayerovej banke za použitia štandardného volumetrického roztoku kyseliny chlorovodíkovej (4.7).

7. VYJADRENIE VÝSLEDKOV

7.1. Vzorec a spôsob výpočtu

Obsah bielkovín vo vzorke vyjadrený ako hmotnostné percento je daný:

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

kde:

V_1 je objem roztoku štandardnej volumetrickej kyseliny chlorovodíkovej (4.7) použitého pri stanovení (6.5) v mililitroch;

V_2 je objem roztoku štandardnej volumetrickej kyseliny chlorovodíkovej (4.7.) použitého v slepom teste (6.3) v mililitroch;

T je intenzita roztoku štandardnej volumetrickej kyseliny chlorovodíkovej (4.7) v mol/l;

m je hmotnosť testovanej dávky v gramoch.

Vypočítajte obsah bielkovín s presnosťou na 0,1 %.

7.2 Reprodukovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení, ktoré sú prevedené simultánne alebo v rýchlom slede na tej istej vzorke tým istým analytikom za rovnakých podmienok, neprekročí 0,5 gramu bielkoviny na 100 gramov produktu.

Tento interval reprodukovateľnosti by sa mal dosiahnuť v 95 % prípadoch, keď je test správne vykonaný.

METÓDA 3

STANOVENIE TITRAČNEJ KYSLOSTI

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Metódou sa stanovuje titračná kyslosť:

— kyslých kazeínov.

2. DEFINÍCIA

Titračná kyslosť kyslých kazeínov: objem v mililitroch 0,1 mol/l štandardného roztoku hydroxidu sodného potrebného na neutralizáciu vodného extraktu 1 gramu produktu.

3. PRINCÍP

Získame vodný extrakt vzorky pri 60 °C a prefiltrujeme. Filtrát je titrovaný štandardným hydroxidom sodným za použitia fenolftaleínového indikátora.

4. CHEMICKÉ ČINIDLÁ

Voda, ktorá sa používa v metóde alebo pri príprave reagensí, je zbavená oxidu uhličitého 10 minútovým prevarením pred použitím.

4.1. **Roztok hydroxidu sodného:** 0,1 mol/l.

4.2. **Roztok fenolftaleínového indikátora,** 10g/l v etanole (95 % v/v) neutralizovaného na indikátor.

5. PRÍSTROJE

5.1. **Analytické váhy**

5.2. **Erlenmayerova banka** s objemom 500 ml so zábrusným hrdlom a vybavená zábrusnou sklenenou zátkou.

5.3. **Pipeta s jednou značkou** s objemom 100 ml.

5.4. **Pipeta** vhodná na meranie 0,5 ml roztoku indikátora (4.2).

5.5. **Erlenmayerova banka** s objemom 250 ml.

5.6. **Odmerný valec s objemom** 250 ml.

5.7. **Byreta** s delením po 0,1 ml.

5.8. **Vodný kúpeľ**, ktorý je možno regulovať pri teplote 60 °C ± 2 °C.

5.9. **Vhodný filter**

6. POSTUP

6.1. **Príprava testovanej vzorky**

Ako je popísané v časti 1.2 všeobecných ustanovení.

6.2. Testovacia dávka

Odvážte okolo 10 gramov testovanej vzorky (6.1) s presnosťou na 10 mg a vložte do Erlenmayerovej banky (5.2).

6.3. Stanovenie

Za použitia 250 ml odmerného valca (5.6) pridajte 200 ml čerstvo prevarenej a ochladenej vody predtým ohriatej na 60 °C. Zazátkujte banku, premiešajte krúžením a umiestnite do vodného kúpeľa pri 60 °C (5.8) na 30 minút. Potraďte bankou asi v 10 minútových intervaloch.

Prefiltrujte a ochlaďte filtrát na okolo 20 °C. Filtrát musí byť číry.

Vlejte 100 ml ochladeného filtrátu do Erlenmayerovej banky (5.5) za použitia pipety (5.3). Pridajte 0,5 ml roztoku fenolftaleínového indikátora (4.2) za použitia pipety (5.4). Titrujte štandardným volumetrickým roztokom hydroxidu sodného (4.1), pokiaľ sa neobjaví aspoň na 30 sekúnd slabá ružová farba. Stanovte a zaznamenajte použitý objem s presnosťou na 0,01 ml.

7. VYJADRENIE VÝSLEDKOV

7.1. Vzorec a spôsob výpočtu

Titračná kyslosť kyslého kazeínu je daná:

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

kde:

V je objem použitého roztoku štandardného volumetrického hydroxidu sodného (4.1) v mililitroch;

T je intenzita roztoku štandardného volumetrického hydroxidu sodného (4.1) v mol/l;

m je hmotnosť testovanej dávky v gramoch.

Vypočítajte titračnú kyslosť na dve desatinné miesta.

7.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel vo výsledkoch medzi dvomi stanoveniami vykonanými simultánne alebo v rýchlom slede na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 0,02 ml 0,1 mol/l hydroxidu sodného na 1 gram produktu.

Tento interval reprodukovateľnosti by sa mal dosiahnuť v 95 % prípadoch, keď je test správne vykonaný.

METÓDA 4

STANOVENIE POPOLA

(vrátane P₂O₅)

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Touto metódou sa stanovuje obsah popola (vrátane P₂O₅) v:

— kyslých kazeínoch.

2. DEFINÍCIA

Obsah popola (vrátane P₂O₅): obsah popola stanovený predpísanou metódou.

3. PRINCÍP

Dávka vzorky spálená pri 825 °C ± 25 °C v prítomnosti octanu horečnatého na viazanie všetkého fosforu organického pôvodu. Konečné množstvo popola vypočítame po odvážení zvyšku a odpočítaní hmotnosti popola, ktorý vznikol z octanu horečnatého.

4. CHEMICKÉ ČINIDLÁ

4.1. **Roztok tetrahydrátu octanu horečnatého**, 120 g/l. Rozpustíte 120 gramov tetrahydrátu octanu horečnatého [Mg (CH₃ CO₂)₂ 4H₂O] vo vode a doplníte do jedného litra vodou.

5. PRÍSTROJE

5.1. Analytické váhy

5.2. **Pipeta s jednou značkou**, 5 ml.

5.3. **Kremenné alebo platinové misky** s priemerom okolo 70 mm a 25 až 50 mm hlboké.

5.4. **Sušiacia pec** s možnosťou regulácie pri 102 °C ± 1 °C.

5.5. **Elektrická pecs** možnosťou regulácie pri 825 °C ± 25 °C.

5.6. **Vodný varný kúpeľ**

- 5.7. **Exsikátor** obsahujúci čerstvo aktivovaný silikagél s indikátorom obsahu vody alebo ekvivalentný desikant.
6. POSTUP
- 6.1. **Príprava testovanej vzorky**
- Ako je popísané v časti 1.2. všeobecných ustanovení.
- 6.2. **Príprava misiek**
- Nahrejte 2 misky A, B (5.3) v elektrickej peci (5.5) kontrolovanej pri $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ počas 30 minút. Nechajte misky trochu vychladnúť a potom vložte do exsikátora (5.7) pokým nedosiahnu teplotou miestnosti na váženie a odvážte s presnosťou na 0,1 mg.
- 6.3. **Testovaná dávka**
- Odvážte s presnosťou na 0,1 mg približne 3 gramy testovanej vzorky (6.1) priamo do jednej z pripravených misiek (A).
- 6.4. **Stanovenie**
- Za použitia pipety (5.2) pridajte do misky (A) presne 5 ml roztoku octanu horečnatého (4.1) tak, aby ste namočili testovanú dávku a nechajte stáť 20 minút.
- Do druhej pripravenej misky (B) pridajte pipetou (5.2) presne 5 ml roztoku octanu horečnatého (4.1).
- Odparte obsah oboch misiek (A a B) dosucha na vodnom kúpeli (5.6).
- Umiestnite obe misky do pece (5.4) kontrolovanej pri $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ na 30 minút.
- Nahrejte misku A s jej obsahom na malom plameni, horúcom variči alebo pomocou I/R lampy, pokiaľ nie je testovaná dávka kompletne zuhoľnatená, pričom dávajte pozor, aby nezačala horieť.
- Vložte obe misky do elektrickej pece (5.5) kontrolovanej pri teplote $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ a zahrievajte aspoň jednu hodinu, pokiaľ všetok uhlík nezmizne z misky A. Nechajte misky trochu vychladnúť a potom vložte do exsikátora (5.7), pokiaľ nedosiahnu teplotu miestnosti na váženie a odvážte s presnosťou na 0,1 mg.
- Opakujte zahrievanie počas približne 30 minút v elektrickej peci (5.5), ochladzovanie a váženie, pokiaľ nie je hmotnosť konštantná v rozmedzí 1 mg alebo nezačne vzrastať. Zaznamenajte minimálnu hmotnosť.
7. VYJADRENIE VÝSLEDKOV
- 7.1. **Metóda výpočtu a vzorec**
- Obsah popola vo vzorke, vrátane P_2O_5 , ako hmotnostné percento, je daný:
- $$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$
- kde:
- m_0 je hmotnosť testovanej dávky v gramoch;
- m_1 je hmotnosť misky A a zvyšku v gramoch;
- m_2 je hmotnosť pripravenej misky A v gramoch;
- m_3 je hmotnosť misky B a zvyšku v gramoch;
- m_4 je hmotnosť pripravenej misky B
- Vypočítajte konečný výsledok s presnosťou na 0,01 %.
- 7.2. **Reprodukovateľnosť**
- Rozdiel vo výsledkoch medzi dvomi stanoveniami vykonanými simultánne alebo v rýchlom slede na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 0,1 gramu na 100 gramov produktu.
- Tento interval reprodukovateľnosti by sa mal dosiahnuť v 95 % prípadoch, keď je test správne vykonaný.

METÓDA 5

STANOVENIE POPOLA

(vrátane P_2O_5)

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Touto metódou sa stanovuje obsah popola (vrátane P_2O_5) v:

— syridlovom kazeíne.

2. DEFINÍCIA

Obsah popola (vrátane P_2O_5): obsah popola stanovený predpísanou metódou.

3. PRINCÍP

Dávka vzorky spálená pri $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ na konštantnú hmotu. Zvyšok je odvážený a vypočíta sa ako hmotnostné percento vzorky.

4. PRÍSTROJE

4.1. Analytické váhy

4.2. **Kremenná alebo platinová miska** s priemerom okolo 70 mm a 25 až 50 mm hlboká.

4.3. **Elektrická pec** so vzduchovou cirkuláciou s možnosťou regulácie pri $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

4.4. **Exsikátor** obsahujúci čerstvo aktivovaný silikagél s indikátorom obsahu vody alebo ekvivalentný desikant.

5. POSTUP

5.1. Príprava testovanej vzorky

Ako je popísané v časti 1.2. všeobecných ustanovení.

5.2. Príprava misky

Nahrejte misku (4.2) v elektrickej peci (4.3) kontrolovanej pri $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ počas 30 minút. Nechajte nádobu trochu vychladnúť a potom vložte do exsikátora (4.4), pokiaľ nedosiahne teplotou miestnosti na váženie a odvážte s presnosťou na 0,1 mg.

5.3. Testovaná dávka

Odvážte s presnosťou na 0,1 mg približne 3 gramy testovanej vzorky (5.1) priamo do pripravenej misky.

5.4. Stanovenie

Nahrejte misku s jej obsahom na malom plameni, horúcom variči alebo pomocou I/R lampy, pokiaľ nie je testovaná dávka kompletne zuhoľnatená, pričom dávajte pozor, aby nezačala horieť.

Vložte misku do elektrickej pece (4.3) kontrolovanej pri teplote $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ a zahrievajte aspoň jednu hodinu, pokiaľ všetok uhlík nezmizne z nádoby. Nechajte nádobu trochu vychladnúť a potom vložte do exsikátora (4.4) pokiaľ nedosiahne teplotu miestnosti na váženie a odvážte s presnosťou na 0,1 mg.

Opakujte zahrievanie počas približne 30 minút v elektrickej peci (4.3), ochladzovanie a váženie, pokiaľ nie je hmotnosť konštantná v rozmedzí 1 mg alebo nezačne vzrastať. Zaznamenajte minimálnu hmotnosť.

6. VYJADRENIE VÝSLEDKOV

6.1. Metóda výpočtu a vzorec

Obsah popola vo vzorke, vrátane P_2O_5 , ako hmotnostné percento, je daný:

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

kde:

m_0 je hmotnosť testovanej dávky v gramoch;

m_1 je hmotnosť misky a zvyšku v gramoch;

m_2 je hmotnosť pripravenej misky v gramoch.

Vypočítajte konečný výsledok s presnosťou na 0,01 %.

6.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel vo výsledkoch medzi dvomi stanoveniami vykonanými simultánne alebo v rýchlom slede na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 0,15 gramu popola na 100 gramov produktu.

Tento interval reprodukovateľnosti by sa mal dosiahnuť v 95 % prípadoch, keď je test správne vykonaný.

METÓDA 6

STANOVENIE pH

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Touto metódou sa stanovuje hodnota pH v:

— kazeinátach.

2. DEFINÍCIA

Hodnota pH kazeinátov: pH pri 20 °C vodného roztoku kazeinátov, ako je stanovené predpísanou metódou.

3. PRINCÍP

Elektrometrické stanovenie pH vodného roztoku kazeinátov za použitia pH metra.

4. CHEMICKÉ ČINIDLÁ

Akákoľvek voda, ktorá sa používa pri príprave chemických činidiel alebo postupe (6), je čerstvo destilovaná a chránená proti absorpcii oxidu uhličitého.

4.1. Tlmivé roztoky na kalibráciu pH metra (5.2)

Dva štandardné tlmivé roztoky s hodnotami pH pri 20 °C, ktoré sú známe na dve desatinné miesta a v medziach týchto tlmivých roztokov sa bude nachádzať pH testovanej vzorky, napríklad ftalátový tlmivý roztok s hodnotou pH okolo 4 a boraxový tlmivý roztok s hodnotou pH okolo 9.

5. PRÍSTROJE

5.1. **Váhy** s presnosťou 0,1 gramu.

5.2. **pH meter** s minimálnou citlivosťou 0,05 pH s príslušnou kalibrovanou elektródou, napr. sklená elektróda a kalomelová alebo iná referenčná elektróda.

5.3. **Teplomer** s presnosťou 0,5 °C.

5.4. **Erlenmayerova banka** s objemom 100 ml so zábrusnou sklenenou zátkou.

5.5. Kadička s objemom 50 ml.

5.6. Miešačka

5.7. Kadička pre miešačku (5.6) s objemom najmenej 250 ml.

6. PROCEDÚRA

6.1. Príprava testovanej vzorky

Ako je popísané v časti 1.2. všeobecných ustanovení.

6.2. Stanovenie**6.2.1. Kalibrácia pH metra**

Nastavte teplotu tlmivých roztokov (4.1) na 20 °C a kalibrujte pH meter podľa inštrukcií výrobcu.

POZNÁMKY

1. Kalibrácia by sa mala vykonať potom, čo banka stojí 20 minút (pozri 6.2.2).
2. Ak sa testuje séria vzoriek, skontrolujte kalibráciu pH metra s jedným alebo obidvomi štandardnými tlmivými roztokmi aspoň každých 30 minút.

6.2.2. Príprava testovaného roztoku

Vlejte do kadičky (5.7) 95 ml vody, pridajte 5,0 gramov testovanej vzorky (6.1) a premiešajte za použitia miešačky (5.6) počas 30 sekúnd.

Nechajte stáť prikryté hodinovým sklíčkom 20 minút pri teplote okolo 20 °C.

6.2.3. Meranie pH

6.2.3.1. Nalejte okolo 20 ml roztoku do kadičky (5.5) a okamžite stanovte pH tejto kvapaliny za použitia pH metra (5.2) potom, ako ste dôkladne opláchli sklenú elektródu vodou.

6.2.3.2. Zmerajte pH.

7. VYJADRENIE VÝSLEDKOV**7.1. Zaznamenanie pH**

Zaznamenajte ako hodnotu pH vodného roztoku kazeinátu, hodnotu odčítajte zo stupnice pH metra s presnosťou aspoň na 2 desatinné miesta.

7.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel vo výsledkoch medzi dvomi stanoveniami vykonanými simultánne alebo v rýchlom slede na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 0,05 pH.

Tento interval reprodukovateľnosti by sa mal dosiahnuť v 95 % prípadoch, keď je test správne vykonaný.
