

BUNDESGESETZBLATT

FÜR DIE REPUBLIK ÖSTERREICH

Jahrgang 1996

Ausgegeben am 10. Oktober 1996

177. Stück

548. Verordnung: Nährkaseine und Nährkaseinate
[CELEX-Nr.: 383L0417, 385L0503 und 386L0424]

548. Verordnung der Bundesministerin für Gesundheit und Konsumentenschutz über Nährkaseine und Nährkaseinate

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:
- 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 Enzyme
 vorgenommen wird, und zwar unbeschadet einer etwaigen vorherigen Behandlung mit Ionenaustausch- und Konzentrationsverfahren;
 - Kaseinate: die durch Trocknen von Kaseinen, die mit neutralisierenden Stoffen behandelt wurden, gewonnenen Erzeugnisse;
 - 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 Phosphatase nachweis 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 |

Probenahme und Analysenmethoden

§ 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⁾ Analysenmethoden anzuwenden. %

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 aufzuscneiden; bei Beförderung von Schüttgut gilt dies auch für Abs. 1 Z 2 lit. b und Z 5.

Krammer

¹⁾ Als gleichwertig sind Analysenmethoden 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.

II. METHODE — PROBENAHME 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° 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 Probennahmeverfahren stets anzuwenden.

3.2.3. Erhaltung, Lagerung und Beförderung der Probe

Siehe Ziffern 5 und 6 der Allgemeinen Bestimmungen.

III. SONDEN FÜR DIE PROBENAHME VON KASEINEN UND KASEINATEN

1. Sondenarten

- Typ A : lang,
- Typ B : kurz,
- (siehe Abbildung).

2. Geräte

Blatt und Halterung sollten aus poliertem 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.

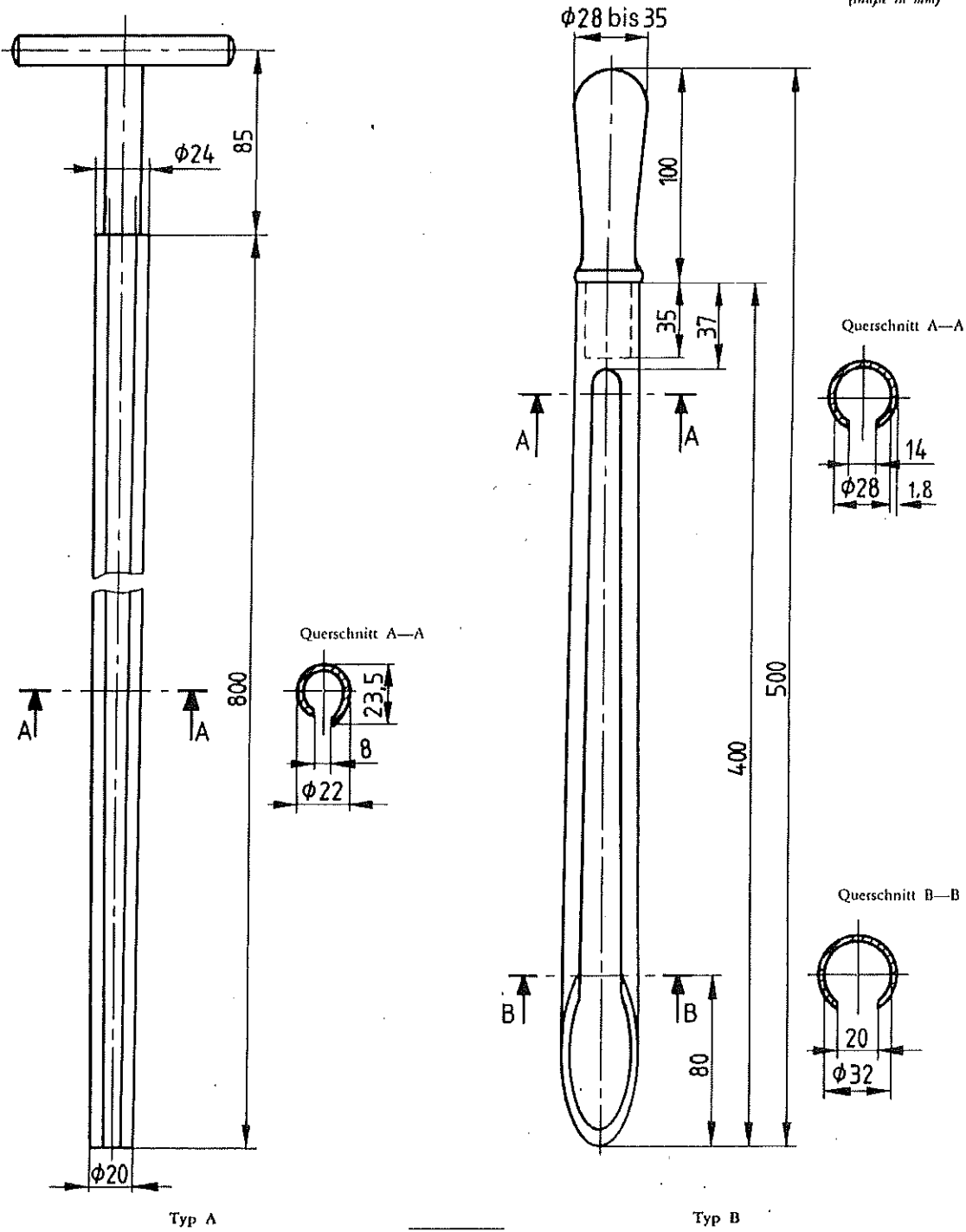
3.2. Der hervorstehende Rand des Sondenblatts des Typs A soll genügend scharf sein, um als Schaber dienen zu können.

3.3. Die Spitze des Sondenblatts muß hinreichend scharf sein, um die Probenahme zu erleichtern.

Abbildung

SONDEN FÜR DIE PROBEENTNAHME VON KASEINEN UND KASEINATEN

(Maße in mm)



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: Metalldrahtgewebe — 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.

5.2. Vorbereitung der Wägeschale

- 5.2.1. Die abgedeckte Wägeschale und ihr Deckel (4.2) werden in dem auf $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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_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_1).

5.4. Bestimmung

- 5.4.1. Die Schale wird abgedeckt und zusammen mit dem Deckel in den auf $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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_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:

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

wobei M_0 = Masse in g der Schale und des Deckels nach Durchführung von 5.2,

M_1 = Masse in g der Schale, des Deckels und der Probe vor dem Trocknen (5.3),

M_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.

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 rotes Lakmuspapier eingelegt. Der Inhalt des Kolbens wird sorgfältig gemischt und der Kolben im Wasserbad auf 60 bis 65 °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 Bismsteinstückchen (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 °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:

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

- 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 °C in den Erlenmeyerkolben eingefüllt. Den Kolben verschließen, durch Schütteln mischen und in das auf 60 °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 °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 (P₂O₅ eingeschlossen)

1. **ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH**
Die Methode dient zur Bestimmung des Gehalts an Asche (P₂O₅ eingeschlossen) in Säurekaseinen.
2. **DEFINITION**
Gehalt an Asche (P₂O₅ eingeschlossen): Der nach der nachstehend beschriebenen Methode bestimmte Gehalt an Asche.
3. **PRINZIP**
Eine Versuchsprobe wird bei 825 ± 25 °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(CH₃COO)₂·4H₂O] 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 °C.**
 - 5.5. **Elektroofen regelbar auf 825 ± 25 °C.**
 - 5.6. **Kochendes Wasserbad**

METHODE 5

BESTIMMUNG DER ASCHE (P_2O_5 eingeschlossen)

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode dient zur Bestimmung des Aschengehalts in Labkaseinen.

2. DEFINITION

Aschengehalt (P_2O_5 eingeschlossen): Der nach dieser Methode bestimmte Gehalt an Aschen.

3. PRINZIP

Eine bekannte Menge der Probe wird bei 825 ± 25 °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 °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 °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 entzündet.

Als nächstes wird die Wägeschale in den auf 825 ± 25 °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:

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

6.2. Bestimmung**6.2.1. *Eichen des Meßgeräts***

Die Temperatur der Pufferlösungen (4.1) wird auf 20 °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 °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.