

FYRSTA TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR

frá 25. október 1985

um greiningaraðferðir á ætum kasínum og kasínötum

(85/503/EBE)

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Efnahagsbandalags Evrópu,

með hliðsjón af tilskipun ráðsins 83/417/EBE frá 25. júlí
1983 um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi tiltekin
mjólkurprótín (kasín og kasínöt) sem ætluð eru til mann-
eldis ⁽¹⁾, einkum b-lið 9. gr.,*og að teknu tilliti til eftirfarandi:*Í b-lið 9. gr. tilskipunar 83/417/EBE er gerð krafa um að
í bandalaginu verði ákvarðaðar aðferðir til að hafa eftirlit
með samsetningu tiltekinna neysluhæfra kasína og kasínata
til matar.Fyrir hendi er sá kostur að samþykkja til að byrja með röð
aðferða sem byggjast á rannsóknum.Aðferðirnar sem kveðið er á um í þessari tilskipun eru í
samræmi við álit fastanefndarinnar um matvæli.

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

*1. gr.*Aðildarríki skulu gera allar nauðsynlegar ráðstafanir til að
tryggja að nauðsynlegar greiningar séu gerðar í samræmivið aðferðirnar sem lýst er í II. viðauka til að sannreyna að
skilyrðum sem sett eru fram í I. viðauka sé fullnægt.*2. gr.*Aðildarríkin skulu samþykkja nauðsynleg lög og stjórn-
sýslufyrirmæli til að fara að tilskipun þessari í síðasta lagi
1. maí 1987. Þeim ber að tilkynna það framkvæmdastjórn-
inni þegar í stað.*3. gr.*

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 25. október 1985.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

COCKFIELD

varaforseti.

⁽¹⁾ Stjtið. EB nr. L 237, 26. 8. 1983, bls. 25.

I. VIÐAUKI

**UMFANG FYRSTU TILSKIPUNAR BANDALAGSINS UM GREININGARÆÐFERÐIR Á
NEYSLUHÆFUM KASÍNUM OG KASÍNÖTUM Í MATVÆLUM****I. Almenn ákvæði****II. Ákvörðun raka í:**

- súrum kasínum með aðferð 1 í II. viðauka
- kasínhleypi með aðferð 1 í II. viðauka
- kasínötum með aðferð 1 í II. viðauka

III. Ákvörðun prótín magns í:

- súrum kasínum með aðferð 2 í II. viðauka
- kasínhleypi með aðferð 2 í II. viðauka
- kasínötum með aðferð 2 í II. viðauka

IV. Ákvörðun títranlegs súrleika í:

- súrum kasínum með aðferð 3 í II. viðauka

V. Ákvörðun ösku (þar með talið P_2O_5) í:

- súrum kasínum með aðferð 4 í II. viðauka
- kasínhleypi með aðferð 5 í II. viðauka

VI. Ákvörðun pH í:

- kasínötum með aðferð 6 í II. viðauka

II. VIÐAUKI

AÐFERÐIR VIÐ GREININGU Á SAMSETNINGU NEYSLUHÆFRA KASÍNA OG KASÍNATA

ALMENN ÁKVÆÐI

1. UNDIRBÚNINGUR GREININGARSÝNIS
 - 1.1. **Almennt**

Þyngd sýnis sem afhent er rannsóknarstofu til greiningar skal vera að minnsta kosti 200 gr.
 - 1.2. **Undirbúningur sýnis fyrir greiningu á rannsóknarstofu**
 - 1.2.1. Blanda skal vandlega og leysa upp kekki, o.s.frv. í rannsóknarsýninu með því að hrista og hvolfva flátinu nokkrum sinnum (ef nauðsynlegt þykir eftir að hafa flutt allt rannsóknarsýnið yfir í nægilega stórt loftþétt flát (tvöfalt rúmmál sýnis) til þess að hægt sé að meðhöndla það á þennan hátt).
 - 1.2.2. Flytja skal dæmigerðan hluta sýnisins, þ.e. um það bil 50 g af vandlega blönduðu rannsóknarsýni (1.2.1) yfir í prófunarsigti (3.3).
 - 1.2.3. Komist 50 g hlutinn alveg eða næstum alveg (að minnsta kosti 95% miðað við þyngd) í gegnum sigtið (3.3) er sýni undirbúið eins og í 1.2.1 notað við ákvörðunina.
 - 1.2.4. Að öðrum kosti er 50 g hlutinn mulinn í kvörn (3.4) uns hann fullnægir sigtunarkröfum (1.2.3). Sigtaða sýnið er þegar í stað flutt yfir í nægilega stórt loftþétt flát (tvöfalt rúmmál sýnisins) og blandað vandlega með því að hrista það og hvolfva því nokkrum sinnum. Gæta verður þess að rakainnihald framleiðsluvörunnar breytist ekki meðan þessu fer fram.
 - 1.2.5. Eftir að undirbúningi rannsóknarsýnisins er lokið skal framkvæma ákvörðun hið fyrsta.
 - 1.3. **Ílát**

Ávallt skal varðveita sýnið í loftþétu og rakapétu íláti.
2. HVARFEFNI
 - 2.1. **Vatn**
 - 2.1.1. Þegar getið er um vatn til upplausnar, útpynningar eða skolonar, skal nota eimað eða afjónað vatn sem er jafnhreint og eimað vatn.
 - 2.1.2. Þegar skírskotað er til „lausnar“ eða „þynningar“ án frekari skýringa er átt við „vatnslausn“ eða „vatnsþynningu“.
 - 2.2. **Efni**

Öll efni sem notuð eru skulu hafa viðurkennda greiningareiginleika hvarfefna nema þegar annað er tekið fram.
3. TÆKI
 - 3.1. **Tækjaskrár**

Tækjaskrár innihalda einungis hluti til sérhæfða nota og hluti sem sérstök tækniforskrift er til fyrir.
 - 3.2. **Fínvog**

Fínvog merkir vog sem vigtar að minnsta kosti með 0,1 mg nákvæmni.
 - 3.3. **Prófunarsigti**

Prófunarsigtin sem nota á skulu hafa lok, 200 mm í þvermál, úr vírdúki með uppgefnum 500 μ m götum. Gatastærð og þvermál vírdúks sem leyfa á eru eins og gefið er upp samkvæmt stöðlum Alþjóðlegu staðla-stofnunarinnar (ISO) 3310/1. (Prófunarsigti — tæknikröfur og prófun — 1. hluti: málmvírdúkur. ISO 3310/1 — 1975).

Sigtin eiga að hafa móttakara.
 - 3.4. **Kvörn**

Sé nauðsynlegt að mala rannsóknarsýnin (sjá 1.2.4) skal ekki nota hamarkvörn ef komast á hjá því að of hár hiti myndist og rakatap eða rakamyndun eigi sér stað.

4. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA
 - 4.1. **Niðurstöður**

Niðurstöður greiningarskýrslunnar skulu vera meðaltal tveggja ákvarðana sem fullnægja skilyrðum um endurtekningarhæfni sem gilda um þær.
 - 4.2. **Útreikningur hundraðshluta**

Niðurstöður skal reikna út sem hundraðshluta miðað við þyngd sýnis nema annað sé tekið fram.
5. RANNSÓKNARSKÝRSLA

Í rannsóknarskýrslunni skal greint frá greiningaraðferðinni sem notuð var og niðurstöðum sem fengust. Að auki skal greint frá aðferðinni í smáatriðum sem ekki koma fram í greiningaraðferðinni eða eru valfrjáls og öllum aðstæðum sem kunna að hafa haft áhrif á fengnar niðurstöður. Í rannsóknarskýrslunni skulu allar nauðsynlegar upplýsingar koma fram til að unnt sé að bera glögg kennsl á sýnið.

AÐFERÐ 1

ÁKVÖRÐUN RAKAINNIHALDS

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með þessari aðferð er unnt að ákvarða rakainnihald:
 - súrra kasína
 - kasínhleypis
 - kasínata
2. SKILGREINING

Rakainnihald kasína og kasínata: Þyngdartap ákvarðað með aðferðinni sem tilgreind er.
3. MEGINREGLA

Afgangsþyngd prófskammts er ákvörðuð að lokinni þurrkun undir loftþrýstingi andrúmslofts í hitaskápi við $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ uns stöðugri þyngd er náð er. Þyngdartap er reiknað sem hundraðshluti miðað við þyngd sýnisins.
4. BÚNAÐUR
 - 4.1. **Fínvog**
 - 4.2. Flatbotna skálar úr efni sem ekki tærist við prófun, t.d. nikkell, áli, ryðfríu stáli eða gleri. Skálarnar skulu hafa þétt lok sem auðvelt er að fjarlægja. Hentugar stærðir eru: 60 – 80 mm í þvermál og um það bil 25 mm að dýpt.
 - 4.3. Vel loftræstur hitaskápur með loftþyngd andrúmslofts, með sjálfvirkri hitastillingu (á $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$). Hitastig skal vera það sama alls staðar í hitaskápnnum.
 - 4.4. Þurrkari (dessicator) með nýjum og ávirkum kísilkristöllum ásamt rakavísi eða sambærilegu rakadrægu efni.
 - 4.5. Hentugar búnaður til þess að meðhöndla skálar, t.d. rannsóknartengur.
5. AÐFERÐ
 - 5.1. **Undirbúningur rannsóknarsýnis**

Eins og lýst er í lið 1.2 í almennu ákvæðunum.

5.2. Undirbúningur skálar

- 5.2.1. Opin skál er hituð ásamt lokinu (4.2) í hitaskápnum (4.3) í að minnsta kosti eina klukkustund við $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.
- 5.2.2. Lokið er sett á skálina, skálin með lokinu á færð yfir í þurrkarann (4.4) og látin kólna niður í hitastig vigtunarherbergisins og vegin með 0,1 mg nákvæmni (m_0).

5.3. Prófskammtur

3 til 5 g af rannsóknarsýninu (5.1.) eru sett í skálina, lokið sett á og vegið með 0,1 mg nákvæmni (m_1).

5.4. Ákvörðun

- 5.4.1. Lokið er tekið af skálinni og hún ásamt lokinu sett í hitaskápinn (4.3) í fjórar klukkustundir við $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.
- 5.4.2. Lokið er aftur sett á skálina sem færð er yfir í þurrkarann og látin kólna niður í hitastig vigtunarherbergisins og vegin með 0,1 mg nákvæmni.
- 5.4.3. Lokið er tekið af skálinni sem aftur er hituð ásamt lokinu í hitaskápnum í eina klukkustund. Síðan er aðgerð 5.4.2 endurtekin.
- 5.4.4. Sé þyngd samkvæmt 5.4.3 meira en 1 mg minni en þyngd samkvæmt 5.4.2 er aðgerð 5.4.3 endurtekin. Verði þyngdaraukning er minnsta skráða þyngd notuð í útreikningum (6.1).
Skráð lokaþyngd er kölluð m_2 g. Þurrkun skal ekki standa yfir lengur en sex klukkustundir alls við venjulegar aðstæður.

6. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA**6.1. Reikningsaðferð**

Þyngdartap við þurrkun sýnisins, gefið til kynna sem hundraðshluti miðað við þyngd, er reiknað þannig:

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

þar sem:

m_0 = þyngd skálarinnar og loksins í grömmum að aðgerð 5.2 lokinni;

m_1 = þyngd skálarinnar, loksins og prófskammtsins í grömmum fyrir þurrkun (5.3);

m_2 = þyngd skálarinnar, loksins og prófskammtsins í grömmum eftir þurrkun (5.4.3 eða 5.4.4).

Þyngdartap við þurrkun er reiknað út með 0,01% nákvæmni.

6.2. Endurtekningarhæfni

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hvor á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 0,1 g af raka fyrir hver 100 g af framleiðsluvörðunni.

Þessi niðurstaða á að fást í 95% tilvika sem aðferðin er notuð.

AÐFERÐ 2**ÁKVÖRÐUN PRÓTÍNINNIHALDS****1. UMFANG OG GILDISSVIÐ**

Með þessari aðferð er unnt að ákvarða prótíninnihald í:

— súrurum kasínurum

— kasínhleypi

— kasínötum

að undanskildum þeim sem innihalda ammóníumkasínat eða önnur ammóníum- eða köfnunarefnissambönd sem ekki innihalda prótín.

2. SKILGREINING

Próteininnihald: Köfnunarefnisinnihald ákvarðað með aðferðinni sem tilgreind er og síðan margfaldað með 6,38 og gefið til kynna sem hundraðshluti miðað við þyngd.

3. MEGINREGLA

Prófskammturinn er meðhöndlaður með blöndu af kalíumsúlfati og brennisteinssýru með kopar(II)súlfat sem hvata til þess að breyta lífrænu köfnunarefni í ammóníaksköfnunarefni. Ammóníakið er eimað og sogað upp í bórsýrulausn og síðan títrað með staðallausn saltsýru. Köfnunarefnisinnihaldinu er breytt í próteininnihald með því að margfalda með 6,38.

4. HVARFEFNI

4.1. **Óblönduð brennisteinssýra** S_2O 1,84 g/ml.

4.2. **Vatnsfirrt kalíumsúlfat** (K_2SO_4).

4.3. **Kopar(II)súlfatpentahýdrat** ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$).

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

4.5. **Bórsýra** lausn, 40 g/l.

4.6. **Natríumhýdroxíð**, 30% (m/m) óblönduð vatnslausn, karbónatlaus.

4.7. **Saltsýra** 0,1 mól/l.

4.8. **Blandaður litvísir**. Jafnstórum hlutum af 2 g/l lausn metýlrauðs í að minnsta kosti 95% (V/V) etanóli og 1 g/l lausn metýlblás í að minnsta kosti 95% (V/V) etanóli er blandað saman.

5. BÚNAÐUR

5.1. **Fínvog**

5.2. 500 ml **Kjeldahl-niðurbrotskolba**.

5.3. **Niðurbrotsbúnaður** til að halda Kjeldahl-niðurbrotskolbunni (5.2) í skáhallri stöðu með hitunarbúnaði sem ekki hitar kolbuna fyrir ofan yfirborð vökvainnihalds.

5.4. **Þéttir** með beinu röri að innan.

5.5. **Útstreymisrör með öryggiskúlu** tengt við lægri enda þéttisins (5.4) með samskeytum úr slípuðu gleri eða gúmmíröri. Sé gúmmírör notað verða glerendarnir að vera nálægt hver öðrum.

5.6. **Dropavari** tengdur Kjeldahl-niðurbrotskolbunni (5.2) og þéttinum (5.4) með þröngu, mjúku gúmmíi eða öðrum hentugum töppum.

5.7. 500 ml **Erlenmeyer-kolba**.

5.8. 50 ml og 100 ml **mæliglös**.

5.9. 50 ml **mælípípa** með 0,1 ml kvörðum.

5.10. **Hjálparbúnaður við suðu:**

5.10.1. Fyrir niðurbrotið: smábrot af hörðu postulíni eða glerperlur.

5.10.2. Fyrir eiminguna: nýbrenndur vikursteinn.

6. AÐFERÐ

6.1. **Undirbúningur rannsóknarsýnis**

Eins og lýst er í lið 1.2 í almennu ákvæðunum.

6.2. Próf til að finna ammóníaksköfnunarefni

Ef grunur leikur á að ammóníumkasínat eða önnur ammóníumsambönd fyrirfinnist er prófið sem hér er lýst framkvæmt. 10 ml af vatni og 100 mg af magnesíumoxíði er bætt við 1 g af sýninu í lítilli Erlenmeyer-kolbu. Magnesíumoxíði sem loðir við kolbuna er skolað niður og henni lokað með korktappa um leið og rökum, rauðum lakkmúspappír er smeygt milli tappans og kolbuhálsins. Innihaldi kolbunnar er blandað vandlega saman og hún hituð í 60 til 65 °C vatnsbaði. Verði lakkmúspappírinn blár innan 15 mínútna er ammóníak til staðar og aðferðin ónothæf (sjá 1. lið).

6.3. Núllpróf

Framkvæmt er núllpróf um leið og köfnunarefnisinnihald sýnisins er ákvarðað þar sem 0,5 g af súkrósa (4.4) eru notuð í stað prófskammtsins, sami búnaður, sama magn allra hvarfefna og sama aðferð og lýst er í (6.5). Fari títtur í núllprófinu yfir 0,5 ml af 0,1 mól/l sýru skal athuga hvarfefnin og hreinsa óhreit hvarfefni eitt eða fleiri eða skipta þeim út.

6.4. Prófskammtur

0,3 til 0,4 g af rannsóknarsýninu (6.1), vegin með 0,1 mg nákvæmni, eru flutt yfir í Kjeldahl-niðurbrotskolbuna (5.2).

6.5. Ákvörðun

6.5.1. Nokkur brot af postulíni eða nokkrar glerperlur (5.10.1) og um það bil 10 g af vatnsfirtra kalíumsúlfatínu (4.2) eru sett í kolbuna.

0,2 g af kopar(II)súlfati (4.3) er bætt við og skolað niður kolbuhálsinn með örlitlu vatni. 20 ml af óblandaðri brennisteinssýru (4.1) er bætt við. Innihaldi kolbunnar er blandað saman.

Lausnin er hituð við vægan hita með niðurbrotsbúnaðinum (5.3) uns froða hættir að myndast og látin sjóða við vægan hita uns hún verður tær og fölgrænblár litur helst. Kolban er skekin af og til meðan hitað er.

Suðu er haldið áfram og hitinn stilltur þannig að gufurnar þéttist í miðjum kolbuhálsinum. Hita er viðhaldið í 90 mínútur og forðast að staðbundin ofhitnun eigi sér stað.

Lausnin er látin kólna að stofuhita. Um það bil 200 ml af vatni og nokkrum vikurmolum (5.10.2) er bætt varlega út í. Þessu er blandað saman og kælt að nýju.

6.5.2. 50 ml af bórsýrulausninni (4.5) og fjórir dropar af litvísínum (4.8) eru settir í kolbuna. Þessu er blandað saman. Kolbunni er komið fyrir undir þéttinum (5.4) svo að fremsti hluti frárennslisrörsins (5.5) sé ofan í bórsýrulausninni. 80 ml af natríumhýdroxíðlausninni (4.6) er bætt út í Kjeldahl-kolbuna úr mæliglasi (5.8). Á meðan á þessari aðgerð stendur er kolbunni haldið í skáhallri stöðu til þess að natríumhýdroxíðlausnin fari niður kolbuvegginn og myndi botnlag.

Kjeldahl-kolban er þegar í stað tengd við þéttinn með dropavaranum (5.6).

Kjeldahl-kolbunni er snúið varlega til þess að blanda innihaldinu saman. Í fyrstu er soðið við vægan hita til að varast froðumyndun. Haldið er áfram að eima þannig að 150 ml af eimuðum vökva safnist á um það bil 30 mínútum. Hitastig eimaða vökvans ber að vera undir 25 °C. Um tveim mínútum áður en eimingu er lokið er Erlenmeyer-kolban lækkuð til að fremsti hluti frárennslisrörsins sé ekki lengur ofan í sýrulausninni og rörið skolað með vatni. Hitun er hætt, frárennslisrörið fjarlægt og skolað utan og innan með örlitlu vatni og skolinu safnað í Erlenmeyer-kolbuna.

6.5.3. Eimaði vökvinn er títraður í Erlenmeyer-kolbunni með stöðluðu saltsýrulausninni (4.7).

7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA

7.1. Formúla og reikningsaðferð

Prótíninnihald sýnisins, gefið til kynna sem hundraðshluti miðað við þyngd, er reiknað þannig:

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

þar sem:

V_1 er rúmmál stöðluðu saltsýrulausnarinnar (4.7) sem notuð er í ákvörðuninni (6.5) í millílítrum;

V_2 er rúmmál stöðluðu saltsýrulausnarinnar (4.7) sem notuð er í núllprófinu (6.3) í millílítrum;

T er styrkur stöðluðu saltsýrulausnarinnar (4.7) í mól/l;

m er þyngd prófskammtsins í grömmum.

Prótíninnihaldið er reiknað út með 0,1% nákvæmni.

7.2. Endurtekningarhæfni

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 0,5 g af prótíni fyrir hver 100 g af framleiðsluvörinni.

Þessi niðurstaða á að fást í 95% tilvika sem aðferðin er notuð.

AÐFERÐ 3

ÁKVÖRÐUN TÍTRANLEGS SÚRLEIKA

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með þessari aðferð er unnt að ákvarða títranlegan súrleika:

— súrra kasína.

2. SKILGREINING

Títranlegur súrleiki súrra kasína: rúmmál í millílítrum af 0,1 mól/l staðallausnar natríumhýdroxíðs sem þarf til að hlutleysa 1 g af vatnsseyði framleiðsluvörunnar.

3. MEGINREGLA

Tekið er vatnsseyði af sýninu við 60 °C og síað. Síuvökvinn er títraður með stöðluðu natríumhýdroxíði og fenólfталínlitvísir notaður.

4. HVARFEFNI

Losa skal koldíoxíð úr öllu vatni sem notað er við ákvörðunina eða tilreiðslu hvarfefnanna með því að sjóða vatnið í 10 mínútur fyrir notkun.

4.1. Natríumhýdroxíðlausn: 0,1 mól/l.

4.2. Fenólfталínlitvísislausn, 10 g/l í etanóli (95% V/V) hlutleyst miðað við litvísinn.

5. BÚNAÐUR

5.1. Fínvog

5.2. 500 ml **Erlenmeyer-kolba** með slípuðum hálsi og tappa úr slípuðu gleri.

5.3. 100 ml **rennipípa með einu marki**.

5.4. Hentug **rennipípa** til að mæla 0,5 ml af litvísislausn (4.2).

5.5. 250 ml **Erlenmeyer-kolba**.

5.6. 250 ml **mæliglas**.

5.7. **Mælipípa** með 0,1 ml kvörðum.

5.8. **Vatnsbað** sem unnt er að stilla á 60 °C ± 2 °C.

5.9. **Hentug sía**.

6. AÐFERÐ

6.1. Undirbúningur rannsóknarsýnis

Eins og lýst er í lið 1.2 í almennu ákvæðunum.

6.2. **Prófskammtur**

Um það bil 10 g af rannsóknarsýninu (6.1) eru vegin með 10 mg nákvæmni og færð yfir í Erlenmeyer-kolbuna (5.2).

6.3. **Ákvörðun**

200 ml af nýsoðnu og nýkældu vatninu, áður hitað í 60 °C, er bætt við úr 250 ml mæliglasinu í kolbuna (5.6). Tappi er settur í kolbuna, innihaldinu blandað með því að skekja hana og hún sett í vatnsbaðið við 60 °C (5.8) í 30 mínútur. Kolban er hrist með 10 mínútna millibili.

Innihaldið er síað og síuvökvinn kældur í um það bil 20 °C. Síuvökvinn skal vera tær.

100 ml af kældum síuvökvanum eru settir í Erlenmeyer-kolbuna (5.5) með rennipípunni (5.3). 0,5 ml af fenólftalínítvísislausninni (4.2) er bætt við með rennipípunni (5.4). Blandan er títruð með stöðluðu natríumhýdroxíðlausninni (4.1), uns ljósbleikur litur kemur í ljós, í að minnsta kosti 30 sekúndur. Magnið, sem notað er, er ákvarðað og skráð með 0,01 ml nákvæmni.

7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA

7.1. **Formúla og reikningsaðferð**

Títanlegur súrleiki síura kasínsins jafngildir:

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

þar sem:

V er rúmmál stöðluðu natríumhýdroxíðlausnarinnar (4.1) sem notuð er í milllítrum;

T er styrkur stöðluðu natríumhýdroxíðlausnarinnar (4.1) í mól/l;

m er þyngd prófskammtsins í grömmum.

Títanlegi súrleikinn er reiknaður út með tveimur aukastöfum.

7.2. **Endurtekningargæfni**

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 0,02 ml af 0,1 mól/l natríumhýdroxíði fyrir hvert g af framleiðsluvörinni.

Þessi niðurstaða á að fást í 95% tilvika sem aðferðin er notuð á réttan hátt.

AÐFERÐ 4

ÁKVÖRDUN ÖSKU

(þar á meðal P₂O₅)

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með þessari aðferð er unnt að ákvarða öskuinnihald (þar á meðal P₂O₅):

— sírra kasína.

2. SKILGREINING

Öskuinnihald (þar á meðal P₂O₅): öskuinnihald eins og það er ákvarðað með þeirri aðferð sem lýst er.

3. MEGINREGLA

Hluti af sýninu er brennt við 825 °C ± 25 °C þar sem magnesíumasetat er notað til þess að binda allan lífrænan fosfór. Öskumagnið sem eftir verður er reiknað út eftir að afgangsefnið hefur verið vegið og þyngd öskunnar frá magnesíumasetatinu dregin frá.

4. HVARFEFNI

4.1. **Magnesíumasetattetrahydratlausn**, 120 g/l. 120 g af magnesíumasetattetrahydrati [Mg (CH₃CO₂)₂·4H₂O] eru leyst upp í vatni og fyllt upp að einum lítra með vatni.

5. BÚNAÐUR

5.1. **Fínvog**5.2. **5 ml rennipípa með einu marki.**5.3. **100 ml kísil- eða platínudeigliur**, um það bil 70 mm í þvermál og 25 til 50 mm djúpar.5.4. **Hítaskápur** sem unnt er að stilla á 102 °C ± 1 °C.5.5. **Rafmagnsofn** sem unnt er að stilla á 825 °C ± 1 °C.5.6. **Sjóðandi vatnsbað.**

- 5.7. **Þurrkari** með nýjum og ávirkum kísilkristöllum ásamt rakavísi eða sambærilegu rakadrægu efni.
6. **AÐFERÐ**
- 6.1. **Undirbúningur rannsóknarsýnis**
Eins og lýst er í lið 1.2 í almennu ákvæðunum.
- 6.2. **Undirbúningur deiglanna**
Tvær deiglar (A, B) (5.3) eru hitaðar í rafmagnsofnum (5.5), sem stilltur er á $825\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, í 30 mínútur. Deigluarnar eru láttnar kólna aðeins og síðan færðar yfir í þurrkarann (5.7) þar sem þær eru láttnar kólna niður í hitastig vigtunarherbergisins og eru síðan vegnar með 0,1 mg nákvæmni.
- 6.3. **Prófskammtur**
Um það bil 3 g af rannsóknarsýninu (6.1) eru vegin með 0,1 mg nákvæmni beint ofan í aðra deiglu (A) sem hefur verið undirbúin.
- 6.4. **Ákvörðun**
Nákvæmlega 5 ml af magnesíumasetatslausninni (4.1) er bætt með rennipípunni (5.2) í deiglu (A) til þess að bleyta prófskammtinn sem látinn er standa í 20 mínútur.
Nákvæmlega 5 ml af magnesíumasetatslausninni (4.1) er bætt með rennipípunni (5.2) í hina deiglu sem hefur verið undirbúin (B).
Innihald deiglanna (A og B) er látið gufa upp á sjóðandi vatnsbaðinu (5.6) uns það er þurrt.
Báðar deiglu eru settar í hitaskápinn (5.4) sem stilltur er á $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ í 30 mínútur.
Deigla A er hituð ásamt innihaldi annaðhvort við lítinn loga, á heitri hellu eða undir innrauðu ljósi uns prófskammturinn er kolbrenndur í gegn en þess gætt að ekki kvikni í honum.
Báðar deigluarnar (A og B) eru færðar yfir í rafmagnsofnum (5.5), sem stilltur er á $825\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, og hitað í að minnsta kosti eina klukkustund uns allt kolefni er horfið úr deiglu A. Báðar deigluarnar eru láttnar kólna aðeins og síðan færðar yfir í þurrkarann (5.7) þar sem þær eru láttnar kólna niður í hitastig vigtunarherbergisins og síðan vegnar með 0,1 mg nákvæmni.
Upphitunin í rafmagnsofnum (5.5) er endurtekin í um það bil 30 mínútur og kælt og vegið uns stöðugri þyngd er náð með 1 mg frávikni eða hún byrjar að aukast. Minnsta þyngd er skráð.
7. **FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA**
- 7.1. **Reikningsaðferð**
Öskuinnehald sýnisins, þar með talið P_2O_5 , gefið upp sem hundraðshluti miðað við þyngd, jafngildir:

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

þar sem:

m_0 er þyngd prófskammtsins í grömmum;

m_1 er þyngd deiglu A með afgangsefnum í grömmum;

m_2 er þyngd deiglu A, þegar hún hefur verið undirbúin, í grömmum;

m_3 er þyngd deiglu B með afgangsefnum í grömmum;

m_4 er þyngd deiglu B, þegar hún hefur verið undirbúin, í grömmum.

Lokaniðurstaðan er reiknuð út með 0,01% nákvæmni

7.2. **Endurtekningarhæfni**

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 0,1 g fyrir hver 100 g af framleiðsluvörinni.

Þessi niðurstaða á að fást í 95% tilvika sem aðferðin er notuð á réttan hátt.

ADFERÐ 5

ÁKVÖRÐUN ÖSKU

(þar á meðal P₂O₅)

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ
Með þessari aðferð er unnt að ákvarða öskuinnihald (þar á meðal P₂O₅):
— súrra kasínhleypa.
2. SKILGREINING
Öskuinnihald (þar á meðal P₂O₅): öskuinnihald eins og það er ákvarðað með þeirri aðferð sem lýst er.
3. MEGINREGLA
Hluti af sýninu er brennt við 825 °C ± 25 °C uns stöðugri þyngd er náð. Afgangsefnið er ákvarðað með vigtun og reiknað út sem hundraðshluti miðað við þyngd sýnisins.
4. BÚNAÐUR
 - 4.1. **Fínvog**
 - 4.2. **Kísil- eða platínudeigla**, um það bil 70 mm í þvermál og 25 til 50 mm djúp.
 - 4.3. **Rafmagnsofn** með loftræstingu sem unnt er að stilla á 825 °C ± 25 °C.
 - 4.4. **Þurrkari** með nýjum og ávirkum kísilkristöllum ásamt rakavísi eða sambærilegu rakadrægu efni.
5. AÐFERÐ
 - 5.1. **Undirbúningur rannsóknarsýnis**
Eins og lýst er í lið 1.2 í almennu ákvæðunum.
 - 5.2. **Undirbúningur deiglu**
Deiglan (4.2) er hituð í rafmagnsofninum (4.3), sem stilltur er á 825 °C ± 25 °C, í 30 mínútur. Deiglan er látin kólna aðeins og síðan færð yfir í þurrkarann (4.4) þar sem hún er látin kólna niður í hitastig vigtunarherbergisins og síðan vegin með 0,1 mg nákvæmni.
 - 5.3. **Prófskammtur**
Um það bil 3 g af prófsýninu (5.1) eru vegin með 0,1 mg nákvæmni beint ofan í deiglu sem hefur verið undirbúin.
 - 5.4. **Ákvörðun**
Deiglan er hituð ásamt innihaldi annaðhvort við lítinn loga, á heitri hellu eða undir innrauðu ljósi uns prófskammturinn er kolbrenndur í gegn en þess gætt að ekki kvikni í honum.
Deiglan er færð yfir í rafmagnsofninn (4.3), sem stilltur er á 825 °C ± 25 °C, og hitað í að minnsta kosti eina klukkustund uns allt kolefni er horfið úr deiglu. Deiglan er látin kólna um stund og síðan færð yfir í þurrkarann (4.4) þar sem hún er látin kólna niður í hitastig vigtunarherbergisins og síðan vegin með 0,1 mg nákvæmni.
Upphitunin í rafmagnsofninum (4.3) er endurtekin í um það bil 30 mínútur og kælt og vegið uns stöðugri þyngd er náð með 1 mg frávikum eða hún byrjar að aukast. Minnsta þyngd er skráð.
6. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA
 - 6.1. **Reikningsaðferð og formúla**
Öskuinnihald sýnisins, þar með talið P₂O₅, gefið upp sem hundraðshluti miðað við þyngd, jafngildir:

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

þar sem:

m_0 er þyngd prófskammtsins í grömmum;

m_1 er þyngd deiglu með afgangsefnum í grömmum;

m_2 er þyngd deiglu, sem hefur verið undirbúin, í grömmum.

Lokaniðurstaðan er reiknuð út með 0,01% nákvæmni

6.2. Endurtekningarrhæfni

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 0,15 g af ösku fyrir hver 100 g af framleiðsluvörinni.

Þessi niðurstaða á að fást í 95% tilvika sem aðferðin er notuð á réttan hátt.

AÐFERÐ 6

ÁKVÖRÐUN pH

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með þessari aðferð er unnt að ákvarða pH fyrir:

— kasínöt.

2. SKILGREINING

pH fyrir kasínöt: pH vatnslausnar kasínata við 20 °C eins og það er ákvarðað með þeirri aðferð sem lýst er.

3. MEGINREGLA

Rafmæliákvörðun pH fyrir vatnslausn kasínats með pH-mæli.

4. HVARFEFNI

Allt vatn notað við tilreiðslu hvarfefnanna eða í aðferð 6 skal vera nýeimað og varið gegn koldíoxíðupptöku.

4.1. Jafnalausnir til að kvarða pH-mælinn (5.2).

Tvær staðaljafnalausnir með þekktu pH-gildi (með tveimur aukastöfum) við 20 °C sem liggja sitt hvoru megin við pH-gildi sýnisins, t.d. ftalatjafnalausn með pH-gildi í kringum 4 og bóraxjafnalausn með pH-gildi í kringum 9.

5. BÚNAÐUR

5.1. **Vog** með 0,1 g nákvæmni.

5.2. **pH-mælir** með minnst 0,05 pH-einingar næmi með rafskaut með viðeigandi kvarða, t.d. glerrafskaut, og kalómel eða annað viðmiðunarrafskaut.

5.3. **Hitamælir**, nákvæmni 0,5 °C.

5.4. 100 ml **Erlenmeyer-kolba** með tappa úr slípuðu gleri.

5.5. 50 ml **bikarglas**.

5.6. **Blandari**.

5.7. Minnst 250 ml **Bikarglas** fyrir blandarann.

6. AÐFERÐ

6.1. Undirbúningur rannsóknarsýnis

Eins og lýst er í lið 1.2 í almennu ákvæðunum.

6.2. Ákvörðun**6.2.1. Kvörðun pH-mælis**

Hitastig jafnalausnarinnar (4.1) er stillt á 20 °C og pH-mælirinn kvarðaður í samræmi við leiðarvísi framleiðanda.

ATHUGASEMDIR:

1. Framkvæma ber kvörðunina á meðan kolburnar standa í 20 mínútur (sjá 6.2.2).
2. Sé sýnaröð rannsókuð er kvörðun pH-mælisins athuguð með einni eða fleiri af stöðluðum jafnalausnunum, að minnsta kosti á 30 mínútna fresti.

6.2.2. Tilreiðsla próflausnar

95 ml af vatni er hellt í bikarglas (5.7), 5,0 g af rannsóknarsýninu (6.1) er bætt við og blandað í blandaranum (5.6) í 30 sekúndur.

Bikarglasinu er lokað með glerplötu og látið standa í 20 mínútur við um það bil 20 °C.

6.2.3. Mæling pH

6.2.3.1. Um það bil 20 ml af lausninni er hellt í bikarglasið (5.5) og pH vökvans ákvarðað án tafar með pH-mælinum (5.2) eftir að glerrafskautið hefur verið skolað vandlega með vatni.

6.2.3.2. pH er mælt.

7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA**7.1. Skráning pH**

Gildið sem lesið er af kvarða pH-mælisins er skráð með að minnsta kosti tveimur aukastöfum, sem pH fyrir kasínatsvatnslausnina.

7.2. Endurtekningargæfni

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 0,05 pH-einingar.

Þessi niðurstaða á að fást í 95% tilvika sem aðferðin er notuð á réttan hátt.
