

31985L0503

L 308/12

ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ

20.11.1985

PRVNÍ SMĚRNICE KOMISE
ze dne 25. října 1985
o metodách pro analýzu potravinářských kaseinů a kaseinátů
(85/503/EHS)

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského hospodářského společenství,

s ohledem na směrnici Rady 83/417/EHS ze dne 25. července 1983 o sbližování právních předpisů členských států týkajících se některých druhů mléčných bílkovin (kaseinů a kaseinátů) určených k lidské spotřebě⁽¹⁾, a zejména na čl. 9 písm. b) uvedené směrnice,

vzhledem k tomu, že čl. 9 písm. b) směrnice 83/417/EHS požaduje stanovení analytických metod ke kontrole složení některých potravinářských kaseinů a kaseinátů;

vzhledem k tomu, že je možné přijmout počáteční řadu metod, jejichž studium bylo ukončeno;

vzhledem k tomu, že opatření této směrnice jsou v souladu se stanoviskem Stálého výboru pro potraviny,

PŘIJALA TUTO SMĚRNICI:

Článek 1

Členské státy přijmou všechna opatření nezbytná k tomu, aby analýzy nezbytné pro ověření kritérií stanovených v příloze I byly prováděny metodami popsány v příloze II.

Článek 2

Členské státy uvedou v účinnost právní a správní předpisy nezbytné pro dosažení souladu s touto směrnicí do 1. května 1987. Neprodleně o nich uvědomí Komisi.

Článek 3

Tato směrnice je určena členskými státem.

V Bruselu dne 25. října 1985.

Za Komisi

COCKFIELD

místopředseda

⁽¹⁾ Úř. věst. L 237, 26.8.1983, s. 25.

PŘÍLOHA I

ROZSAH PŮSOBNOSTI PRVNÍ SMĚRNICE TÝKAJÍCÍ SE METOD SPOLEČENSTVÍ PRO ANALÝZU POTRAVINÁŘSKÝCH KASEINŮ A KASEINÁTŮ

- I. **Obecná ustanovení**
 - II. **Stanovení vlhkosti**
 - v kaseinech kyselých metodou 1 uvedenou v příloze II,
 - v kaseinech sladkých metodou 1 uvedenou v příloze II,
 - v kaseinátech metodou 1 uvedenou v příloze II.
 - III. **Stanovení obsahu bílkovin**
 - v kaseinech kyselých metodou 2 uvedenou v příloze II,
 - v kaseinech sladkých metodou 2 uvedenou v příloze II,
 - v kaseinátech metodou 2 uvedenou v příloze II.
 - IV. **Stanovení titrační kyselosti**
 - v kaseinech kyselých metodou 3 uvedenou v příloze II.
 - V. **Stanovení popela (včetně P_2O_5)**
 - v kaseinech kyselých metodou 4 uvedenou v příloze II,
 - v kaseinech sladkých metodou 5 uvedenou v příloze II.
 - VI. **Stanovení pH**
 - v kaseinátech metodou 6 uvedenou v příloze II.
-

PŘÍLOHA II

ANALYTICKÉ METODY TÝKAJÍCÍ SE SLOŽENÍ POTRAVINÁŘSKÝCH KASEINŮ A KASEINÁTŮ

OBEČNÁ USTANOVENÍ

1. PŘÍPRAVA VZORKU K ANALÝZE
 - 1.1 **Obecně**

Hmotnost vzorku dodaného do laboratoře k analýze musí být nejméně 200 gramů.
 - 1.2 **Příprava vzorku k analýze v laboratoři**
 - 1.2.1 Vzorek se důkladně promíchá a hrudky se rozmělní opakovaným protřepáváním a převrácením vzorkovnice (v případě potřeby po předchozím převedení celého laboratorního vzorku do vzduchotěsné nádoby o dostatečném objemu – dvojnásobek objemu vzorku, aby bylo možno tento postup provést).
 - 1.2.2 Reprezentativní část, tj. asi 50 g, důkladně promíchaného laboratorního vzorku (1.2.1) se přenese na zkušební síto (3.3).
 - 1.2.3 Pokud zkušební vzorek o hmotnosti 50 gramů projde sítím (3.3) zcela nebo projde téměř zcela (nejméně 95 % hmotnostních), použije se pro stanovení vzorek připravený podle bodu 1.2.1.
 - 1.2.4 V opačném případě se zkušební vzorek o hmotnosti 50 g drtí s použitím drtiče (3.4), dokud nevyhovuje kritériu prosevu (1.2.3). Ihned poté se celý prosetý vzorek převede do vzduchotěsné nádoby o dostatečném objemu (dvojnásobek objemu vzorku) a důkladně se promísí opakovaným protřepáním a převrácením. Během tohoto postupu je třeba dbát na to, aby nenastala jakákoliv změna v obsahu vlhkosti ve výrobku.
 - 1.2.5 Jakmile je vzorek připraven k analýze, je nutné provést co nejdříve všechna stanovení.
 - 1.3 **Vzorkovnice**

Vzorek musí být uchováván ve vzduchotěsné a vlhkotěsné vzorkovnici.
2. REAKČNÍ ČINIDLA
 - 2.1 **Voda**
 - 2.1.1 Pokud je zmiňována voda pro účely rozpouštění, ředění nebo mytí, musí být použita destilovaná voda, nebo demineralizovaná voda alespoň rovnocenné čistoty.
 - 2.1.2 Pokud je v textu odkaz na „rozpouštění“ nebo „ředění“ bez dalšího upřesnění, rozumí se „rozpouštění ve vodě“ nebo „ředění vodou“.
 - 2.2 **Chemikálie**

Všechny používané chemikálie musí být alespoň čistoty p.a., není-li uvedeno jinak.
3. PŘÍSTROJE A POMŮCKY
 - 3.1 **Seznam přístrojů a pomůcek**

Seznamy přístrojů a pomůcek obsahují pouze položky určené ke zvláštnímu použití a položky se zvláštní specifikací.
 - 3.2 **Analytické váhy**

Analytické váhy s přesností vážení alespoň na 0,1 mg.
 - 3.3 **Zkušební síto**

Zkušební drátěná síta musí být vybavena přiléhajícím víkem o průměru 200 mm a vyrobena z pletiva s nominální velikostí oka 500 μm. Přípustná tolerance rozměru oka a průměru drátu je dána v normě ISO 3310/1. (Zkušební síta – Technické požadavky a zkoušení – Část I: Drátěná pletiva. ISO 3310/1 – 1975).

Síta musí být opatřena jímací nádobou.
 - 3.4 **Drtič**

Pokud je to nezbytné (viz 1.2.4), použije se k drcení laboratorního vzorku tak, aby nedošlo ke vzniku nežádoucího tepla, ke ztrátám nebo k absorpci vlhkosti. Nesmí být použit kladivový mlýnek.

4. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

4.1 Výsledky

V protokolu o analýze se uvede výsledek získaný jako průměrná hodnota ze dvou stanovení, která splňují kritérium opakovatelnosti pro danou metodu.

4.2 Výpočet procentního podílu

Pokud není stanoveno jinak, výsledek se vypočte v procentech hmotnostních vzorku.

5. PROTOKOL O ZKOUŠCE

V protokolu o zkoušce musí být uvedena použitá analytická metoda a obdržené výsledky. Kromě toho musí být uvedeny všechny podrobnosti postupu, které nejsou v této metodě uvedeny nebo jsou volitelné, a také jakékoliv okolnosti, které mohly ovlivnit výsledek. Protokol o zkoušce musí obsahovat všechny potřebné údaje pro úplnou identifikaci vzorku.

METODA 1

STANOVENÍ VLHKOSTI

1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda slouží ke stanovení vlhkosti:

- v kaseinech kyselých,
- v kaseinech sladkých,
- v kaseinátech.

2. DEFINICE

Vlhkost v kaseinech a kaseinátech: úbytek hmotnosti stanovený touto metodou.

3. PODSTATA METODY

Zbytková hmotnost zkušebního vzorku se stanoví po jeho vysušení při atmosférickém tlaku v sušárně při teplotě $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ do konstantní hmotnosti. Úbytek hmotnosti se vypočte v procentech hmotnostních vzorku.

4. PŘÍSTROJE A POMŮCKY

4.1 Analytické váhy

4.2 **Misky** s rovným dnem vyrobené z materiálu nepodléhajícího korozi v podmínkách zkoušky, například z niklu, hliníku, korozivzdorné oceli nebo skla, s dobře těsnícími, ale snadno odnímatelnými víčky. Vhodné rozměry jsou tyto: průměr 60 až 80 mm a výška asi 25 mm.

4.3 **Sušárna pracující při atmosférickém tlaku**, dobře odvětrávaná a řízená termostatem s regulací teploty ($102\text{ °C} \pm 1$). Teplota musí být stejnoměrná v celém pracovním prostoru.

4.4 **Exsikátor** s čerstvě aktivovaným silikagelem s indikátorem vlhkosti nebo s rovnocenným vysoušedlem.

4.5 **Vhodný nástroj pro manipulaci s miskami**, například laboratorní kleště.

5. POSTUP

5.1 Příprava vzorku k analýze

Provádí se podle postupu popsaného v bodě 1.2 oddílu Obecná ustanovení.

5.2 Příprava misky

- 5.2.1 Neuzavřená miska (4.2) se suší i s víčkem v sušárně (4.3) při teplotě $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ nejméně jednu hodinu.
- 5.2.2 Miska uzavřená víčkem se umístí do exsikátoru (4.4), nechá se vychladnout na teplotu váhovny a zváží se s přesností na 0,1 mg (m_0).

5.3 Zkušební vzorek

Do misky se přenese 3 až 5 g vzorku určeného k analýze (5.1), miska se přikryje víčkem a zváží se s přesností na 0,1 mg (m_1).

5.4 Stanovení

- 5.4.1 Miska se otevře a umístí se i s víčkem na čtyři hodiny do sušárny (4.3) o teplotě $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.
- 5.4.2 Miska se uzavře víčkem, vloží se do exsikátoru, nechá se vychladnout na teplotu váhovny a zváží se s přesností na 0,1 mg.
- 5.4.3 Miska se otevře a opět se zahřívá i s víčkem po dobu jedné hodiny. Opakuje se postup podle 5.4.2.
- 5.4.4 Pokud je hmotnost stanovená podle bodu 5.4.3 menší než hmotnost stanovená podle bodu 5.4.2 o více než 1 mg, opakuje se operace 5.4.3.

Pokud dojde ke zvýšení hmotnosti, použije se pro výpočet nejnižší zjištěná hmotnost (6.1).

Konečná hmotnost se označí jako m_2 (v g). Celková doba sušení vzorku by obvykle neměla přesáhnout šest hodin.

6. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ**6.1 Metoda výpočtu**

Úbytek hmotnosti vzorku sušením vyjádřený v hmotnostních procentech se vypočte pomocí vzorce:

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

kde:

m_0 = hmotnost misky a víčka (g) po provedení postupu 5.2,

m_1 = hmotnost misky, víčka a zkušební vzorku (g) před sušením (postup 5.3),

m_2 = hmotnost misky, víčka a zkušební vzorku (g) po vysušení (postupy 5.4.3 a 5.4.4).

Ztráta sušení se vypočte s přesností na 0,01 %.

6.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených zároveň nebo rychle za sebou z téhož vzorku tímtež pracovníkem za totožných podmínek nesmí být větší než 0,1 g vlhkosti na 100 g výrobku.

Této opakovatelnosti by mělo být dosaženo v 95 % analýz provedených touto metodou.

METODA 2**STANOVENÍ OBSAHU BÍLKOVIN****1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ**

Tato metoda slouží ke stanovení obsahu bílkovin:

- v kaseinech kyselých,
- v kaseinech sladkých,
- v kaseinátech,

s výjimkou kaseinátů, které obsahují kaseinát amonný nebo jiné amonné nebo dusíkaté nebílkovinné sloučeniny.

2. DEFINICE

Obsah bílkovin: obsah dusíku stanovený touto metodou, násobený 6,38 a vyjádřený v procentech hmotnostních.

3. PODSTATA METODY

Zkušební vzorek se mineralizuje směsí síranu draselného a kyseliny sírové za přítomnosti síranu měďnatého jako katalyzátoru, aby se organický dusík převedl na amoniakální dusík. Amoniak se předestiluje a jímá v roztoku kyseliny borité a poté se stanoví titračně odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové. Obsah dusíku se přepočte na obsah bílkoviny vynásobením výsledku faktorem 6,38.

4. REAKČNÍ ČINIDLA

4.1 **Kyselina sírová, koncentrovaná**, S_2O , 1,84 g/ml při 20 °C.

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

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

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

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

4.6 **Hydroxid sodný**, třicetiprocentní vodný roztok, bez uhličitánů.

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

4.8 **Směsný indikátor**. Připraví se smísením stejných objemů roztoku 2 g methylové červeně v 1 litru nejméně devadesátipětiprocentního ethanolu a roztoku 1 g methylenové modři v 1 litru nejméně devadesátipětiprocentního ethanolu.

5. PŘÍSTROJE A POMŮCKY

5.1 **Analytické váhy**.

5.2 **Mineralizační baňka** o objemu 500 ml.

5.3 **Mineralizační aparatura** umožňující umístění mineralizační baňky (5.2) v nakloněné poloze se zahřívacím zařízením, které neohřívá část nádoby nad hladinou kapaliny.

5.4 **Chladič** s rovnou vnitřní trubicí.

5.5 **Výstupní trubice s pojistnou baňkou** připojená na spodní konec chladiče (5.4) zábrusovým spojem nebo gumovou hadicí. Při použití gumové hadice musí být spojení co nejkratší.

5.6 **Přikapávací nálevka** připojená k mineralizační baňce (5.2) a k chladiči (5.4) těsnými měkkými gumovými nebo jinými vhodnými zátkami.

5.7 **Erlenmeyerova baňka** o objemu 500 ml.

5.8 **Odměrné válce** o objemech 50 a 100 ml.

5.9 **Byreta** o objemu 50 ml, dělená po 0,1 ml.

5.10 **Varná tělíska**.

5.10.1 Pro mineralizaci: malé porcelánové střepey nebo skleněné kuličky.

5.10.2 Pro destilaci: čerstvě kalcinované kousky pemzy.

6. POSTUP

6.1 **Příprava zkušební vzorku**

Provádí se podle postupu popsaného v bodě 1.2 v oddíle Obecná ustanovení.

6.2 Zkouška na přítomnost amoniakálního dusíku

Pokud je podezření na přítomnost kaseinátu amonného nebo jiných amonných sloučenin, provede se tento test. Do menší Erlenmeyerovy baňky se přenese 1 g vzorku, 10 ml vody a 100 mg oxidu hořečnatého. Oxid hořečnatý se spláchne ze stěn a baňka se uzavře korkovou zátkou, přitom se mezi zátku a hrdlo baňky vloží kousek navlhčeného červeného lakmusového papírku. Obsah baňky se opatrně promíchá a baňka se zahřívá na vodní lázni o teplotě 60 až 65 °C. Pokud se během 15 minut lakmusový papírek zbarví modře, metoda není použitelná (viz bod 1).

6.3 Slepý pokus

Souběžně se stanovením obsahu dusíku ve vzorku se provede se stejným zařízením, stejným množstvím všech reakčních činidel a podle stejného postupu popsaného v bodě 6.5 slepý pokus s 0,5 g sacharosy (4.4) namísto analyzovaného vzorku. Pokud je při titraci slepého vzorku spotřeba roztoku kyseliny o koncentraci 0,1 mol/l větší než 0,5 ml, musí být činidla zkontrolována a znečištěná činidla musí být vyčištěna nebo vyměněna.

6.4 Zkušební vzorek

Do mineralizační baňky (5.2) se přenese 0,3 až 0,4 g analyzovaného vzorku (6.1) naváženého s přesností na 0,1 mg.

6.5 Stanovení

6.5.1 Do baňky se vloží několik porcelánových střepů nebo skleněných kuliček (5.10.1) a asi 10 g bezvodého síranu draselného (4.2).

Přidá se 0,2 g síranu měďnatého (4.3). Hrdlo baňky se opláchne malým množstvím vody. Přidá se 20 ml koncentrované kyseliny sírové (4.1). Obsah baňky se promíchá.

Baňka se pomalu zahřívá v mineralizační aparatuře (5.3) k mírnému varu do vyjasnění roztoku a do setrvání světle zelenomodrého zabarvení. Během zahřívání se občas baňkou zamíchá.

Var se udržuje po dobu 90 minut a zahřívání se usměrňuje, aby páry kondenzovaly ve středu hrdla baňky a zabránilo se místnímu přehřívání.

Po zchlazení na laboratorní teplotu se opatrně přidá 200 ml vody a několik kousků pemzy (5.10.2). Opět se míchá a chladí.

6.5.2 Do Erlenmeyerovy baňky (5.7) se přenese 50 ml roztoku kyseliny borité (4.5) a 4 kapky indikátoru (4.8). Obsah se zamíchá. Erlenmeyerova baňka se umístí pod chladič (5.4) tak, aby byl konec výstupní trubice (5.5) ponořen do roztoku kyseliny borité. V odměrném válci (5.8) se odměří 80 ml roztoku hydroxidu sodného (4.6) a přenese se do mineralizační baňky. Během této operace se udržuje baňka v nakloněné poloze tak, aby roztok hydroxidu sodného stékal dolů po stěně baňky a vytvořil spodní vrstvu.

Mineralizační baňka se okamžitě připojí k chladiči pomocí přikapávací nálevky (5.6).

Mineralizační baňkou se jemně krouží, aby se její obsah promíchal. Obsah se uvede do mírného varu tak, aby nedošlo k pění. V destilování se pokračuje tak, aby během přibližně 30 minut bylo získáno 150 ml destilátu. Destilát by měl mít teplotu nižší než 25 °C. Asi 2 minuty před koncem destilace se sníží poloha Erlenmeyerovy baňky tak, aby konec výstupní trubice nebyl ponořen v roztoku kyseliny borité, a konec se opláchne malým množstvím vody. Ohřívání se ukončí, výstupní trubice se vyjme a její vnější a vnitřní stěny se opláchnou malým množstvím vody, která se jímá do Erlenmeyerovy baňky.

6.5.3 Obsah Erlenmeyerovy baňky se titruje standardním odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové (4.7).

7. VYJÁDRĚNÍ VÝSLEDKŮ

7.1 Vzorec a postup výpočtu

Obsah bílkovin ve vzorku, vyjádřený v procentech hmotnostních, se vypočte podle vzorce:

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

kde:

V_1 je objem standardního odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (ml) (4.7) spotřebovaný při stanovení (6.5),

V_2 je objem standardního odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (ml) (4.7) spotřebovaný při slepém pokusu (6.3),

T je koncentrace standardního odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (4.7) (mol/l),

m je hmotnost zkušební vzorku (g).

Obsah bílkovin se vypočte s přesností na 0,1 %.

7.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených zároveň nebo rychle za sebou z téhož vzorku tímtež pracovníkem za totožných podmínek nesmí být větší než 0,5 g bílkovin na 100 g výrobku.

Této opakovatelnosti má být dosaženo v 95 % analýz správně provedených touto metodou.

METODA 3

STANOVENÍ TITRAČNÍ KYSELOSTI

1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je určena ke stanovení titrační kyselosti:

— v kaseinech kyselých.

2. DEFINICE

Titrační kyselost kaseinů kyselých: množství standardního odměrného roztoku hydroxidu sodného (v mililitrech) o koncentraci 0,1 mol/l potřebné k neutralizaci vodného výluhu 1 g výrobku.

3. PODSTATA METODY

Připraví se vodný výluh vzorku při teplotě 60 °C a zfiltruje se. Přefiltrovaný vodný výluh se titruje standardním roztokem hydroxidu sodného za použití fenolftaleinu jako indikátoru.

4. REAKČNÍ ČINIDLA

Voda používaná kdekoliv v postupu nebo při přípravě reakčních činidel musí být před použitím zbavena oxidu uhličitého desetiminutovým varem.

4.1 Hydroxid sodný, roztok 0,1 mol/l.

4.2 Roztok fenolftaleinu jako indikátoru, 10 g fenolftaleinu v 1 litru devadesátipětiprocentního ethanolu, neutralizováno na indikátor.

5. PŘÍSTROJE A POMŮCKY

5.1 Analytické váhy.

5.2 Erlenmeyerova baňka o objemu 500 ml se zábrusem a zabroušenou zátkou.

5.3 Pipeta s ryskou o objemu 100 ml.

5.4 Pipeta vhodná k odměření 0,5 ml roztoku indikátoru (4.2).

5.5 Erlenmeyerova baňka o objemu 250 ml.

5.6 Odměrný válec o objemu 250 ml.

5.7 Byreta dělená s dílky po 0,1 ml.

5.8 Vodní lázeň umožňující udržovat teplotu na hodnotě 60 C ± 2 °C.

5.9 Vhodný filtr.

6. POSTUP

6.1 Příprava zkušební vzorku

Provádí se podle bodu 1.2 v oddíle Obecná ustanovení.

6.2 Zkušební vzorek

Do Erlenmeyerovy baňky (5.2) se navází se 10 g zkušební vzorku (6.1) s přesností na 10 mg.

6.3 Stanovení

Do Erlenmeyerovy baňky se pomocí 250ml odměrného válce (5.6) přidá 200 ml čerstvě převařené a zchlazené vody, předtím ohřáté na teplotu 60 °C. Baňka se zazátkuje, zamíchá krouživým pohybem a na 30 minut se umístí na vodní lázeň udržovanou na teplotě 60 °C (5.8). Obsah baňky se protřepává ve zhruba desetiminutových intervalech.

Obsah se zfiltruje se a filtrát se ochladí na 20 °C. Filtrát musí být čistý.

Do Erlenmeyerovy baňky (5.5) se pipetou (5.3) odměří 100 ml zchlazeného filtrátu. Pipetou (5.4) se přidá 0,5 ml roztoku indikátoru fenolftaleinu (4.2). Titruje se standardním odměrným roztokem hydroxidu sodného (4.1) do růžového zbarvení stálého nejméně 30 sekund. Množství hydroxidu sodného spotřebovaného při titraci se zaznamená s přesností na 0,01 ml.

7. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ**7.1 Vzorec a postup výpočtu**

Titrační kyselost kyselého kaseinu se vypočte podle vzorce:

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

kde:

V je objem spotřebovaného standardního odměrného roztoku hydroxidu sodného (4.1) (ml),

T je koncentrace standardního odměrného roztoku hydroxidu sodného (4.1) (mol/l),

m je hmotnost zkušební vzorku (g).

Titrační kyselost se vypočte s přesností na dvě desetinná místa.

7.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených zároveň nebo rychle za sebou z téhož vzorku tímtež pracovníkem za totožných podmínek nesmí být větší než 0,02 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l na 1 g výrobku.

Této opakovatelnosti by mělo být touto metodou dosaženo v 95 % správně provedených analýz.

METODA 4**STANOVENÍ POPELA**

(včetně P₂O₅)

1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je určena ke stanovení obsahu popela (včetně P₂O₅):

— v kaseinech kyselých.

2. DEFINICE

Obsah popela (včetně P₂O₅): obsah popela stanovený touto metodou.

3. PODSTATA METODY

Určité množství vzorku se spálí při teplotě 825 °C ± 25 °C za přítomnosti octanu hořečnatého, aby došlo k navázání veškerého fosforu organického původu. Výsledný obsah popela se vypočítá po zvážení zbytku a po odečtení hmotnosti popela pocházejícího z octanu hořečnatého.

4. REAKČNÍ ČINIDLA

4.1 Octan hořečnatý tetrahydrát, roztok 120 g/l. Připraví se rozpuštěním 120 g octanu hořečnatého tetrahydrátu (Mg (CH₃CO₂)₂ · 4H₂O) ve vodě a doplněním vodou na objem 1 litr.

5. PŘÍSTROJE A POMŮCKY**5.1 Analytické váhy.**

5.2 Pipeta s ryskou o objemu 5 ml.

5.3 Křemenné nebo platinové misky o průměru asi 70 mm a o výšce 25 až 50 mm.

5.4 Sušárna schopná udržovat teplotu na hodnotě 102 °C ± 1 °C.

5.5 Elektrická pec umožňující udržovat teplotu na hodnotě 825 °C ± 25 °C.

5.6 Vroucí vodní lázeň.

- 5.7 **Exsikátor** s čerstvě aktivovaným silikagelem s indikátorem vlhkosti nebo s rovnocenným vysoušedlem.
6. **POSTUP**
- 6.1 **Příprava zkušební vzorku**
- Provádí se podle postupu uvedeného v bodě 1.2 v oddíle Obecná ustanovení.
- 6.2 **Příprava misek**
- Dvě misky (A, B) (5.3) se žihají v elektrické peci (5.5) při teplotě 825 ± 25 °C po dobu 30 minut. Misky se nechají vychladnout, umístí se do exsikátoru (5.7), nechají se vychladnout na teplotu váhovsky a zváží se s přesností na 0,1 mg.
- 6.3 **Zkušební vzorek**
- Přímo v jedné z misek (A) se odváží přibližně 3 g analytického vzorku (6.1) s přesností na 0,1 mg.
- 6.4 **Stanovení**
- Do misky (A) se pipetou (5.2) přidá přesně 5 ml roztoku octanu hořečnatého (4.1) tak, aby došlo ke zvlhčení celého zkušební vzorku, a miska se ponechá 20 minut stát.
- Do druhé připravené misky (B) se odpipetuje (5.2) přesně 5 ml roztoku octanu hořečnatého (4.1).
- Obsah obou misek (A i B) se odpaří do sucha na vroucí vodní lázni (5.6).
- Obě misky se umístí do sušárny (5.4) na 30 minut a suší se při teplotě 102 °C \pm 1 °C.
- Miska A s obsahem se zahřívá nad nízkým plamenem kahanu, na vařiči nebo pod infračervenou lampou až do úplného zuhelnatění zkušební vzorku tak, aby přitom nedošlo ke vznícení.
- Poté se obě misky (A a B) vloží do elektrické pece (5.5) a žihají se při teplotě 825 °C \pm 25 °C nejméně jednu hodinu, dokud popel v misce A není zbaven uhlíku. Obě misky se nechají trochu vychladnout a poté se umístí do exsikátoru (5.7), nechají se vychladnout na teplotu váhovsky a zváží se s přesností na 0,1 mg.
- Žihání po dobu 30 minut v elektrické peci (5.5) s chlazením a vážením se opakuje tak dlouho, dokud rozdíl mezi dvěma za sebou následujícími váženými není nejvýše 1 mg nebo dokud hmotnost nezačne narůstat. Zaznamenaná se nejnižší hmotnost.
7. **VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ**
- 7.1 **Postup výpočtu**
- Obsah popela včetně P_2O_5 ve vzorku v procentech hmotnostních se vypočte podle vzorce:
- $$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100,$$
- kde:
- m_0 je hmotnost zkušební vzorku (g),
- m_1 je hmotnost misky A se zbytkem po žihání (g),
- m_2 je hmotnost prázdné připravené misky A (g),
- m_3 je hmotnost misky B se zbytkem po žihání (g),
- m_4 je hmotnost prázdné připravené misky B (g).
- Výsledek se zaokrouhlí na 0,01 %.
- 7.2 **Opakovatelnost**
- Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených zároveň nebo rychle za sebou z téhož vzorku tímtež pracovníkem za totožných podmínek nesmí být větší než 0,1 g na 100 g výrobku.
- Této opakovatelnosti by mělo být dosaženo v 95 % analýz správně provedených touto metodou.

METODA 5

STANOVENÍ POPELA

(včetně P_2O_5)

1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je určena ke stanovení obsahu popela (včetně P_2O_5):

— v kaseinech sladkých.

2. DEFINICE

Obsah popela (včetně P_2O_5): obsah popela stanovený touto metodou.

3. PODSTATA METODY

Určité množství vzorku se spálí při teplotě $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ do konstantní hmotnosti. Zbytek se stanoví vážením a vypočte se v procentech hmotnostních vzorku.

4. PŘÍSTROJE A POMŮCKY

4.1 Analytické váhy.

4.2 **Křemenné nebo platinové misky** o průměru asi 70 mm a výšce 25 až 50 mm.

4.3 **Elektrická pec** s cirkulací vzduchu umožňující udržovat teplotu na hodnotě $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

4.4 **Exsikátor** s čerstvě aktivovaným silikagelem s indikátorem vlhkosti nebo s ekvivalentním vysoušedlem.

5. POSTUP

5.1 Příprava zkušební vzorku

Provádí se podle postupu uvedeného v bodě 1.2 v oddíle Obecná ustanovení.

5.2 Příprava misky

Miska (4.2) se žihá v elektrické peci při teplotě $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ po dobu 30 minut. Miska se nechá trochu vychladnout, umístí do exsikátoru (4.4), nechá se vychladnout na teplotu váhovsky a zváží se s přesností na 0,1 mg.

5.3 Zkušební vzorek

Přímo na připravené misce se odváží přibližně 3 g analyzovaného vzorku (5.1) s přesností na 0,1 mg.

5.4 Stanovení

Miska s obsahem se zahřívá nad nízkým plamenem, na vařiči nebo pod infračervenou lampou až do úplného zuhelnatění zkušební vzorku tak, aby přitom nedošlo ke vznícení.

Poté se miska vloží do elektrické pece (4.3) a žihá se při teplotě $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ nejméně jednu hodinu, dokud popel v misce není zbaven uhlíku. Miska se nechá trochu vychladnout a poté se umístí do exsikátoru (4.4) k ochlazení na teplotu váhovsky a zváží se s přesností na 0,1 mg.

Žihání po dobu 30 minut v elektrické peci (5.5) s chlazením a vážením se opakuje tak dlouho, dokud rozdíl mezi dvěma za sebou následujícími vážením není nejvýše 1 mg nebo dokud hmotnost nezačne narůstat. Zaznamenaná se nejvyšší hmotnost.

6. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

6.1 Postup výpočtu a vzorec

Obsah popela ve vzorku (včetně P_2O_5) v procentech hmotnostních se vypočte podle vzorce:

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

kde:

m_0 je hmotnost zkušební vzorku (g),

m_1 je hmotnost misky se zbytkem (g),

m_3 je hmotnost prázdné připravené misky (g).

Výsledek se zaokrouhlí na 0,01 %.

6.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených zároveň nebo rychle za sebou z téhož vzorku tímtež pracovníkem za totožných podmínek nesmí být větší než 0,15 g popela na 100 g výrobku.

Této opakovatelnosti by mělo být dosaženo v 95 % analýz správně provedených touto metodou.

METODA 6

STANOVENÍ pH

1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je určena ke stanovení pH:

— v kaseinátech.

2. DEFINICE

pH kaseinátů: pH vodného roztoku kaseinátů při teplotě 20 °C stanovené popsanou metodou.

3. PODSTATA METODY

Elektrometrické stanovení pH vodného roztoku kaseinátu pH-metrem.

4. REAKČNÍ ČINIDLA

Voda používaná k přípravě reakčních činidel nebo v postupu (6) musí být čerstvě destilovaná a chráněná před absorpcí oxidu uhličitého.

4.1.. **Tlumivé roztoky** ke kalibraci pH-metru (5.2).

Dva standardní tlumivé roztoky, jejichž pH při teplotě 20 °C je známo s přesností na dvě desetinná místa, přičemž hodnota pH zkušební vzorku leží v jejich intervalu, například ftalátový tlumivý roztok o pH asi 4 a boraxový tlumivý roztok o pH asi 9.

5. PŘÍSTROJE A POMŮCKY

5.1.. **Váhy** s přesností vážení na 0,1 g.

5.2 **pH-metr** s citlivostí alespoň 0,05 pH, vhodně kalibrovaná elektroda, například skleněná elektroda a kalomelová nebo jiná referenční elektroda.

5.3 **Teploměr** s přesností 0,5 °C.

5.4 **Erlenmeyerova baňka** o objemu 100 ml se zabroušenou skleněnou zátkou.

5.5 **Kádinka** o objemu 50 ml.

5.6 **Míchadlo.**

5.7 **Kádinka** pro míchadlo (5.6) o objemu nejméně 250 ml.

6. POSTUP

6.1 **Příprava zkušební vzorku**

Provádí se podle postupu uvedeného v bodě 1.2 v oddíle Obecná ustanovení.

6.2 Stanovení**6.2.1 Kalibrace pH-metru**

Teplota tlumivých roztoků (4.1) se upraví se na 20 °C a provede se kalibrace pHmetru podle návodu výrobce.

POZNÁMKY

1. Kalibrace by se měla provádět až po dvacetiminutovém stání Erlenmeyerových baněk (viz bod 6.2.2).
2. Pokud se provádí stanovení pH u více vzorků, kontroluje se kalibrace pH-metru jedním nebo více tlumivými roztoky nejméně každých 30 minut.

6.2.2 Příprava zkušebního roztoku

Do kádinky (5.7) se odměří 95 ml vody, přidá se 5,0 g zkušebního vzorku (6.1) a míchá se míchadlem (5.6) asi 30 sekund.

Kádinka se ponechá 20 minut stát při teplotě 20 °C přikrytá hodinovým sklem.

6.2.3 Měření pH

6.2.3.1 Do kádinky (5.5) se odlije asi 20 ml roztoku a ihned se změří pH roztoku pomocí pHmetru (5.2), jehož skleněná elektroda byla předem důkladně opláchnuta vodou.

6.2.3.2 Změří se pH.

7. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ**7.1 Zaznamenání hodnoty pH**

Jako pH vodného roztoku kaseinátu se zaznamená hodnota odečtená na stupnici pHmetru s přesností na nejméně dvě desetinná místa.

7.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení pH provedených zároveň nebo rychle za sebou z téhož vzorku tímtež pracovníkem za totožných podmínek nesmí být větší než 0,05.

Této opakovatelnosti by mělo být dosaženo v 95 % analýz správně provedených touto metodou.
