

Verordnung der Bundesministerin für Gesundheit und Konsumentenschutz über Nährkaseine und Nährkaseinate

StF: BGBl. Nr. 548/1996

Auf Grund der §§ 10 Abs. 1 und 2, 19 Abs. 1 und 42 Abs. 4 des Lebensmittelgesetzes 1975, BGBl. Nr. 86, zuletzt geändert durch das Bundesgesetz BGBl. Nr. 1105/1994, wird - hinsichtlich des § 3 im Einvernehmen mit dem Bundesminister für wirtschaftliche Angelegenheiten - verordnet:

§ 1. Die Absätze 4, 5 und 9 bis 11, ausgenommen Absatz 11 (1) b), des Österreichischen Lebensmittelbuches (Codex Alimentarius Austriacus), III. Auflage, Kapitel B 32 "Milch und Milchprodukte", Teilkapitel D "Dauermilchprodukte", Abschnitt "Milcheiweißprodukte (insbesondere Kaseine und Kaseinate)" werden als Verordnung erlassen. Sie lauten:

4 Es gelten folgende Definitionen:

- a) Kasein: der in Milch als Hauptbestandteil enthaltene gewaschene und getrocknete, in reinem Wasser unlösliche Eiweißstoff, der aus Magermilch durch Fällung gewonnen wird, die durch
 - Zusatz von Säure,
 - mikrobiologische Säuerung,
 - Labfällung
 - oder andere milchkoagulierende Enzymevorgenommen wird, und zwar unbeschadet einer etwaigen vorherigen Behandlung mit Ionenaustausch- und Konzentrationsverfahren;
- b) Kaseinate: die durch Trocknen von Kaseinen, die mit neutralisierenden Stoffen behandelt wurden, gewonnenen Erzeugnisse;
- c) Magermilch: Milch, der nichts hinzugefügt wurde und bei welcher lediglich der Fettgehalt vermindert wurde.

5 Die Ausgangsprodukte müssen einer Wärmebehandlung unterzogen werden, die zu einem negativen Phosphatasenachweis führt.

9 Säure-Nährkasein oder Nährkasein (Säurekasein)

- 9 (1) Herstellung: aus Magermilch gemäß Abs. 4 lit. a in Verbindung mit lit. c, und zwar durch Fällung mit Hilfe von
- Milchsäure (E 270)
 - Zitronensäure (E 330)
 - Essigsäure (E 260)
 - Molke
 - milchsäurebildenden Bakterienkulturen -
 - Salzsäure
 - Schwefelsäure
 - Orthophosphorsäure

9 (2) Zusammensetzung:

- a) Wasser, höchstens 10 %
- b) Eiweiß in der Trockenmasse, mindestens 90 %
davon Nährkasein, mindestens 95 %
- c) Milchfett in der Trockenmasse, höchstens 2,25%
- d) titrierbare Säure, ausgedrückt in ml
zehntelnormaler Natronlauge in 1 g,
höchstens 0,27%
- e) Asche (einschl. P tief 2 O tief 5),
höchstens 2,52%
- f) Wasserfreie Lactose, höchstens 1,25%
- g) Sedimente (verbrannte Teilchen), höchstens .. 22,5mg
in 25 g

- 9 (3) Blei, höchstens 1 mg/kg
- 9 (4) Verunreinigungen (zB. Holz- oder Metallpartikel, Haare oder Insektenfragmente) keine in 25 g
- 9 (5) Organoleptische Merkmale:
 1. Geruch: ohne Fremdgerüche
 2. Aussehen: Farbe weiß bis cremeweiß; das Erzeugnis darf auch keinerlei Klumpen enthalten, die leichtem Druck widerstehen.
- 10 Labnährkasein oder Nährkasein (Labnährkasein)
- 10 (1) Herstellung: aus Magermilch gemäß Abs. 4 lit. a in Verbindung mit lit. c, und zwar durch Fällung mit Hilfe von
 - Lab oder
 - sonstigen milchkoagulierenden Enzymen
- 10 (2) Zusammensetzung:
 a) Wasser, höchstens 10 %
 b) Eiweiß in der Trockenmasse, mindestens 84 %
 davon Kasein, mindestens 95 %
 c) Milchfett in der Trockenmasse, höchstens 2 %
 d) Asche (einschl. P tief 20 tief 5),
 höchstens 7,50%
 e) Wasserfreie Lactose, höchstens 1, %
 f) Sedimente (verbrannte Teilchen), höchstens .. 22,5mg
 in 25 g
- 10 (3) Blei, höchstens 1 mg/kg
- 10 (4) Verunreinigungen (zB. Holz- oder Metallpartikel, Haare oder Insektenfragmente) keine in 25 g
- 10 (5) Organoleptische Merkmale:
 1. Geruch: ohne Fremdgerüche
 2. Aussehen: Farbe weiß bis cremeweiß; das Erzeugnis darf auch keinerlei Klumpen enthalten, die leichtem Druck widerstehen.
- 11 Nährkaseinat oder aufgeschlossenes Milcheiweiß (Kaseinat)
- 11 (1) Herstellung: a) aus Kasein gemäß Abs. 4 lit. b in Verbindung mit lit. a und c, das mit folgenden neutralisierenden Stoffen und wahlweise Puffersubstanzen behandelt worden ist:
 Natrium-) hydroxide
 Kalium -) karbonate
 Calcium-) phosphate
 Ammonium-) zitrone
 Magnesium-)
- 11 (2) Zusammensetzung:
 a) Wasser, höchstens 8 %
 b) Kasein in der Trockenmasse, mindestens 88 %
 c) Milchfett in der Trockenmasse, höchstens 2,0%
 d) Wasserfreie Lactose, höchstens 1,0%
 e) pH-Wert 22,5mg
 in 25 g
- 11 (3) Blei, höchstens 1 mg/kg
- 11 (4) Verunreinigungen (zB. Holz- oder Metallpartikel, Haare oder Insektenfragmente) keine in 25 g
- 11 (5) Organoleptische Merkmale:
 1. Geruch: sehr geringe Aroma- und sehr geringe Fremdgerüche.
 2. Aussehen: Farbe weiß bis cremeweiß; das Erzeugnis darf auch keinerlei Klumpen enthalten, die leichtem Druck widerstehen.
- 11 (6) Löslichkeit: fast völlig löslich in destilliertem Wasser, ausgenommen Calciumkaseinat.

Probenahme und Analysemethoden

§ 2. (1) Die Probenahme für Nährkaseine und Nährkaseinate hat gemäß den Bestimmungen des Anhangs I zu erfolgen.

(2) Für die Prüfung der Zusammensetzung von Nährkaseinen und Nährkaseinaten sind die im Anhang II angeführten oder gleichwertige *1) Analysemethoden anzuwenden.

*1) Als gleichwertig sind Analysemethoden anzusehen, die im Rahmen der jeweiligen Fragestellung vergleichbare Ergebnisse liefern. Vergleichbare Ergebnisse sind jedenfalls dann zu erwarten, wenn die in der Verordnung genannten Verfahrenskenndaten vom angewandten Verfahren erreicht oder übertroffen werden.

Kennzeichnung

§ 3. (1) Unbeschadet der Bestimmungen der Lebensmittelkennzeichnungsverordnung 1993 - LMKV, BGBl. Nr. 72/1993, in der jeweils geltenden Fassung, sind auf den Verpackungen, Behältnissen oder Etiketten von Nährkaseinen (§ 1 Codex-Absätze 9 und 10) sowie Nährkaseinaten (§ 1 Codex-Absatz 11) die folgenden Hinweise gut sichtbar, deutlich lesbar und unverwischbar anzubringen:

1. die in § 1 Codex-Absätze 9 bis 11 genannten Sachbezeichnungen, welche den dort beschriebenen Erzeugnissen vorbehalten sind und im Handel zu ihrer Kennzeichnung verwendet werden müssen; bei Nährkaseinaten zusätzlich zur Sachbezeichnung die Angabe der Kationen;
2. a) bei als Mischungen verkauften Produkten der Hinweis "Mischung aus ...", gefolgt von den Sachbezeichnungen der Produkte, aus denen die Mischung besteht, in absteigender Reihenfolge ihres jeweiligen Gewichtsanteils;
b) bei Mischungen mit Kaseinaten die Angabe der Kationen;
c) bei Mischungen mit Kaseinaten außerdem der Eiweißgehalt;
3. die Nettofüllmenge nach Kilogramm oder Gramm;
4. der Name (Firma oder Firmenschlagwort) und die Anschrift der erzeugenden oder verpackenden Unternehmung oder eines in einem Mitgliedstaat der Europäischen Union oder einem anderen Vertragsstaat des Abkommens über den Europäischen Wirtschaftsraum niedergelassenen Verkäufers. Bei ausländischen, nicht aus dem Europäischen Wirtschaftsraum eingeführten Produkten ist das Ursprungsland anzugeben;
5. das Herstellungsdatum oder eine Angabe, die eine Identifizierung des Loses (Charge) ermöglicht;

(2) Die Angaben nach Abs. 1 Z 2 lit. c sowie Z 3 und 4 brauchen nur auf den die Waren begleitenden Geschäftspapieren aufzuscheinen; bei Beförderung von Schüttgut gilt dies auch für Abs. 1 Z 2 lit. b und Z 5.

ANHANG I

METHODEN FÜR DIE PROBENAHME VON KASEINEN UND KASEINATEN FÜR DIE MENSCHLICHE ERNÄHRUNG

I. ALLGEMEINE BESTIMMUNGEN

1. Verwaltungsvorschriften
 - 1.1. Personal
Die Probenahme soll von einer mit den in dem Mitgliedstaat geltenden Vorschriften qualifizierten und zugelassenen Person vorgenommen werden.
 - 1.2 Verschießen und Etikettieren der Proben
Jede offizielle Probe wird am Ort der Entnahme verschlossen, versiegelt und gemäß den Vorschriften des Mitgliedstaats

- gekennzeichnet.
- 1.3. Parallelproben
Für die Analysen sind mindestens zwei gleiche, repräsentative Proben gleichzeitig zu entnehmen. Vorbehaltlich der noch auszuarbeitenden Gemeinschaftsbestimmungen hängt die Anzahl der zu entnehmenden Proben von den entsprechenden einzelstaatlichen Rechtsvorschriften der einzelnen Mitgliedstaaten ab. Die Proben sind dem Laboratorium so bald wie möglich nach der Probenahme zuzusenden.
 - 1.4. Bericht
Der Probe ist ein Entnahmebericht beizufügen, der gemäß den nationalen Bestimmungen des Mitgliedstaats aufgestellt wird.
2. Geräte für die Probenahme
 - 2.1. Eigenschaften
Alle Geräte müssen für die Probenahme geeignet sein und keine Veränderungen der Probe bewirken, die die Analyseergebnisse beeinflussen. Die Verwendung von Geräten aus rostfreiem Stahl wird empfohlen. Alle Oberflächen sollen glatt und frei von Kratzern und alle Ecken abgerundet sein. Die Geräte für die Probenahme müssen den Anforderungen entsprechen, die für jedes der zu prüfenden Erzeugnisse festgelegt sind.
3. Probebehälter
 - 3.1. Eigenschaften
Die Behälter und die Verschlüsse für Proben sollen aus Werkstoffen bestehen und so gestaltet sein, daß die Probe angemessen gegen jede mögliche Veränderung geschützt ist, die das Ergebnis der nachfolgenden Analysen oder Untersuchungen beeinflussen kann. Zu den geeigneten Werkstoffen gehören Glas, einige Metalle und einige Kunststoffe. Der Behälter sollte vorzugsweise undurchsichtig sein. Wenn lichttransparente Behälter benutzt werden, sollen diese mit Inhalt an einem dunklen Ort aufbewahrt werden. Die Behälter und die Verschlüsse müssen sauber und trocken sein.
Die Form und das Fassungsvermögen der Behälter müssen den Anforderungen entsprechen, die für das zu prüfende Erzeugnis festgelegt sind.
Einweg-Kunststoffbehälter, Behälter aus mit Aluminiumfolie beschichtetem Kunststoff und geeignete Kunststoffbeutel mit entsprechenden Verschlüssen können benutzt werden. Andere Behälter als Plastikbeutel müssen dicht verschlossen werden können, entweder mit einem geeigneten Stopfen oder durch Metall- oder Kunststoff-Schraubkappen, die erforderlichenfalls mit einer feuchtigkeitsdichten, unlöslichen, nicht-absorbierenden und fettresistenten Kunststoffbeschichtung ausgekleidet sind, so daß jede Beeinflussung des Geruchs, des Geschmacks, der Eigenschaften oder Zusammensetzung der Probe vermieden wird. Werden Stopfen verwendet, so sollen diese aus nicht-absorbierendem geruchlosem Material bestehen.
4. Technik der Probenahme
Der Probenbehälter soll unmittelbar nach der Probenahme verschlossen werden.
5. Aufbewahrung und Lagerung von Proben
Die Lagertemperatur vor dem Transport der Proben der verschiedenen Kaseine und Kaseinate soll 25 Grad C nicht

überschreiten.

6. Beförderung der Proben
Die Proben sollen so rasch wie möglich nach der Probenahme (nach Möglichkeit innerhalb von 24 Stunden) zu dem Untersuchungslabor befördert werden. Während der Beförderung sind Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um eine Beeinträchtigung durch gasförmige Kontaminationen, direktes Sonnenlicht und Temperaturen von mehr als 25 Grad C zu vermeiden.

II. METHODE - PROBENAHEME VON KASEINEN UND KASEINATEN

1. Zweck und Anwendungsbereich
Diese Methode beschreibt die Probenahme von
 - Säurenährkaseinen,
 - Labnährkaseinen,
 - Nährkaseinaten.
2. Geräte
Siehe Ziffer 2 der Allgemeinen Bestimmungen.
 - 2.1. Probenahmesonden, die ausreichend lang sind, um bis zum Grund der das Erzeugnis enthaltenden Behälter durchzudringen. Probenahmesonden, die der Beschreibung in Teil III zu diesem Anhang entsprechen.
 - 2.2. Löffel oder Spatel mit breitem Blatt
 - 2.3. Probenbehälter
Siehe Ziffer 3 der Allgemeinen Bestimmungen.
3. Durchführung
 - 3.1. Allgemein
Es sind alle Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um die Aufnahme von Luftfeuchtigkeit durch den Inhalt des das Erzeugnis enthaltenden Behälters vor und während der Probenahme für die Analyse möglichst gering zu halten. Der Behälter für das Erzeugnis wird nach der Probenahme wieder sorgfältig verschlossen.
 - 3.2. Durchführung
 - 3.2.1. Probenahme für chemische Analyse
Die zu entnehmende Probemenge soll mindestens 200 g betragen.
Die saubere und trockene Probenahmesonde wird durch das Erzeugnis hindurchgeführt, erforderlichenfalls wird hierzu der Behälter geneigt oder auf die Seite gelegt. Die Öffnung der Sonde wird nach unten gerichtet, das Einführen soll gleichmäßig erfolgen. Wenn die Sonde den Boden des Behälters erreicht, wird sie um 180 Grad gedreht, wieder herausgezogen und der Inhalt in den Probenbehälter eingefüllt. Für die Menge von 200 g sind eine oder mehrere Entnahmen vorzunehmen. Sobald die genügende Probemenge gesammelt ist, wird der Probenbehälter sofort verschlossen.
 - 3.2.2. Probenahme von kleinen Verkaufspackungen
Eine unbeschädigte, ungeöffnete Verkaufspackung wird zur Probenahme verwendet. Möglichst sind ein oder mehrere Verkaufspackungen derselben Partie oder derselben Kennzeichnummer zu nehmen, um eine Probe von mindestens 200 g zu erhalten.
Wenn es erforderlich ist, Instant-Eigenschaften zu bestimmen, ist dieses Probenahmeverfahren stets anzuwenden.
 - 3.2.3. Erhaltung, Lagerung und Beförderung der Probe
Siehe Ziffern 5 und 6 der Allgemeinen Bestimmungen.

III. SONDEN FÜR DIE PROBENAHEME VON KASEINEN UND KASEINATEN

1. Sondenarten
Typ A: lang,
Typ B: kurz,
(siehe Abbildung).
2. Geräte
Blatt und Halterung sollten aus polienem Metall, möglichst aus rostfreiem Stahl bestehen. Der Griff der langen Sonde sollte vorzugsweise aus rostfreiem Stahl angefertigt sein. Die Kurzsonde sollte mit einem abnehmbaren Griff aus Holz oder Kunststoff versehen sein, der mit einem Bajonettverschluß auf die eigentliche Sonde aufgesetzt wird.
3. Fertigungsweise
 - 3.1. Form, Material und Endbearbeitung sollten dem Gerät solche Eigenschaften geben, daß es leicht gereinigt und erforderlichenfalls sterilisiert werden kann.
 - 3.2. Der hervorstehende Rand des Sondenblatts des Typs A soll genügend scharf sein, um als Schaber dienen zu können.
 - 3.3. Die Spitze des Sondenblatts muß hinreichend scharf sein, um die Probenahme zu erleichtern.
4. Hauptabmessungen
Die Sonden sollen den in der nachstehenden Tabelle aufgeführten Maßen mit einer Toleranz von 10% entsprechen:

(Abmessungen in mm)

	Typ A - lang	Typ B - kurz
Länge des Sondenblatts	800	400
Dicke des Metalls des Blatts	1 bis 2	1 bis 2
Innendurchmesser der Sonde an Spitze	18	32
Innendurchmesser der Sonde unter dem Griff	22	28
Schlitzweite an der Spitze,	4	20
Schlitzweite unter dem Griff	14	14

5. Hinweise zur Anwendung der Sonden
 - 5.1. In mehr oder weniger leicht fließende Pulver können die Sonden senkrecht eingeführt werden. Die Sonde vom Typ A wird vollständig durch Drehen gefüllt und kann senkrecht zurückgezogen werden.
Die Sonde vom Typ B wird während des Einführens bereits vollständig gefüllt, muß aber beim Zurückziehen in geeigneter Stellung gehalten werden, um Verluste am unteren Ende zu vermeiden.
 - 5.2. Bei mehr oder weniger freifließendem Pulver werden die Behälter geneigt und die Sonden fast horizontal mit dem Schlitz nach unten eingeführt und mit dem Schlitz nach oben wieder herausgezogen.

Abbildung

SONDEN FÜR DIE PROBENAHME VON KASEINEN UND KASEINATEN

(Anm.: Abbildung nicht darstellbar, es wird daher auf die gedruckte Form des BGBI. verwiesen)

UND NÄHRKASEINATEN

- I. Allgemeine Bestimmungen
- II. Bestimmung des Wassergehalts in
 - Säurekaseinen nach Methode 1, Anhang II
 - Labkaseinen nach Methode 1, Anhang II
 - Kaseinaten nach Methode 1, Anhang II
- III. Bestimmung des Eiweißgehalts in
 - Säurekaseinen nach Methode 2, Anhang II
 - Labkaseinen nach Methode 2, Anhang II
 - Kaseinaten nach Methode 2, Anhang II
- IV. Bestimmung der titrierbaren Säure in
 - Säurekaseinen nach Methode 3, Anhang II
- V. Bestimmung der Aschen (P tief 2 O tief 5 eingeschlossen) in
 - Säurekaseinen nach Methode 4, Anhang II
 - Labkaseinen nach Methode 5, Anhang II
- VI. Bestimmung des pH-Wertes in
 - Kaseinaten nach Methode 6, Anhang II

ALLGEMEINE BESTIMMUNGEN

- 1. VORBEREITUNG DER ANALYSENPROBE
 - 1.1. Allgemeines
 - Die Masse der dem Laboratorium zur Analyse zur Verfügung zu stellenden Probe soll mindestens 200 g betragen.
 - 1.2. Vorbereitung der Probe für die Analyse im Laboratorium
 - 1.2.1. Die Probe wird sorgfältig gemischt und sämtliche Klumpen werden zerkleinert, indem der Behälter ständig geschüttelt und gedreht wird (soweit erforderlich wird die gesamte Probe zu diesem Zweck in einen luftdichten Behälter mit ausreichendem Fassungsvermögen (das doppelte Volumen der Probe) gegeben).
 - 1.2.2. In das Testsieb (3.3) wird eine repräsentative Menge - z. B. etwa 50 g - der gründlich gemischten Probe (1.2.1) eingegeben.
 - 1.2.3. Wenn die 50 g das Sieb (3.3) vollständig oder fast vollständig passieren (mindestens 95% des Gewichts) wird sie gemäß 1.2.1 eingegeben.
 - 1.2.4. Andernfalls wird die 50-g-Menge mit der Mahlvorrichtung (3.4) so lange zerkleinert, bis sie dem Siebkriterium (1.2.3) entspricht. Die gesiebte Probe wird sofort vollständig in einen luftdichten Behälter mit ausreichendem Fassungsvermögen (das doppelte Volumen der Probe) gegeben und unter ständigem Schütteln und Drehen gemischt. Während dieser Vorgänge ist darauf zu achten, daß der Feuchtigkeitsgehalt der Probe nicht verändert wird.
 - 1.2.5. Wenn die Versuchsprobe vorbereitet ist, sollte die Bestimmung sobald wie möglich durchgeführt werden.
 - 1.3. Behälter
 - Die Probe ist stets in einem luftdichten und feuchtigkeitsdichten Behälter aufzubewahren.
- 2. REAGENZIEN
 - 2.1. Wasser
 - 2.1.1. Wo immer Wasser für die Lösung, die Verdünnung oder das Waschen erwähnt wird, ist destilliertes Wasser oder entmineralisiertes Wasser von mindestens gleicher Reinheit zu verwenden.
 - 2.1.2. Wo immer "Lösung" oder "Verdünnung" ohne weitere Angaben erwähnt werden, ist "Lösung in Wasser" oder "Verdünnung mit Wasser" gemeint.

- 2.2. Chemikalien
Alle verwendeten Chemikalien müssen von p. a. Qualität sein, sofern nichts anderes angegeben wird.
3. GERÄTE
- 3.1. Liste
Die Auflistung der Geräte enthält nur Gegenstände mit einem besonderen Verwendungszweck und solche mit einer besonderen Spezifikation.
- 3.2. Analysenwaage
Analysenwaage bedeutet eine Waage mit einer Ablesegenauigkeit von mindestens 0,1 mg.
- 3.3. Kontrollsieb
Kontrollsiebe aus Metallgewebe, mit einem Deckel verschlossen, Durchmesser 200 mm, bestehend aus Drahtgewebe mit einer Nennmaschenweite von 500 μm . Die zulässigen Gerätetoleranzen und Drahtdurchmesser sind in der ISO-Norm 3310/1 angegeben (Kontrollsiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 1: Metalle Drahtgewebe - ISO 3310/1 - 1975).
Die Siebe sind mit einem Auffangbehälter auszustatten.
- 3.4. Mahlvorrichtung
mit der erforderlichenfalls (siehe 1.2.4) die Laborprobe ohne exzessive Erwärmung und Feuchtigkeitsverlust oder -absorption zerkleinert werden kann. Ein Hammermahlwerk sollte nicht verwendet werden.
4. ANGABE DER ERGEBNISSE
- 4.1. Ergebnisse
Das im Analysenbericht angegebene Ergebnis stellt den Mittelwert aus mindestens zwei Bestimmungen dar, deren Wiederholbarkeit für die jeweilige Methode zufriedenstellend ist.
- 4.2. Berechnung in Prozentsätzen
Sofern nichts anderes vorgeschrieben ist, wird das Ergebnis in Masseprozent angegeben.
5. PRÜFBERICHT
Im Prüfbericht sind die Analysenmethode und die erhaltenen Ergebnisse anzugeben. Zusätzlich sind alle Verfahrensdetails anzugeben, die in der Analysenmethode nicht spezifiziert oder die wahlweise zugelassen sind, sowie alle Umstände, die möglicherweise das erhaltene Ergebnis beeinflußt haben. Der Prüfbericht muß alle für die vollständige Identifizierung der Probe erforderlichen Angaben enthalten.

METHODE 1
BESTIMMUNG DES WASSERGEHALTS

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH
Diese Methode dient zur Bestimmung des Wassergehalts von
- Säurekaseinen,
- Labkaseinen,
- Kaseinaten.
2. DEFINITION
Feuchtigkeitsgehalt von Kaseinen und Kaseinaten: der nach der beschriebenen Methode bestimmte Masseverlust.
3. PRINZIP
Nach Trocknen unter normalem Luftdruck im Trockenschrank bei 102 Grad C \pm 1 Grad C zur konstanten Masse wird die

Rückstandsmasse der Probe bestimmt. Der Masseverlust wird in Prozent zur Masse der Probe berechnet.

4. GERÄTE

- 4.1. Analysenwaage
- 4.2. Wägeschalen mit flachem Boden und aus unter den Versuchsbedingungen nicht rostendem Material, z. B. Nickel, Aluminium, Rostfreistahl oder Glas. Die Schalen müssen Deckel haben, die dicht schließen, jedoch leicht abgenommen werden können. Geeignete Abmessungen sind Durchmesser 60 bis 80 mm und Tiefe etwa 25 mm.
- 4.3. Trockenschrank mit normalem Luftdruck, gut belüftet, thermostatgeregelt für eine Temperatur von 102 Grad C \pm 1 Grad C. Die Temperatur soll im ganzen Trockenschrank gleichmäßig sein.
- 4.4. Exsikkator mit frisch aktiviertem, einen Feuchtigkeitsindikator enthaltende Silicagel oder einem gleichwertigen Trockenmittel.
- 4.5. Geeignetes Gerät für die Manipulation der Schalen, z. B. Laborzangen.

5. DURCHFÜHRUNG

- 5.1. Vorbereitung der Analysenprobe
Beschreibung siehe Punkt 1.2 der Allgemeinen Bestimmungen.
- 5.2. Vorbereitung der Wägeschale
 - 5.2.1. Die abgedeckte Wägeschale und ihr Deckel (4.2) werden in dem auf 102 Grad C \pm 1 Grad C geregelten Trockenschrank (4.3) mindestens eine Stunde lang erhitzt.
 - 5.2.2. Dann wird der Deckel auf die Schale aufgesetzt und die abgedeckte Schale in den Exsikkator (4.4) eingesetzt, in dem man sie auf die Temperatur des Wägeraums abkühlen läßt; anschließend wird auf 0,1 mg genau gewogen (M tief 0)
- 5.3. Versuchsmenge
3 bis 5 g der Versuchsprobe (5.1) werden in die Schale eingewogen, diese mit dem Deckel abgedeckt und die Schale mit Inhalt auf 0,1 mg genau gewogen (M tief 1).
- 5.4. Bestimmung
 - 5.4.1. Die Schale wird abgedeckt und zusammen mit dem Deckel in den auf 102 Grad C \pm 1 Grad C geregelten Trockenschrank für eine Trockenzeit von vier Stunden eingesetzt.
 - 5.4.2. Der Deckel wird wieder auf die Schale aufgesetzt und diese in den Exsikkator gestellt, in dem man sie auf die Temperatur des Wägeraums abkühlen läßt; dann wird sie auf 0,1 mg genau gewogen.
 - 5.4.3. Anschließend wird die Schale abgedeckt und zusammen mit dem Deckel im Trockenschrank eine Stunde lang erhitzt. Anschließend wird Punkt 5.4.2 wiederholt.
 - 5.4.4. Ist die nach Punkt 5.4.3 erhaltene Masse mehr als 1 mg geringer als die nach Punkt 5.4.2 erhaltene Masse, so ist Punkt 5.4.3 zu wiederholen.
Tritt eine Erhöhung der Masse ein, so ist die niedrigste festgehaltene Masse in die Berechnung (6.1) einzusetzen. Die endgültig festgehaltene Masse ist m tief 2 g.
Die gesamte Trockenzeit sollte normalerweise sechs Stunden nicht überschreiten.

6. AUSWERTUNG

- 6.1. Berechnung
Der beim Trocknen eingetretene Masseverlust wird mittels nachstehender Formel berechnet und in Masseprozent ausgedrückt:

$$M \text{ tief } 1 - M \text{ tief } 2$$

----- x 100

M tief 1 - M tief 0

wobei M tief 0 = Masse in g der Schale und des Deckels nach Durchführung von 5.2,

M tief 1 = Masse in g der Schale, des Deckels und der Probe vor dem Trocknen (5.3),

M tief 2 = Masse in g der Schale, des Deckels und der Probe nach dem Trocknen 5.4.3 oder 5.4.4).

Der beim Trocknen eingetretene Masseverlust ist auf 0,01% genau zu berechnen.

6.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier Bestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher an der gleichen Probe und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf 0,1 g Wassergehalt pro 100 g des Erzeugnisses nicht überschreiten. Diese Spanne sollte in 95 von 100 Bewertungen nicht überschritten werden.

METHODE 2

BESTIMMUNG DES EIWEISSGEGHALTS

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode dient zur Bestimmung des Eiweißgehalts von

- Säurekaseinen,
- Labkaseinen,
- Kaseinaten,

ausgenommen von Kaseinaten, die Ammoniumkaseinat oder andere Ammonium- oder Stickstoffverbindungen enthalten.

2. DEFINITION

Eiweißgehalt: Der nach dieser Methode bestimmte Stickstoffgehalt, multipliziert mit dem Faktor 6,38, ausgedrückt in Massenprozent.

3. PRINZIP

Eine bekannte Menge der Probe wird mit einer Mischung von Kaliumsulfat und Schwefelsäure unter Verwendung von Kupfer(II)-Sulfat als Katalysator aufgeschlossen, um den organischen Stickstoff in ammoniakalischen Stickstoff umzusetzen. Das Ammoniak wird destilliert und in Borsäurelösung absorbiert, dann mit Salzsäure-Standardlösung titriert. Der Stickstoffgehalt wird durch Multiplikation mit dem Faktor 6,38 in den Eiweißgehalt umgerechnet.

4. REAGENZIEN

- 4.1. Schwefelsäure, konzentriert, S tief 20 1,84 g/ml.
- 4.2. Kaliumsulfat, wasserfrei (K tief 2 SO tief 4).
- 4.3. Kupfer(II)-Sulfat-Pentahydrat (CuSO tief 4 5H tief 2 O).
- 4.4. Saccharose (C tief 12 H tief 22 O tief 11).
- 4.5. Borsäure, 40 g/l-Lösung.
- 4.6. Natriumhydroxid, konzentrierte wäßrige Lösung 30% m/m, frei von Karbonat.
- 4.7. Salzsäure, 0,1 mol/l.
- 4.8. Indikatorgemisch: Hierzu werden gleiche Volumen von 2 g/l-Methylrotlösung in mindestens 95% v/v Äthanol und 1 g/l-Lösung von Methylenblau in mindestens 95% v/v Äthanol gemischt.

5. GERÄTE

- 5.1. Analysenwaage
- 5.2. Kjeldahl-Kolben, 500 ml.

- 5.3. Aufschlußgerät zum Festlegen des Kjeldahl-Kolbens (5.2) in geneigter Stellung und mit einer Erwärmungsvorrichtung, mit der vermieden werden kann, daß der Teil des Kolbens oberhalb des Flüssigkeitsspiegels erhitzt wird.
- 5.4. Kondensator mit gerader innerer Röhre.
- 5.5. Ablaufrohr mit Sicherheitsbuchtung, welches an das untere Ende des Kondensators (5.4) mit Hilfe einer Glasschliffverbindung oder eines Gummirohrs angeschlossen ist. Sofern eine Gummiverbindung verwendet wird, sollte sie nicht zu lang sein.
- 5.6. Spritzaufsatz, der an den Kjeldahl-Kolben (5.2) und den Kondensator (5.4) mit einem weichen, dichtschießenden Stopfen aus Gummi oder einem anderen geeigneten Material angeschlossen ist.
- 5.7. Erlenmeyerkolben, 500 ml.
- 5.8. Meßzylinder, 50 ml und 100 ml.
- 5.9. Bürette, 50 ml, Maßeinteilung 0,1 ml.
- 5.10. Siedehilfen
- 5.10.1. Für den Aufschluß: kleine Stücke Hartporzellan oder Glasperlen.
- 5.10.2. Für die Destillation: frische Bimssteinstückchen.

6. DURCHFÜHRUNG

- 6.1. Vorbereitung der Probe
Beschreibung siehe Punkt 1.2 der Allgemeinen Bestimmungen.
- 6.2. Versuch zur Prüfung von ammoniakalischem Stickstoff
Wird das Vorhandensein von Ammoniumkaseinat oder anderen Ammoniumverbindungen vermutet, so ist folgender Vorversuch durchzuführen: zu 1 g Probe werden in einem kleinen Erlenmeyerkolben 10 ml Wasser und 100 mg Magnesiumoxid eingegeben. Alles an den Innenwänden haftende Magnesiumoxid ist in die Lösung einzuspülen und dann der Kolben mit einem Korkstopfen zu verschließen; zwischen den Korkstopfen und den Flaschenhals wird ein Stück feuchtes totes Lakmuspapier eingelegt. Der Inhalt des Kolbens wird sorgfältig gemischt und der Kolben im Wasserbad auf 60 bis 65 Grad C erhitzt. Wenn das Lakmuspapier sich innerhalb von 15 Minuten blau verfärbt, ist Ammoniak vorhanden und die Methode somit nicht anwendbar (siehe Punkt 1).
- 6.3. Blindversuch
Gleichzeitig mit der Bestimmung des Stickstoffgehalts der Probe wird ein Blindversuch mit 0,5 g Saccharose (4.4) anstelle der Probe unter Verwendung des gleichen Geräts, der gleichen Mengen aller Reagenzien und des gleichen Verfahrens wie unter Punkt 6.5 beschrieben durchgeführt. Überschreitet die Titration in der Blindversuchsbestimmung 0,5 ml von 0,1 mol/l-Säure, so sind die Reagenzien zu überprüfen und das (die) verunreinigte(n) Reagenz(ien) zu reinigen oder zu ersetzen.
- 6.4. Versuchsprobe
In dem Kjeldahlkolben (5.2) werden 0,3 bis 0,4 g der Versuchsprobe (6.1) auf 0,1 mg genau eingewogen.
- 6.5. Bestimmung
- 6.5.1. In den Kolben werden einige Porzellanstückchen oder einige Glasperlen (5.10.1) und etwa 10 g wasserfreies Kaliumsulfat (4.2) eingegeben.
Dann werden 0,2 g Kupfer (II)-Sulfat (4.3) hinzugegeben und der Flaschenhals mit etwas Wasser nachgespült, anschließend 20 ml der konzentrierten Schwefelsäure (4.1) zugegeben. Den Inhalt des Kolbens mischen.
Der Kolben mit Inhalt wird im Aufschlußgerät (5.3) langsam erhitzt, bis jede Schaumbildung unterbleibt. Langsam

stärker, bis die Lösung keine schwarzen Partikel mehr enthält und eine blaßgrünblaue Farbe beibehält. Während des Erhitzens des Kolbens gelegentlich durch leichtes Schütteln durchmischen.

Der Siedevorgang muß so geregelt werden, daß die Dämpfe in der Mitte des Flaschenhalses kondensieren. Das Erhitzen wird 90 Minuten lang weitergeführt, wobei jede lokale Überhitzung zu vermeiden ist.

Anschließend läßt man den Kolben mit Inhalt auf Zimmertemperatur abkühlen. Dann werden sorgfältig 200 ml Wasser und einige Bimssteinstückchen (5.10.2) zugegeben, durchgemischt und erneut gekühlt.

6.5.2. In den Erlenmeyerkolben (5.7) werden 50 ml der Borsäurelösung (4.5) und 4 Tropfen des Indikators (4.8) eingegeben und der Inhalt durchgemischt. Der Erlenmeyerkolben wird unter den Kondensator (5.4) gesetzt, so daß das Ende des Ablaufrohrs (5.5) in die Borsäurelösung eintaucht. Mit einem Meßzylinder (5.8) werden 80 ml der Natriumhydroxid-Lösung (4.6) in den Kjeldahlkolben eingefüllt. Während dieses Verfahrensschrittes ist der Kolben in geneigter Stellung zu halten, so daß die Natriumhydroxid-Lösung an der Innenwand des Kolbens entlang zur Bildung einer Bodenschicht einfließen kann. Dann wird der Kjeldahlkolben sofort mittels des Spritzaufsatzes (5.6) an den Kondensator angeschlossen. Der Kjeldahlkolben wird sanft gedreht, um den Inhalt zu mischen. Zunächst langsam erwärmen und Schaumbildung verhindern. Dann mit der Destillation weiterfahren, bis 150 ml Destillat in etwa 30 Minuten angesammelt sind. Die Temperatur des Destillats sollte weniger als 25 Grad C betragen.

Etwa 2 Minuten vor Ende der Destillation wird der Erlenmeyerkolben so abgesenkt, daß das Ende des Ablaufrohrs nicht mehr in die Säurelösung eintaucht das Ende mit etwas Wasser spülen. Das Erwärmen wird eingestellt, das Ablaufrohr entfernt, dessen innere und äußere Wände mit etwas Wasser gespült und das Spülwasser in dem Erlenmeyerkolben aufgefangen.

6.5.3. Das Destillat in dem Erlenmeyerkolben wird mit der 0,1 mol/l Salzsäurelösung (4.7) titriert.

7. BERECHNUNG DER ERGEBNISSE

7.1. Formel und Methode der Berechnung

Der Eiweißgehalt der Probe, ausgedrückt in Masseprozent, wird mit folgender Formel ermittelt:

$$\frac{(V \text{ tief } 1 - V \text{ tief } 2) \times T \times 14 \times 100 \times 6,38}{m \times 1000} =$$

$$8,932 (V \text{ tief } 1 - V \text{ tief } 2) \times T$$

wobei V tief 1 = das Volumen in ml der bei der Bestimmung (6.5) verbrauchten volumetrischen n-Salzsäurelösung (4.7),
V tief 2 = das Volumen in ml der beim Blindversuch (6.3) verbrauchten volumetrischen n-Salzsäurelösung (4.7) in mol/l,
T = die Stärke der volumetrischen n-Salzsäurelösung (4.7) in mol/l,
m = die Masse der Versuchsprobe in g.

Der Eiweißgehalt ist auf 0,1% genau anzugeben.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier Bestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher und unter denselben Bedingungen an der gleichen Probe durchgeführt worden sind, darf 0,5 g Eiweiß pro 100 g des Erzeugnisses nicht überschreiten.

Diese Spanne sollte in 95 von 100 Bewertungen nicht überschritten werden.

METHODE 3 BESTIMMUNG DER TITRIERBAREN SÄURE

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH
Die Methode dient zur Bestimmung der titrierbaren Säure in Säurekaseinen.
2. DEFINITION
Titrierbare Säure: Das in ml gemessene Volumen einer 0,1 mol/l Natriumhydroxid-Lösung, das zur Neutralisierung eines wäßrigen Extrakts von 1 g des Erzeugnisses erforderlich ist.
3. PRINZIP
Ein wäßriger Extrakt der Probe wird bei 60 Grad C entnommen und filtriert. Das Filtrat wird in einer natriumhydroxid-Standardlösung unter Verwendung eines Phenolphthaleinindikators titriert.
4. REAGENZIEN
Das für das Verfahren oder die Zubereitung von Reagenzien benötigte Wasser wird zuvor durch zehnminütiges Kochen von Kohlendioxid befreit.
 - 4.1. Natriumhydroxidlösung, 0,1 mol/l.
 - 4.2. Phenolphthalein-Indikatorlösung, 10 g/l in Äthanol (95% v/v) zum Indikator neutralisiert.
5. GERÄTE
 - 5.1. Analysenwaage
 - 5.2. Erlenmeyerkolben, 500 ml, mit Schliffstopfen.
 - 5.3. Pipette, auf 100 ml markiert.
 - 5.4. Pipette, geeignet zur Abmessung von 0,5 ml der Indikatorlösung (4.2).
 - 5.5. Erlenmeyerkolben, 250 ml.
 - 5.6. Meßzylinder, 250 ml.
 - 5.7. Bürette mit Maßeinteilung 0,1 ml.
 - 5.8. Wasserbad, regelbar auf eine Temperatur von 60 +/- 2 Grad C.
 - 5.9. Geeignete Filter
6. VERFAHREN
 - 6.1. Vorbereitung der Versuchsprobe
Beschreibung siehe Punkt 1.2 der Allgemeinen Bestimmungen.
 - 6.2. Versuchsprobe
Etwa 10 g der Probe (6.1) werden auf die nächsten 10 mg genau abgewogen und in den Erlenmeyerkolben (5.2) eingegeben.
 - 6.3. Bestimmung
Mit dem 250-ml-Meßzylinder (5.6) werden 200 ml des frisch abgekochten und gekühlten Wassers nach vorherigem Erhitzen auf 60 Grad C in den Erlenmeyerkolben eingefüllt. Den Kolben verschließen, durch Schütteln mischen und in das auf 60 Grad C eingestellte Wasserbad (5.8) 30 Minuten lang einsetzen. Den Kolben in Abständen von etwa 10 Minuten schütteln.

Filtrieren und das Filtrat auf etwa 20 Grad C abkühlen; das Filtrat muß klar sein.

100 ml des gekühlten Filtrats mit der Pipette (5.3) in den Erlenmeyerkolben (5.5) geben. Mit der Pipette (5.4) 0,5 ml Phenol-phthalein-Indikatorlösung (4.2) hinzugeben. Mit der volumetrischen Natriumhydroxid-Standardlösung (4.1) titrieren, bis eine zartrosa Färbung eintritt, die mindestens 30 Sekunden lang anhält. Die verwendete Menge auf 0,01 ml genau bestimmen und schriftlich festhalten.

7. BERECHNUNG DER ERGEBNISSE

7.1. Formel und Berechnungsmethode

Die titrierbare Säure von Kasein wird mit folgender Formel ermittelt:

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

wobei V = das verbrauchte Volumen der Natriumhydroxid-Standardlösung (4.1) in ml,
T = die Stärke der volumetrischen Natriumhydroxid-Standardlösung (4.1) in mol/l,
m = die Masse der Versuchsprobe in g ist.

Die titrierbare Säure wird auf zwei Dezimalstellen genau berechnet.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier Bestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher und unter denselben Bedingungen mit der gleichen Probe durchgeführt worden sind, darf 0,02 ml des 0,1 mol/l-Natriumhydroxids pro g des Erzeugnisses nicht überschreiten.

Diese Spanne sollte in 95 von 100 vorschriftsmäßig durchgeführten Bewertungen nicht überschritten werden.

METHODE 4

BESTIMMUNG DER ASCHE (P tief 2 O tief 5 eingeschlossen)

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Die Methode dient zur Bestimmung des Gehalts an Asche (P tief 2 O tief 5 eingeschlossen) in Säurekaseinen.

2. DEFINITION

Gehalt an Asche (P tief 2 O tief 5 eingeschlossen): Der nach der nachstehend beschriebenen Methode bestimmte Gehalt an Asche.

3. PRINZIP

Eine Versuchsprobe wird bei 825 +/- 25 Grad C in Gegenwart von Magnesiumacetat zur Bindung des gesamten Phosphors organischen Ursprungs verascht. Die verbleibende Asche wird nach Wiegen des Rückstands und Subtraktion der vom Magnesiumacetat herrührenden Aschenmasse berechnet.

4. REAGENZIEN

4.1. Magnesiumacetat-Tetrahydrat-Lösung, 120 g/l.

120 g des Magnesiumacetat-Tetrahydrats (Mg(CH tief 3 CO tief 2) tief 2 4H tief 2 O) in Wasser auflösen und mit Wasser zu 1 Liter auffüllen.

5. GERÄTE

5.1. Analysenwaage

5.2. Pipette mit Markierung 5 ml.

- 5.3. Wägeschalen aus Siliziumoxid oder Platin, Durchmesser etwa 70 mm, Tiefe 25 bis 50 mm.
- 5.4. Trockenschrank, regelbar auf 102 +/- 1 Grad C.
- 5.5. Elektroofen regelbar auf 825 +/- 25 Grad C.
- 5.6. Kochendes Wasserbad
- 5.7. Exsikkator mit frisch aktiviertem Silicagel, mit einem Indikator für den Wassergehalt, oder einem gleichwertigen Trockenmittel.
6. VERFAHREN
- 6.1. Vorbereitung der Versuchsprobe
Beschreibung siehe Punkt 1.2 der Allgemeinen Bestimmungen.
- 6.2. Vorbereitung der Wägeschalen
Zwei Wägeschalen werden in dem auf 825 +/- 25 Grad C eingestellten Elektroofen (5.5) 30 Minuten lang erhitzt. Anschließend die Wägeschalen im Exsikkator (5.7) auf die Temperatur des Wägeraums abkühlen lassen und auf 0,1 mg genau wiegen.
- 6.3. Versuchsmenge
In die auf diese Weise vorbereitete Wägeschale (A) werden etwa 3 g der Versuchsprobe (6.1) auf 0,1 mg genau eingewogen.
- 6.4. Bestimmung
Mit der Pipette (5.2) werden zu der Schale (A) genau 5 ml Magnesiumacetatlösung (4.1) zugegeben, so daß die ganze Versuchsmenge durchfeuchtet wird; anschließend läßt man sie 20 Minuten lang stehen.
In die andere der vorbereiteten Wägeschalen (B) werden mit der Pipette (5.2) genau 5 ml Magnesiumacetatlösung (4.1) eingegeben.
Den Inhalt beider Wägeschalen (A und B) im kochenden Wasserbad (5.6) zur Trockne verdampfen.
Beide Wägeschalen 30 Minuten lang in den auf 102 +/- 1 Grad C eingestellten Trockenschrank (5.4) einsetzen.
Die Schale A mit ihrem Inhalt auf kleiner Flamme auf einer heißen Platte oder unter einer I/R-Lampe erhitzen, bis die Versuchsmenge völlig verkohlt ist. Hierbei ist darauf zu achten, daß der Inhalt nicht entflammt.
Beide Schalen (A und B) in den auf 825 +/- 25 Grad C eingestellten Elektroofen (5.5) einsetzen und mindestens 1 Stunde lang im Ofen belassen, bis alle Kohle aus der Schale A verschwunden ist. Die beiden Schalen im Exsikkator (5.7) auf die Temperatur des Wägeraums abkühlen lassen und auf 0,1 mg genau wiegen.
Das Erhitzen im Elektroofen (5.5), die Abkühlung und das Wiegen werden wiederholt, bis die Masse auf 1 mg genau konstant bleibt oder zuzunehmen beginnt. Die kleinste Masse wird notiert.
7. BERECHNUNG DER ERGEBNISSE
- 7.1. Berechnungsmethode
Der Gehalt an Asche (P tief 2 O tief 5 eingeschlossen) wird in Masseprozent mittels folgender Formel berechnet:
- $$\frac{(m \text{ tief } 1 - m \text{ tief } 2) - (m \text{ tief } 3 - m \text{ tief } 4)}{m \text{ tief } 0} \times 100$$
- wobei m tief 0 = die Masse der Testmenge in g,
m tief 1 = die Masse der Schale A und des Rückstands in g,
m tief 2 = die Masse der vorbereiteten Schale A in g,
m tief 3 = die Masse der Schale B und des Rückstands in g,

m tief 4 = die Masse der vorbereiteten Schale B in g.
Das Ergebnis wird auf 0,01% genau angegeben.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier Bestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von derselben Untersuchung und unter denselben Bedingungen an der gleichen Probe durchgeführt worden sind, darf 0,1 g pro 100 g des Erzeugnisses nicht überschreiten.

Diese Spanne sollte in 95 von 100 vorschriftsmäßig durchgeführten Bewertungen nicht überschritten werden.

METHODE 5

BESTIMMUNG DER ASCHE (P tief 2 O tief 5 eingeschlossen)

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode dient zur Bestimmung des Aschengehalts in Labkaseinen.

2. DEFINITION

Aschengehalt (P tief 2 O tief 5 eingeschlossen): Der nach dieser Methode bestimmte Gehalt an Aschen.

3. PRINZIP

Eine bekannte Menge der Probe wird bei 825 +- 25 Grad C bis zur Gewichtskonstanz verascht. Der Rückstand wird durch Wägen bestimmt und als Masseprozent der Probe berechnet.

4. GERÄTE

4.1. Analysenwaage

4.2. Wägeschalen aus Siliziumoxid oder Platin. Durchmesser etwa 70 mm und Tiefe 25 bis 50 mm.

4.3. Elektroofen mit Luftzirkulation, regelbar auf 825 +- 25 Grad C.

4.4. Exsikkator mit frisch aktiviertem Silicagel mit einem Wassergehaltindikator, oder einem gleichwertigen Trockenmittel.

5. VERFAHREN

5.1. Vorbereitung der Versuchsprobe

Beschreibung siehe Punkt 1.2 der Allgemeinen Bestimmungen.

5.2. Vorbereitung der Wägeschale

Die Wägeschale in dem auf 825 +- 25 Grad C eingestellten Elektroofen (4.3) 30 Minuten lang erhitzen. Danach läßt man sie im Exsikkator (4.4) auf die Temperatur des Wägeraums abkühlen und wiegt sie auf 0,1 mg genau.

5.3. Versuchsmenge

In die auf diese Weise vorbereitete Wägeschale werden direkt oder durch Differenzwägung etwa 3 g der Versuchsprobe (5.1) auf 0,1 mg genau eingewogen.

5.4. Bestimmung

Die Wägeschale mit ihrem Inhalt wird auf kleiner Flamme oder unter einer IR-Lampe bis zur vollständigen Verkohlung der Versuchsmenge erhitzt dabei ist darauf zu achten, daß sich der Inhalt nicht entflammt.

Als nächstes wird die Wägeschale in den auf 825 +- 25 Grad C eingestellten Elektroofen (4.3) eingesetzt und mindestens eine Stunde lang bis zum vollständigen Verschwinden der Kohle in der Wägeschale erhitzt. Dann läßt man die Wägeschale im Exsikkator (4.4) auf die Temperatur des Wägeraums abkühlen und wiegt sie auf 0,1 mg genau. Das Erhitzen im Elektroofen (4.3), die Abkühlung und das Wägen werden wiederholt bis die Masse auf 1 mg genau

konstant bleibt oder zuzunehmen beginnt. Die kleinste Masse wird notiert.

6. BERECHNUNG DER ERGEBNISSE

6.1. Formel und Berechnungsmethode

Der Aschengehalt der Probe wird in Masseprozent ausgedrückt; dieser Prozentsatz wird durch folgende Formel erhalten:

$$\frac{m \text{ tief } 1 - m \text{ tief } 2}{m \text{ tief } 0} \times 100$$

wobei $m \text{ tief } 0$ = die Masse der Versuchsmenge in mg,

$m \text{ tief } 1$ = die Masse der Wägeschale und des Rückstands in mg,

$m \text{ tief } 2$ = die Masse der Wägeschale in mg.

Das Ergebnis wird auf 0,01% genau angegeben.

6.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier Bestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher und unter denselben Bedingungen an der gleichen Probe durchgeführt worden sind, darf 0,15 g Asche pro 100 g des Erzeugnisses nicht überschreiten. Diese Spanne sollte in 95 von 100 vorschriftsgemäß durchgeführten Bewertungen nicht überschritten werden.

METHODE 6

BESTIMMUNG DES pH-WERTES

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode dient zur Bestimmung des pH-Wertes von Kaseinaten.

2. DEFINITION

pH-Wert von Kaseinaten: Der nach dieser Methode bestimmte pH-Wert einer wäßrigen Lösung von Kaseinaten bei 20 Grad C.

3. PRINZIP

Elektrometrische Bestimmung des pH-Wertes einer wäßrigen Lösung von Kaseinat unter Anwendung eines pH-Meters.

4. REAGENZIEN

Das für die Zubereitung der Reagenzien oder im Rahmen des Verfahrens (6) verwendete Wasser soll kurz vorher destilliert und gegen Kohlendioxid-Absorption geschützt worden sein.

4.1. Puffer-Lösungen für die Kalibrierung des pH-Meters (5.2)

Zwei Standard-Pufferlösungen mit pH-Werten bei 20 Grad C mit bekannter Genauigkeit bis zur zweiten Dezimalstelle, deren pH-Werte niedriger und höher als der pH-Wert der zu untersuchenden Probe sind, z. B. Phthalat-Pufferlösung mit einem pH-Wert von annähernd 4 und eine Borax-Pufferlösung mit einem pH-Wert von annähernd 9.

5. GERÄTE

5.1. Waage, Ablesegenauigkeit 0,1 mg.

5.2. pH-Meßgerät, Anzeigeempfindlichkeit von 0,05 pH-Einheiten, mit einer entsprechend geeichten Glas-, Calomel- oder sonstigen Bezugselektrode.

5.3. Thermometer, Ablesegenauigkeit 0,5 Grad C.

5.4. Erlenmeyerkolben, 100 ml, mit geschliffenem Glasstopfen.

5.5. Becherglas, 50 ml.

5.6. Rührer

5.7. Becherglas für den Rührer (5.6), Fassungsvermögen mindestens

250 ml.

6. VERFAHREN

6.1. Vorbereitung der Versuchsprobe

Beschreibung siehe Punkt 1.2 der Allgemeinen Bestimmungen.

6.2. Bestimmung

6.2.1. Eichen des Meßgeräts

Die Temperatur der Pufferlösungen (4.1) wird auf 20 Grad C eingestellt und das pH-Meßgerät nach Anweisung des Herstellers geeicht.

Bemerkungen

1. Zur Eichung wird die Elektrode 20 Minuten lang in die stehenden Flaschen eingesetzt (6.2.2).
2. Wenn eine Probenreihe untersucht wird, so ist die Eichung des pH-Meßgeräts mit einer oder mehreren der Standard-Pufferlösungen mindestens alle 30 Minuten zu wiederholen.

6.2.2. Vorbereitung der Versuchslösung

In das Becherglas (5.7) 95 ml Wasser überführen, 5 g der Versuchsprobe (6.1) hinzugeben und mit dem Rührer (5.6) 30 Sekunden lang mischen.

20 Minuten lang bei 20 Grad C abstellen; hierbei wird das Becherglas mit einem Uhrglas abgedeckt.

6.2.3. Messung des pH-Wertes

- ##### 6.2.3.1. Etwa 20 ml der Lösung in das Becherglas (5.5) eingeben und sofort den pH-Wert dieser Flüssigkeit mit dem pH-Meßgerät (5.2) bestimmen; die Glaselektrode des pH-Meßgeräts ist zuvor sorgfältig mit Wasser zu spülen.

- ##### 6.2.3.2. Den pH-Wert messen.

7. AUSWERTUNG

7.1. Feststellung des pH-Wertes

Als der pH-Wert einer wäßrigen Lösung von Kaseinat wird der Wert von der Skala des pH-Meßgeräts auf mindestens zwei Dezimalstellen genau abgelesen und festgehalten.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier Bestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher an derselben Probe und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf 0,05 pH-Einheiten nicht überschreiten.

Diese Spanne sollte in 95 von 100 vorschriftsmäßig durchgeführten Bewertungen nicht überschritten werden.