

MAGYAR ÉLELMISZERKÖNYV
(Codex Alimentarius Hungaricus)

3-1-85/503 számú előírás
(2. kiadás – 2006.)

Étkezési kazeinek és kazeinátok vizsgálati módszerei

1. §

Az 1. számú mellékletben rögzített összetevők vizsgálatához a 2. számú mellékletben leírt módszereket kell alkalmazni.

2. §

Ez az előírás 2007. július 1-jén lép hatályba, ezzel egyidejűleg a Magyar Élelmiszerkönyvnek az étkezési kazeinek és kazeinátok vizsgálatáról szóló 3-1-85/503 számú előírása 1995-ben jóváhagyott 1. kiadása hatályát veszti.

3. §

Ez az előírás az étkezési kazeinek és kazeinátok vizsgálati módszereiről szóló, 1985. október 25-i 85/503/EGK bizottsági irányelvnek való megfelelést szolgálja.

Étkezési kazeinek és kazeinátok analitikai vizsgálata

I. Mintaelőkészítés és általános követelmények

II. Víztartalom meghatározás

- savas kazeinben a II. melléklet 1. módszere szerint
- oltós kazeinben a II. melléklet 1. módszere szerint
- kazeinátban a II. melléklet 1. módszere szerint

III. Fehérjetartalom meghatározás

- savas kazeinben a II. melléklet 2. módszere szerint
- oltós kazeinben a II. melléklet 2. módszere szerint
- kazeinátban a II. melléklet 2. módszere szerint

IV. Titrálható savasság meghatározás

- savas kazeinben a II. melléklet 3. módszere szerint

V. Hamutartalom meghatározás (P₂O₅-ot beleértve)

- savas kazeinben a II. melléklet 4. módszere szerint
- oltós kazeinben a II. melléklet 5. módszere szerint
-

VI. pH-érték meghatározás

- kazeinátban a II. melléklet 6. módszere szerint

Analitikai módszerek az étkezési kazein és kazeinát összetételének meghatározásához

Mintaelőkészítés és általános követelmények

1. Minta előkészítése

1.1. Általános követelmények

A laboratóriumi vizsgálatokhoz rendelkezésre álló minta mennyisége legalább 200 g legyen.

1.2. A minta előkészítése a laboratóriumi vizsgálatához

1.2.1. A mintát az edény állandó rázásával és forgatásával gondosan összekeverjük és az összes csomót eloszlatjuk (ehhez a mintát légmentesen zárható és elegendő befogadóképességű, a mintánál kétszer nagyobb térfogatú edénybe tesszük).

1.2.2. Az alaposan összekevert mintából (1.2.1.) 50 g körüli reprezentatív mennyiséget a szita (3.3.) teszünk.

1.2.3. Ha az 50 g-ot a szita (3.3.) teljesen vagy majdnem teljesen (legalább 95% (m/m) -át) átengedi, úgy a 1.2.1. szerint járunk el.

1.2.4. Ellenkező esetben az 50 g-ot egy darálóval (3.4.) addig aprítjuk, amíg a szitálási előírásoknak meg nem felel (1.2.3.). Az átszitált minta teljes mennyiségét rögtön légmentesen zárható és megfelelő méretű edénybe öntjük (a méret a minta térfogatának kétszerese legyen) és állandó rázással és forgatással összekeverjük. Ügyeljünk arra, hogy a folyamat alatt a minta nedvességtartalma ne változzon.

1.2.5. Ha a mintát előkészítettük, a vizsgálatot a lehető leggyorsabban el kell végezni.

1.3. Tárolóedény

A mintát lég- és nedvességmentesen zárható edényben kell tárolni.

2. Vegyszerek

2.1. Vízre vonatkozó előírás

2.1.1. Oldás, hígítás vagy mosás esetén, mindig desztillált vizet vagy azzal azonos minőségű vizet használjunk.

2.1.2. Ahol az „oldás” vagy „hígítás” szó szerepel minden magyarázat nélkül, ott mindig „vizes oldatot” vagy „vízzel való hígítást” értünk.

2.2. Vegyszerek tisztasága

Minden vegyszer analitikailag legtisztább minőségű legyen, ha nincs más előírás.

3. Eszközök

3.1. A szokásos laboratóriumi eszközök, különösképpen:

3.2. Analitikai mérleg, legalább 0,1 mg leolvasási pontossággal

3.3. Ellenőrző szita

Fedővel lezárt, fémhuzalszövet szita, átmérője 200 mm, névleges lyukbőssége 500 µm. A szitára és a huzalátmérőre megengedett eltérést az ISO 3310/1 szabvány tartalmazza. (Ellenőrző sziták. Műszaki követelmények és vizsgálat I. rész: Fémhuzalszövet ISO 3310/1-1975). A szitához egy gyűjtőedény tartozik.

3.4. Daráló, amivel, szükség esetén (1.2.4.), a laboratóriumi minta túlzott felmelegedés, nedvességsökkenés vagy -növekedés nélkül felaprítható.

Kalapácsos daráló nem alkalmazható.

4. Az eredmények megadása

A vizsgálati jegyzőkönyvben megadott eredmény legalább két olyan meghatározás középértéke legyen, amelyek ismételhetősége az adott analitikai módszernek megfelel.

Ha nincs más előírás, az eredményeket tömegszázalékban [% (m/m)] kell megadni.

5. Vizsgálati jegyzőkönyv

A vizsgálati jegyzőkönyvben az analitikai módszert és az eredményeket kell megadni. Kiegészítésként meg kell adni minden olyan részletet, amelyet a módszer nem ír elő, vagy választható, valamint azokat a körülményeket, amelyek az eredményeket befolyásolhatták. A jegyzőkönyvnek a minta azonosításához szükséges minden adatot tartalmaznia kell.

1. MÓDSZER: A víztartalom meghatározás

1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a módszer a

- savas kazeinek,
- oltós kazeinek,
- kazeinátok

víztartalmának meghatározására szolgál.

2. Fogalommeghatározás

A kazein és kazeinát víztartalma: a leírt módszer szerinti tömegvesztesség.

3. A módszer elve

102 ± 1°C hőmérsékletű szárítószekrényben légköri nyomáson tömegállandóságig szárítva a minta visszamaradt tömegét határozzuk meg. A tömegvesztességet a minta tömegének százalékában adjuk meg.

4. Eszközök

4.1. Analitikai mérleg, 0,1 mg pontosságú

- 4.2. Bemérőedények lapos aljjal, a kísérleti körülmények között nem rozsdásodó anyagból pl. nikkelből, alumíniumból, saválló acélból vagy üvegből. Fedelük szorosán záró, de könnyen levehető legyen. Megfelelő méretek: 60–80 mm-ig, magasság kb. 25 mm.
- 4.3. Szárítószekrény, légköri nyomáson működő, jól szellőző, 102 ± 1 °C hőmérsékletre termosztáttal beállítható. A hőmérséklet a szekrény minden pontján azonos legyen.
- 4.4. Exszikkátor frissen aktivált nedvességindikátort tartalmazó szilikagéllal, vagy azonos hatékonyságú szárítóközeggel.
- 4.5. Megfelelő szerszám az edények mozgatásához, pl. laboratóriumi edényfogó.

5. A vizsgálat menete

5.1. A vizsgálandó minta előkészítése

Lásd: I. Mintaelőkészítés és általános követelmények 1.2. pont.

5.2. A bemérőedény előkészítése

5.2.1. A fedetlen bemérőedényt és fedelét (4.2.) a 102 ± 1 °C hőmérsékletre beállított szárítószekrényben (4.3.) legalább 1 óra hosszat szárítjuk.

5.2.2. Ezután a fedelet az edényre helyezzük, a lezárt edényt exszikkátorba (4.4) tesszük és a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük, majd 0,1 mg pontossággal mérjük, (M_0).

5.3. Bemérés

3–5 g vizsgálandó mintát (5.1.) a bemérőedénybe mérünk, az edényt a fedéllel lefedjük és tartalmát 0,1 mg pontossággal lemérjük (M_1).

5.4. Meghatározás

5.4.1. A fedetlen bemérőedényt és a fedelet 102 ± 1 °C hőmérsékletre beállított szárítószekrénybe (4.3.) helyezzük 4 órára.

5.4.2. A fedelet újra az edényre helyezzük, az exszikkátorba (4.4.) tesszük, a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük, majd 0,1 mg pontossággal mérjük.

5.4.3. Végül a fedetlen edényt fedéllel együtt a szárítószekrényben 1 óra hosszat melegítjük, majd az 5.4.2. szerinti műveleteket megismételjük.

5.4.4. Ha az 5.4.3. művelet után kapott tömeg az 5.4.2. művelet utáni tömegnél több, mint 1 mg-mal kisebb, az 5.4.3. pontban leírtakat megismételjük.

Ha a tömeg növekszik, a számolásnál (6.) a legkisebb értéket vesszük figyelembe.

A véglegesen elfogadott tömeg M_2 g lesz.

Az összes szárítási idő általában 6 óránál nem hosszabb.

6. Az eredmény kiszámítása

A minta víztartalmát tömegszázalékban a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \cdot 100$$

ahol:

M_0 = az edény és a fedél együttes tömege g-ban az 5.2. művelet után,

M_1 = az edény, a fedél és a minta együttes tömege g-ban szárítás előtt (5.3.)

M_2 = az edény, a fedél és a minta együttes tömege szárítás után (5.4.3.) vagy (5.4.4.)

A víztartalmat 0,01% m/m pontossággal kell számítani.

7. Ismételhetőség

Párhuzamos vizsgálatok között, ugyanazon mintából, ugyanazon vizsgáló által egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem lehet több, mint 0,1 g víz /100 g termék [0,1% (m/m)].

2. MÓDSZER: A fehérjetartalom meghatározása

1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a módszer a

- savas kazeinek,
- oltós kazeinek,
- kazeinátok

fehérjetartalmának meghatározására szolgál, kivéve az ammónium-kazeinátot vagy más ammónium- vagy nitrogén vegyületeket tartalmazó kazeinátokat.

2. Fogalommeghatározás

Fehérjetartalom: az ezzel a módszerrel meghatározott nitrogéntartalom 6,38-as faktorial megszorozva, tömegszázalékban kifejezve.

3. A módszer elve

Ismert mennyiségű mintát kálium-szulfát és kénsav elegyével, réz(II)-szulfát katalizátor jelenlétében elroncsolunk, hogy a szerves nitrogént ammóniumsó nitrogénjévé alakítsuk. Az ammóniát desztilláljuk, bórsavoldatban felfogjuk, majd sósav mérőoldattal titráljuk. A nitrogéntartalmat 6,38-as faktorial szorozva fehérje-tartalommá számítjuk át.

4. Vegyszerek

4.1. Kénsav, tömény sűrűsége 1,84 g/ml

4.2. Kálium-szulfát, vízmentes (K_2SO_4)

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

4.4. Szacharóz ($C_{12}H_{22}O_{11}$)

4.5. Bórsav, 40 g/l oldat

4.6. Nátrium-hidroxid, 30% (m/m) vizes oldat karbonátmentes

4.7. Sósav, 0,1 mol/l

4.8. Indikátorkeverék: 2 g/l, legalább 95% (v/v) etanolban oldott metilvörös oldatot és 1 g/l, legalább 95% (v/v) etanolban oldott metilénkék oldatot azonos térfogatarányban összekeverünk.

5. Eszközök

5.1. Analitikai mérleg, 0,1 mg pontosságú

5.2. Kjeldahl-lombik, 500 ml-es

5.3. Roncsolókészülék, amely a Kjeldahl lombikot (5.2.) ferde helyzetben tartja olyan melegítőberendezéssel, amellyel elkerülhető, hogy a folyadékfelszín feletti lombikrész felhevüljön

5.4. Hűtő, egyenes belső csővel

5.5. Biztonsági gömbszelvényes visszafolyó cső, amely a hűtő alsó részéhez csiszolattal vagy gumicsővel csatlakozik. Amennyiben gumicsatlakozást használunk, az ne legyen túl hosszú.

5.6. Desztilláló feltét, amely a Kjeldahl lombikhoz (5.2.) és a hűtőhöz (5.4.) puha, jól záró gumiból, vagy más megfelelő anyagból készült dugóval csatlakozik

5.7. Erlenmeyer-lombik, 500 ml-es

5.8. Mérőhenger, 50 ml-es és 100 ml-es

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

5.10. Forrást elősegítő anyag

5.10.1. A roncsoláshoz: kis porcelándarabkák vagy üvegyöngyök

5.10.2. A desztillációhoz: forrkő darabkák (csak egyszer használhatók)

6. A vizsgálat menete

6.1. A minta előkészítése

Lásd: I. Mintaelőkészítés és általános követelmények 1.2. pont

6.2. Elővizsgálat az ammónium-nitrogén ellenőrzésére

Ha azt feltételezzük, hogy ammónium-kazeinát vagy más ammónium-vegyület van jelen, hajtsuk végre a következő elővizsgálatot:

1 g mintához egy kis Erlenmeyer-lombikban 10 ml vizet és 100 mg magnézium-oxidot adunk. A lombik belső falára tapadt összes magnézium-oxidot az oldatba beleöblítjük és a lombikot parafadugóval lezárjuk. A dugó és az üvegnyak közé nedves vöröslakmuszpapírt helyezünk. A lombik tartalmát gondosan összerázzuk, és a lombikot 60-65 °C-os vízfürdőn melegítjük. Ha a lakmuszpapír 15 percen belül kékre színeződik, ammónia van jelen, és a módszer nem alkalmazható (lásd: 1. pont).

6.3. Vakpróba

A minta nitrogéntartalmának meghatározásával egyidőben 0,5 g szacharóz jelenlétében vakpróbát is készítünk ugyanazon készülékben, minden reagens ugyanazon mennyiségével és ugyanazzal az eljárással, mint amit a 6.5. pontban leírtunk; ha a vakpróba titrálásra 0,1 mol/l töménységű savból 0,5 ml-nél több fogy, a vegyszereket ellenőrizni kell és a szennyezetteket meg kell tisztítani, vagy ki kell cserélni.

6.4. Bemérés

Kjeldahl-lombikba (5.2.) 0,3-0,4 g vizsgálandó mintát (6.1.) 0,1 mg pontossággal bemérünk.

6.5. Meghatározás

6.5.1. A lombikba néhány porcelláncdarabkát vagy üveggyöngyöt (5.10.1.) és kb. 10 g vízmentes kálium-szulfátot (4.2.) adunk. Ezután hozzáadunk 0,2 g réz(II)-szulfátot (4.3.), a lombik nyakát vízzel utánaöblítjük, végül 20 ml tömény kénsavat (4.1.) és a lombik tartalmát összekeverjük.

A lombikot a roncsolókészüléken (5.3.) lassan melegítjük, amíg a habképződés meg nem szűnik. Lassan erősítjük a hevítést és addig folytatjuk, amíg az oldat már egyetlen fekete részecskét sem tartalmaz és halvány zöldeskék színű nem lesz. A lombikot melegítés közben időnként óvatosan összerázzuk.

A forralást úgy kell szabályozni, hogy a gőzök a lombik nyakának közepén kondenzálódjanak. A forralást a helyi túlmelegedést elkerülve 90 percig folytatjuk. Végül a lombikot tartalmával együtt szobahőmérsékletre hűtjük. Azután óvatosan hozzáadunk 200 ml vizet és néhány darab forrkövet (5.10.2.), összekeverjük és újra lehűtjük.

6.5.2. Az Erlenmeyer lombikba (5.7.) 50 ml bórsavoldatot (4.5.) és 4 csepp indikátort (4.8.) adunk és tartalmát összekeverjük. A lombikot a hűtő (5.4.) alá csatlakoztatjuk úgy, hogy a lefolyócső vége (5.5) a bórsavoldatba merüljön. Mérőhengerrel (5.8.), 80 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.6.) töltünk a Kjeldahl-lombikba. Ezalatt a lombikot megdöntve tartjuk úgy, hogy a nátrium-hidroxid oldat a lombik belső falán végigfolyva alsó réteget képezzen. Ezután a Kjeldahl-lombikot azonnal a feltét (5.6.) segítségével a hűtőhöz csatlakoztatjuk. A Kjeldahl-lombikot óvatosan megforgatjuk, hogy tartalma összekeveredjen. A felhabzás elkerülésére lassan melegítjük.

A desztillációt 150 ml desztillátum összegyűléséig – kb. 30 percen keresztül – folytatjuk. A desztillátum hőmérséklete 25 °C alatt legyen. Kb. 2 perccel a desztilláció befejezése előtt az Erlenmeyer-lombikot úgy süllyesztjük, hogy a cső vége már ne érjen bele a savoldatba, a cső végét kevés vízzel leöblítjük. A melegítést befejezzük, eltávolítjuk a csövet úgy, hogy mind a belső, mind a külső falát kevés vízzel leöblítjük és az öblítővizet az Erlenmeyer-lombikban felfogjuk.

6.5.3. Az Erlenmeyer lombikban felfogott desztillátumot 0,1 mol/l töménységű sósavoldattal (4.7.) megtrájljuk.

7. Az eredmények kiszámítása

A minta fehérjetartalmát tömegszázalékban kifejezve a következő képlettel határozzuk meg:

$$\frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 14 \cdot 100 \cdot 6,38}{m \cdot 1000} = \frac{8,932 \cdot (V_1 - V_2) \cdot T}{m}$$

ahol:

V_1 = a meghatározáshoz (6.5.) fogyott sósav mérőoldat (4.7.) térfogata ml-ben

V_2 = a vakpróbára (6.3.) fogyott sósav mérőoldat (4.7.) térfogata ml-ben

T = a sósav mérőoldat (4.7.) faktora

m = a bemért minta tömege g-ban

A fehérjetartalmat 0,1% (m/m) pontossággal kell megadni.

8. Ismételhetőség

Párhuzamos, azaz ugyanazon vizsgáló által ugyanazon mintából azonos időben, vagy közvetlenül egymás után végzett vizsgálatok között a megengedett eltérés legfeljebb 0,5 g fehérje /100 g termék [0,5% (m/m)].

3. MÓDSZER: A titrálható savasság meghatározása

1. Tárgy és alkalmazási terület

A módszer a savkazein titrálható savasságának meghatározására szolgál.

2. Fogalommeghatározás

Titrálható savasság: 0,1 mol/l töménységű nátrium-hidroxid mérőoldat ml-ben mért térfogata, amely a termék 1 g-ja vizes extraktumának közömbösítéséhez szükséges.

3. A módszer elve

A minta 60 °C-on kivont vizes extraktumát szűrjük. A szűrletet nátrium-hidroxid mérőoldattal fenolftalein indikátor jelenlétében megtitráljuk.

4. Vegyszerek

Az eljáráshoz vagy a reagensekhez szükséges vizet előzetesen 10 percn át forralva széndioxid-mentesíteni kell.

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

4.2. Fenolftalein indikátor 10 g/l, etanos oldat 95% (v/v), közömbösített

5. Eszközök

5.1. Analitikai mérleg, 0,1 mg pontosságú

5.2. Erlenmeyer-lombik, 500 ml-es, becsiszolt dugóval

5.3. Pipetta, 100 ml-es

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

5.5. Erlenmeyer lombik, 250 ml-es

5.6. Mérőhenger, 250 ml-es

5.7. Büretta, 0,1 ml osztással

5.8. Vízfürdő, hőmérséklete 60 ± 2 °C-ra szabályozható

5.9. Megfelelő szűrő

6. A vizsgálat menete

6.1. A vizsgálandó minta előkészítése

(Lásd: az I. Mintaelőkészítés és általános követelmények 1.2. pont)

6.2. Bemérés

Kb. 10 g mintát (6.1.) 10 mg pontossággal lemérünk és Erlenmeyer-lombikba (5.2.) tesszük.

6.3. Meghatározás

250 ml-es mérőhengerrel (5.6.) 200 ml frissen kiforralt és lehűtött, majd 60 °C-ra melegített vizet Erlenmeyer-lombikba mérünk. A lombikot lezárjuk, rázással összekeverjük és 60 °C-ra beállított vízfürdőben (5.8.) 30 percen keresztül melegítjük. A lombikot 10 perces időközönként összerázzuk. Szűrjük és a szűrletet 20 °C-ra lehűtjük. A szűrlet tiszta legyen. A lehűtött szűrlet 100 ml-ét pipettával (5.3.) Erlenmeyer-lombikba (5.5.) mérjük. Pipettával (5.4.) hozzáadunk 0,5 ml fenolftalein indikátor-oldatot (4.2.). Addig titráljuk a nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.1.), amíg halvány rózsaszínű nem lesz, és a szín legalább 30 másodpercig meg is marad. A fogyott mennyiséget 0,01 ml pontossággal leolvassuk és feljegyezzük.

7. Az eredmény kiszámítása

A kazein titrálható savasságát a következő képlettel számítjuk ki:

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

ahol:

V = a fogyott normál nátrium-hidroxid oldat (4.1.) térfogata, ml-ben

T = a nátrium-hidroxid oldat faktora (4.1.), mol/l

m = a bemért minta tömege, g-ban

A titrálható savasságot két tizedes pontossággal fejezzük ki.

8. Ismételhetőség

A párhuzamos, azaz ugyanazon vizsgáló által ugyanazon mintából, azonos időben, vagy közvetlenül egymás után végzett vizsgálatok között a megengedett eltérés legfeljebb 0,02 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid mérőoldat/1 g termék.

4. MÓDSZER: A hamutartalom meghatározás (P₂O₅-ot beleértve)

1. Tárgy és alkalmazási terület

A módszer a savas kazein hamutartalmának (P₂O₅-ot beleértve) meghatározására szolgál.

2. Fogalommeghatározás

Hamutartalom (P₂O₅-ot beleértve): a következőkben leírt módszerrel meghatározott hamutartalom.

3. A módszer elve

A vizsgálandó mintát 825 ± 25 °C-on az összes szerves eredetű foszfort megkötő magnézium-acetát jelenlétében elhamvasztjuk. A hamutartalmat a maradék és a magnézium-acetátból származó hamu mennyiség különbsége adja.

4. Vegyszerek

4.1. Magnézium-acetát-tetrahidrát oldat, 120 g/l

A magnézium-acetát-tetrahidrát /Mg(CH₃CO₂)₂ · 4H₂O/ 120 g-ját vízben oldjuk, és 1 literre feltöltjük.

5. Eszközök

5.1. Analitikai mérleg, 0,1 mg pontosságú

5.2. Pipetta, 5 ml-es

5.3. Izzítótégely, kvarcból vagy platinából, átmérője kb. 70 mm, magassága 25–50 mm

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

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

5.6. Vízfürdő, forrásban tartható

5.7. Exszikkátor, nedvességre érzékeny indikátort tartalmazó frissen aktivált szilikagéllal vagy azonos hatékonyságú szárítóközeggel.

6. A vizsgálat menete

6.1. A vizsgálandó minta előkészítése

Lásd: I. Mintaelőkészítés és általános követelmények 1.2. pont.

6.2. Az izzítótégely előkészítése

Két izzítótégelyt a 825 ± 25 °C-ra beállított izzítókemencében (5.5.) 30 percig hevítünk. Azután az izzítótégelyeket exszikkátorban (5.7.) a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük és 0,1 mg pontossággal mérjük.

6.3. Bemérés

A fenti módon előkészített izzítótégelybe (A) kb. 3 g vizsgálandó mintát (6.1.) 0,1 mg pontossággal bemérünk.

6.4. Meghatározás

Az izzítótégelybe (A) pipettával (5.2.) pontosan 5 ml magnézium-acetát oldatot (4.1.) adunk úgy, hogy az egész minta átnedvesedjen, ezután 20 percig állni hagyjuk.

Egy másik előkészített izzítótégelybe (B) pipettával (5.2.) pontosan 5 ml magnézium-acetát oldatot (4.1.) adunk. Mindkét izzítótégely (A és B) tartalmát forrásban lévő vízfürdőn (5.6.) szárazra pároljuk.

Mindkét izzítótégelyt 30 percre a 102 ± 1 °C-ra beállított szárítószekrénybe (5.4.) helyezzük. Az A jelű izzítótégely tartalmát kis lánggal melegített forró lapon vagy infravörös lámpa alatt addig hevítjük, amíg a vizsgálandó anyagmennyiség teljesen el nem szenesedik. Ügyeljünk arra, hogy a tartalma lángra ne lobbanjon.

Mindkét tégelyt (A és B) 825 ± 25 °C-ra beállított izzítókemencébe (5.5) tesszük és legalább 1 óra hosszat a kemencében hagyjuk, míg az A tégelyben elszenesedett részeket már nem találunk. Mindkét izzítótégelyt exsikkátorban (5.7.) a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük, majd 0,1 mg pontossággal mérjük.

Az elektromos izzítókemencében (5.5.) történő hevítést a lehűtést és a mérést mindaddig ismételjük, amíg a tömeg 1 mg pontossággal állandó marad, vagy növekedni nem kezd. A legkisebb tömeget jegyezzük fel.

7. Az eredmény kiszámítása

A hamutartalmat (P_2O_5 -ot beleértve) tömegszázalékban kifejezve a következő képlettel számítjuk:

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

ahol:

m_0 = a bemért minta tömege g-ban,

m_1 = az A izzítótégely és a maradék tömege g-ban,

m_2 = az előkészített A tégely tömege g-ban,

m_3 = a B izzítótégely és a maradék tömege g-ban,

m_4 = az előkészített B izzítótégely tömege g-ban.

Az eredményeket 0,01% (m/m) pontossággal adjuk meg.

8. Ismételhetőség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye között a különbség legfeljebb 0,1 g/100 g termék [0,1% (m/m)] lehet.

5. MÓDSZER: A hamutartalom meghatározása (P_2O_5 -ot is beleértve)

1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a módszer oltós kazeinben lévő hamutartalom meghatározására szolgál.

2. Fogalommeghatározás

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

3. A módszer elve

A minta ismert mennyiségét 825 ± 25 °C-on tömegállandóságig hamvasztjuk. A maradékot mérjük és az eredményt a minta tömegszázalékában adjuk meg.

4. Eszközök

- 4.1. Analitikai mérleg, 0,1 mg pontosságú
- 4.2. Izzítótégely kvarcból vagy platinából, átmérője kb. 70 mm, magassága 25–50 mm
- 4.3. Elektromos izzítókemence 825 ± 25 °C-ra szabályozható
- 4.4. Exszikkátor, nedvességre érzékeny indikátort tartalmazó frissen aktivált szilikagéllal, vagy azonos hatékonyságú szárítóközeggel

5. A vizsgálat menete

5.1. A vizsgálandó minta előkészítése

Lásd: I. Mintaelőkészítés és általános körülmények (1.2. pont).

5.2. Az izzítótégely előkészítése

Az izzítótégelyt a 825 ± 25 °C-ra beállított elektromos izzítókemencében (4.3.) 30 percen keresztül izzítjuk. Ezután exszikkátorban (4.4.) a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük és 0,1 mg pontossággal mérjük.

5.3. Bemérés

A fenti módon előkészített izzítótégelybe a vizsgálandó mintából (5.1.) közvetlenül vagy visszaméréssel kb. 3 g-ot 0,1 mg pontossággal bemérünk.

5.4. Meghatározás

Az izzítótégelyt tartalmával együtt kis lángon vagy infravörös lámpával a mintamennyiség teljes elszenesedéséig hevítjük. Ügyeljünk arra, hogy a tartalom lángra ne lobbanjon. Ezután az izzítótégelyt 825 ± 25 °C hőmérsékletre beállított elektromos izzítókemencébe (4.3.) tesszük és legalább 1 óra hosszat, az izzítótégelyben lévő szénrészecskék teljes eltűnéséig hevítjük.

Ezután az izzítótégelyt exszikkátorban (4.4.) a mérleg-szoba hőmérsékletére hűtjük és 0,1 mg pontossággal mérjük. Az izzítást, a lehűtést és a mérést addig ismétljük, amíg a tömeg 1 mg pontossággal állandó marad, vagy növekedni nem kezd. A legkisebb tömeget jegyezzük fel.

6. Az eredmény kiszámítása

A minta hamutartalmát tömegszázalékban a következő képlettel számítjuk ki:

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

ahol:

m_0 = a bemért minta tömege mg-ban,

m_1 = az izzítótégely és a maradék tömege mg-ban,

m_2 = az izzítótégely tömege mg-ban.

Az eredményeket 0,01% (m/m) pontossággal adjuk meg.

7. Ismételtetés

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye között a különbség legfeljebb 0,15 g/100 g termék [0,15% (m/m)] lehet.

6. MÓDSZER: A pH-érték meghatározása

1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a módszer a kazeinát pH-értékének meghatározására szolgál.

2. Fogalommeghatározás

A kazeinát pH-értéke: a kazeinát vizes oldatának 20 °C-on ezzel a módszerrel meghatározott pH-értéke.

3. A módszer elve

A kazeinát vizes oldata pH-értékének elektrometriás meghatározása pH-mérővel.

4. Vegyszerek

A vegyszerek elkészítéséhez vagy a vizsgálathoz (6.) felhasznált vizet közvetlenül a felhasználás előtt desztillálni és a széndioxid-abszorpció ellen védeni kell.

4.1. Puffer-oldat a pH-mérő (5.2.) kalibrálásához

Két standard puffer-oldatot használunk, amelyeknek pH-értéke 20 °C-on két tizedesjegy pontossággal ismert. Az egyik pH-értéke kisebb, a másiké nagyobb legyen, mint a vizsgálandó mintáé. Például 4 körüli pH-jú ftalát-puffer-oldatot, és 9 körüli pH-jú bórax-puffer-oldatot használhatunk.

5. Eszközök

5.1. Mérleg, leolvasási pontossága 0,1 mg

5.2. pH-mérő, leolvasási pontossága 0,05 pH egység, megfelelően hitelesített üveg-, kalomel vagy más vonatkoztatási elektróddal

5.3. Hőmérő, leolvasási pontossága 0,5 °C

5.4. Erlenmeyer-lombik, 100 ml-es, becsiszolt üveg dugóval

5.5. Főzőpohár, 50 ml-es

5.6. Keverő

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

6. A vizsgálat menete

6.1. A vizsgálandó minta előkészítése

Lásd: I. Mintaelőkészítés és általános követelmények (1.2. pont).

6.2. Meghatározás

6.2.1. A mérőműszer hitelesítése

A puffer-oldatok (4.1.) hőmérsékletét 20 °C-ra állítjuk be és a pH-mérőt a használati utasításnak megfelelően hitelesítjük.

Megjegyzések:

1. A hitelesítést addig kell elvégezni, amíg a vizsgálandó oldatot 20 percig állni hagyjuk (6.2.2.).
2. Ha mintasorozatot vizsgálunk, a pH-mérő egy vagy több standard oldattal végzett hitelesítését legalább 30 percenként meg kell ismételni.

6.2.2. A vizsgálandó oldat előkészítése

A főzőpohárba (5.7.) 95 ml vizet engedünk, hozzáadunk 5 g vizsgálandó mintát (6.1.) és a keverővel (5.6.) 30 másodpercig keverjük. 20 percig 20 °C-on állni hagyjuk; közben a főzőpoharat óraüveggel lefedjük.

6.2.3. A pH-érték meghatározása

Az oldatból körülbelül 20 ml-t a főzőpohárba (5.5.) viszünk és a pH-mérővel (5.2.) az oldat pH-értékét azonnal mérjük. A pH-mérő üvegelektrodját előzőleg vízzel gondosan öblítsük le. A kazeinát vizes oldatának pH-értékét a pH-mérő skáláján legalább 2 tizedes pontossággal leolvassuk és feljegyezzük.

7. Ismételhetség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye között a különbség legfeljebb 0,05 pH-érték lehet.