

YENİLEBİLİR KAZEİN VE KAZEİNATLARIN ANALİZ METODLARI TEBLİĞİ
(TEBLİĞ NO:2002/18)

Amaç

Madde 1-Bu Tebliğin amacı, yenilebilir kazein ve kazeinatların analiz metodlarını belirlemektir.

Kapsam

Madde 2- Bu Tebliğ, yenilebilir kazein ve kazeinatların analiz metodlarını kapsar.

Hukuki dayanak

Madde 3- Bu Tebliğ, 16/11/1997 tarihli ve 23172 mükerrer sayılı Resmi Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği’ne göre hazırlanmıştır.

Analiz metodları

Madde 4- Analiz metodları, genel ilkeler EK-I’e uygun olarak aşağıdaki şekilde uygulanır:

- a) Yenilebilir asit kazein, yenilebilir rennet kazein ve kazeinatlarda nem tayini EK-II’deki 1 inci metoda göre yapılır.
- b) Yenilebilir asit kazein, yenilebilir rennet kazein ve kazeinatlarda protein tayini EK-II’deki 2 nci metoda göre yapılır.
- c) Yenilebilir asit kazeinde titre edilebilir asitlik tayini EK-II’deki 3 üncü metoda göre yapılır.
- d) Yenilebilir asit kazeinde P₂ O₅ içeren kül tayini EK-II’deki 4 üncü metoda, yenilebilir rennet kazeinde P₂ O₅ içeren kül tayini Ek - 2’deki 5 inci metoda göre yapılır.
- e) Kazeinatlarda pH tayini EK-II’deki 6 ncı metoda göre yapılır.

Avrupa Birliği’ne uyum

Madde 5- Bu Tebliğ, 85/503/EEC sayılı “Kazein ve Kazeinatların Analiz Metodları” Komisyon Direktifi dikkate alınarak, Avrupa Birliği’ne uyum kapsamında hazırlanmıştır. Bu Tebliğ, laboratuvarların ilgili mevzuatlarına uygun denenmiş ve bilimsel geçerliliği olan metodleri kullanmasını engellemez. Avrupa Birliği ile olan ilişkilerde zorunlu olarak uygulanır.

Geçici Madde 1- Halen faaliyet gösteren ve bu Tebliğ kapsamında yer alan numune alma metodlarını kullanan kurum ve kuruluşlar 1 yıl içerisinde bu Tebliğ hükümlerine uymak zorundadırlar.

Yürürlük

Madde 6- Bu Tebliğ yayımı tarihinde yürürlüğe girer.

Yürütme

Madde 7- Bu Tebliğ hükümlerini Sağlık Bakanı ile Tarım ve Köyişleri Bakanı yürütür.

EK - I

Genel İlkeler

1. Numunenin Analize Hazırlanması

1.1. Genel

Laboratuvara analiz için gelen numune miktarı en az 200 gram olmalıdır.

1.2. Örneğin analize hazırlanması

1.2.1. Numunenin içinde topak vb. varsa, örnek yeterli kapasitedeki hava geçirmez bir kaba aktarıldıktan sonra iyice karıştırılır ve kap birkaç kez sallanarak ve alt üst edilerek topaklar parçalanır.

1.2.2. Numuneyi temsil eden, iyice karışmış yaklaşık 50 g deney örneği, 3.3'de anlatılan deney eleğine alınır.

1.2.3. 50 g'lık kısmın tamamı veya ağırlıkça en az % 95'i elekten geçerse, 1.2.1'deki gibi hazırlanan örnek analiz için kullanılır.

1.2.4. Eğer örnek 1.2.3'deki eleme kriterlerine uymuyorsa, örneğin 50 g'lık kısmı 3.4'de bahsedilen öğütücü ile 1.2.3'deki koşulu sağlayıncaya kadar öğütülür. Öğütülmüş örneğin tümü örnek miktarının iki katı hacimdeki hava geçirmez bir kaba hemen aktarılır. Tekrar sallanarak ve alt üst edilerek iyice karıştırılır. Bu işlemler sırasında, ürünün nem içeriğinde bir değişiklik olmaması için gerekli önlemler alınır.

1.2.5. Deney örneği hazırlandıktan sonra tayinler mümkün olduğunca kısa sürede yapılır.

1.3. Kaplar

Örnek, daima hava ve nem geçirmez bir kapta muhafaza edilmelidir.

2. Reaktifler

2.1. Su

2.1.1. Metinde kullanılan çözelti, seyreltme veya yıkama amaçları için kullanılan su terimi; distile su veya en azından eşit saflıktaki demineralize suyu tanımlamaktadır.

2.1.2. Çözelti veya seyreltme ifadesinden, daha farklı bir nitelendirme yapılmamışsa, sulu çözelti veya suyla seyreltme anlaşılır.

2.2. Kimyasallar

Bütün kimyasallar analitik saflıkta olmalıdır. Aksi takdirde özellikleri belirtilmelidir.

3. Cihazlar

3.1. Cihazların Listesi

Cihazlar, yalnız özel kullanımlı cihazlar ve belirli özelliklere sahip cihazları içerir.

3.2. Analitik terazi, 0.1 mg hassasiyetle tartım yapabilen

3.3. Deney eleği

Deney elekleri 200 mm çapı olan, kapaklarla uyumlu, nominal çapı 500 µm olan tel örgüden yapılmış olmalıdır. Elekler, toplama kabıyla uyumlu olmalıdır.

3.4. Öğütücü

Gerekli durumlarda deney örneğini öğütmek için kullanılır. Aşırı ısı oluşumu ve nem kaybı veya nem emilimi olmaksızın öğütme işlemi yapılabilmesi için çekiçli değirmen kullanılmamalıdır.

4. Sonuçların Açıklanması

4.1. Sonuçlar

Analiz raporlarında belirtilen sonuç, metodun tekrarlanabilirlik kriterine uyan iki tayinden elde edilen ortalama değer olmalıdır.

4.2. Yüzde olarak hesaplama

Aksi belirtilmedikçe, sonuç örnek kütlelerinde yüzde olarak hesaplanır.

5. Deney Raporu

Deney raporunda, sonuçlarla birlikte kullanılan analiz metodu da belirtilmelidir. Ayrıca, raporda sonuçları etkileyebilen her durum ve işlemin ayrıntıları da belirtilmelidir. Deney raporunda, örneğin tanımlanması için gerekli tüm bilgiler verilmelidir.

EK – II

Analiz Metodları

Metod 1: Nem Miktarının Tayini

1. Uygulama Alanı ve amacı

Bu metod, yenilebilir asit kazein, yenilebilir rennet kazein ve kazeinatlarda nem miktarının saptanmasında kullanılır.

2. Tanım

Kazeinler ve kazeinatlarda nem miktarı; belirtilen metodla kütle kaybının tayin edilmesidir.

3. Prensip

Deney örneğinin atmosferik basınç altında 102 ± 1 °C'lik etüvde sabit ağırlığa kadar kurutulduktan sonra, kalan kütlesi tayin edilir. Kütle kaybı, örneğin kütlesinde yüzde olarak hesaplanır.

4. Cihaz ve Malzemeler

4.1. Analitik terazi

4.2. Petri; nikel, alüminyum, paslanmaz çelik veya cam gibi deney şartlarında aşınmaz malzemeden

yapılmış, düz tabanlı, sıkıca kapanan ve kolayca açılabilen kapaklı, 60-80 mm çapında ve yaklaşık 25 mm derinliğinde.

4.3. Etüv; havalandırma yapılabilen, 102 ± 1 °C 'de termostatik olarak ayarlanabilen, sıcaklığı eşit dağıtan.

4.4. Desikatör; yeni aktive edilmiş silikajel veya dengi nem çekici bir madde içeren, nem belirleyici indikatörü bulunan.

4.5. Maşa; petrileri tutmaya uygun.

5. İşlem

5.1. Deney örneğinin hazırlanması

EK-I genel ilkelerin 1.2. maddesinde belirtildiği şekilde hazırlanır.

5.2. Petrinin hazırlanması

5.2.1. Petri ve kapağı açık olarak 102 ± 1 °C'deki etüvde en az 1 saat tutulur.

5.2.2. Kapak petrinin üzerine konur, kapalı petri desikatöre yerleştirilir. Oda sıcaklığına kadar soğumaya bırakılır. 0.1 mg hassasiyette tartılır (m_0).

5.3. Deney örneği

3-5 gram deney örneği petriye alınır, kapağı kapatılır ve 0.1 mg hassasiyetle tartılır (m_1).

5.4. Tayin

5.4.1. Petrinin kapağı açılır ve kapağı ile petri 102 ± 1 °C'de tutulan etüvde 4 saat bırakılır.

5.4.2. Kapağı petrinin üzerine kapatılır ve desikatöre alınır. Oda sıcaklığına kadar soğumaya bırakılır ve 0.1 mg hassasiyetle tartılır.

5.4.3. Petri, kapağı açık olarak 1 saat etüvde bekletilir. Sonra 5.4.2 işlemi tekrarlanır.

5.4.4. Eğer 5.4.3 de elde edilen kütle, 5.4.2 de elde edilen kütleden 1 mg'dan daha fazla olursa

5.4.3 işlemi tekrarlanır. Kütlede bir artma olursa hesaplamada en düşük kaydedilen kütle kullanılır. Son ağırlık m_2 olarak kaydedilir. Toplam kurutma zamanı normal olarak altı saati aşmamalıdır.

6. Sonuçların açıklanması

6.1. Formül ve hesaplama yöntemi

Örneğin; kurutmadaki kütle kaybı, örnek yüzdesi olarak 0.01 mg hassasiyetle aşağıdaki formülle hesaplanır:

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

m_0 = Petri ve kapağının işlem 5.2 den sonraki kütlesi, g

m_1 = Petri ve kapağının ve deney örneğinin kurutmadan önceki kütlesi, g

m_2 = Petri ve kapağının ve deney örneğinin kurutmadan sonraki kütlesi, g

6.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 0.1 g nemi geçmemelidir. Tekrarlanabilirlik aralığının % 95'e ulaşması halinde metod doğru olarak kabul edilir ve yürütülür.

Metod 2: Protein Miktarı Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı

Bu metod, amonyum kazeinat, diğer amonyumlu bileşikler veya protein yapısında olmayan azotlu bileşikler içerenler hariç, yenilebilir asit kazeinler, yenilebilir rennet kazeinleri ve kazeinatların protein miktarının saptanmasında kullanılır.

2. Tanım

Protein miktarı; metoddaki belirtildiği gibi tayin edilen azot miktarının, 6.38 ile çarpılarak sonucun kütlede yüzde olarak ifade edilmesidir.

3. Prensipte

Deney örneği, potasyum sülfat ve sülfürik asit karışımı ile bakır (II) sülfat çözeltisinin katalizatörlüğü eşliğinde parçalanır ve organik azot, inorganik azota çevrilir. Amonyak distile edilerek borik asit çözeltisi içine absorbe edilir ve standart hidroklorik asit çözeltisi ile titre edilir. Tayin sonucu bulunan azot miktarı 6.38 ile çarpılarak protein miktarı bulunur.

4. Reaktifler

- 4.1. Sülfürik asit, konsantre, (H_2SO_4) 1.84 g/mL
- 4.2. Potasyum sülfat, susuz (K_2SO_4)
- 4.3. Bakır (II) sülfat pentahidrat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)
- 4.4. Sakaroz ($C_{12}H_{22}O_{11}$)
- 4.5. Borik asit çözeltisi, 40 g/L
- 4.6. Sodyum hidroksit çözeltisi, % 30 (kütle/kütle) karbonatsız
- 4.7. Hidroklorik asit çözeltisi, 0.1 M
- 4.8. Karışık indikatör; en az % 95 (hacim/hacim) etanol ile hazırlanmış 2 g/L'lik metil kırmızısı çözeltisi ve en az % 95 (hacim/hacim) etanol ile hazırlanmış 1 g/L'lik metilen mavisi çözeltisinin eşit hacimlerinin karışımı.

5. Cihaz ve malzemeler

- 5.1. Analitik terazi.
- 5.2. Kjeldahl balonu, 500 mL kapasiteli.
- 5.3. Parçalayıcı cihaz, Kjeldahl balonuna (5.2) tutturmak için eğik pozisyonda ve sıvı yüzeyinin üzerindeki boyun bölgesini ısıtmayacak biçimde olan bir ısıtma aygıtı.
- 5.4. Kondenser, düz iç borulu.
- 5.5. Traşlı cam bir dirsek ve lastik bir boru ile kondenserin (5.4) alt ucuna bağlı emniyet ampullü dış boru. Eğer bağlantı lastik boru ile yapılıyorsa camların alt kısımları birbirine yakın olmalıdır.
- 5.6. Kjeldahl balonuna (5.2) ve kondensere (5.4) tamamiyle kapatabilen yumuşak bir lastik veya diğer bir uygun tıpayla bağlı, sıçrama başlığı.
- 5.7. Erlen, 500 mL kapasiteli.
- 5.8. Mezürler, 50 mL ve 100 mL kapasiteli.
- 5.9. Büret, 0.1 mL olarak derecelendirilmiş 50 mL kapasiteli.
- 5.10. Kaynama taşları.
- 5.10.1. Parçalama için, küçük sert porselen parçacıkları ve cam boncuklar.
- 5.10.2. Distilasyon için, yeni aktive edilmiş süngertaşı parçaları.

6. İşlem

- 6.1. Deney örneği, genel ilkelerin 1.2. maddesinde anlatıldığı şekilde hazırlanır.
- 6.2. İnorganik azot varlığı için testEğer amonyum kazeinat veya başka bir amonyum bileşiğinden şüphe ediliyorsa aşağıdaki deney yürütülür.

1 gram örnek, 10 mL su ve 100 mg magnezyum oksit içeren küçük bir erlene ilave edilir ve erlenin çeperine yapışmış herhangi bir magnezyum oksit varsa bu yıkanarak erlenin içerisine alınır. Erlen, mantar bir tıpa ile erlen boynu ile tıpa arasına nemlendirilmiş litmus kağıdı parçası sıkıştırılarak kapatılır. Erlenin içindekiler dikkatlice karıştırılır ve 60-65 °C'de ayarlı su banyosunda ısıtılır. Eğer litmus kağıdı rengi, 15 dakikada maviye dönerse amonyak mevcuttur ve metod uygulanamaz.

6.3. Şahit deney

Örneğin azot varlığının tespiti için aynı cihazlar, aynı miktarda bütün reaktifler ve 6.5'de tarif edilen işlem kullanılarak deney örneği yerine, 0.5 g sakaroz kullanılarak şahit deneyi yapılır (4.4). Eğer şahit deneyinde; titrasyonda 0.1 M'lik asitten, 0.5 mL'den daha fazla harcanırsa reaktifler kontrol edilerek, saf olmayan reaktif veya reaktifler saflaştırılır veya değiştirilir.

6.4. Deney örneği

Kjeldahl balonuna 0.3-0.4 g deney örneği (6.1) 0.1 mg duyarlılıkla tartılır.

6.5. Deney

6.5.1. Balona birkaç tane porselen parçası veya cam boncuk (5.10.1) ve 10 g susuz potasyum sülfat (4.2) ilave edilir. Üzerine 0.2 g bakır (II) sülfat (4.3) eklenerek biraz su ile balonun boyun kısmında kalanlar yıkanır. 20 mL konsantre sülfürik asit (4.1) ilave edilerek balon içeriği karıştırılır. Parçalama cihazında (5.3) köpük kesilinceye kadar ısıtılır ve çözelti berraklaşıp soluk yeşil-mavi renk oluşuncaya kadar dikkatlice kaynatılır. Isıtma sırasında balon düzenli olarak döndürülür. Buharın, balonun boyun kısmının ortasından yoğunlaşması için ısı ayarlanarak kaynatmaya devam edilir. Lokal ısınma fazla olmayacak şekilde 90 dakika ısıtmaya devam edilir. Oda ısısına kadar soğutulur, 20 mL kadar su ve bir parça sünger taşı (5.10.2) dikkatlice ilave edilir. Karıştırılır ve tekrar soğutulur.

6.5.2. 50 mL borik asit çözeltisi (4.5) erlene 4 damla indikatör (4.8) ile birlikte aktarılır ve karıştırılır. Erlen kondenser altında (5.4) dış borunun (5.5) başı borik asit çözeltisine girecek şekilde yerleştirilir. Mezür kullanılarak Kjeldahl balonuna 80 ml sodyum hidrosit çözeltisi (4.6) balon eğik pozisyonda tutularak, balonun kenarından aşağıya doğru yavaşça ilave edilir ve böylece sodyum hidrosit çözeltisinin alt fazı oluşturması sağlanır. Kjeldahl balonu, sıçrama-başlığı (5.6) vasıtası ile derhal kondensere bağlanır. Kjeldahl balonun içeriği dikkatlice döndürülerek karıştırılır. Köpüklenmemesine dikkat edilerek kaynatılır. Yaklaşık 30 dakika içinde 150 mL distilat toplanana kadar distilasyona devam edilir. Distilat 25 °C'nin altında bir ısıda olmalıdır. Distilasyonun bitiminden hemen önceki 2 dakika içinde erlen, dış borunun ucu asit çözeltisinin içerisinde daha fazla kalmaması için aşağı alınır ve uç kısım su ile yıkanır. Isıtma durdurulur, dış boru uzaklaştırılır, dış kısım ve iç duvarlar biraz su ile yıkanır ve erlende toplanır.

6.5.3. Erlenindeki distilat, standart volumetrik hidroklorik asit çözeltisi (4.7) kullanılarak titre edilir.

7. Sonuçların açıklanması

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi

Protein miktarı, aşağıdaki formülde verildiği şekilde kütleyle oranı olarak hesaplanır

$$\frac{(V_1 - V_2) \times T \times 14 \times 100 \times 6.38}{m \times 1000} = \frac{8.932 (V_1 - V_2) \times T}{m}$$

V₁ : Deneyde (6.5) kullanılan standart volumetrik hidroklorik asit çözeltisinin (4.7) hacmi, mL

V₂ : Şahit deneyde (6.3) kullanılan standart volumetrik hidroklorik asit çözeltisinin (4.7) hacmi, mL

T : Standart volumetrik hidroklorik asit çözeltisinin (4.7) mol/L'nin etki faktörü.

m : Örnek miktarı, g.

Protein miktarı % 0.1 duyarlılıkla hesaplanır.

7.2 Tekrarlanabilirlik Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analizin sonuçları arasındaki fark, örneğin her 100 gramı için 0.5 gram proteini geçmemelidir. Tekrarlanabilirlik aralığının % 95'e ulaşması halinde metod doğru olarak kabul edilir ve yürütülür.

Metod 3: Titrasyon Asitliği Tayini

1. Uygulama alanı ve amacı

Metod, yenilebilir asit kazeinlerin titrasyon asitliğinin saptanmasında kullanılır.

2. Tanım

Asit kazeinlerin titrasyon asitliği; ürünün 1 gram sulu ekstraktını nötralize etmek için gereken 0.1 M'lik standart sodyum hidrosit çözeltisinin mililitre olarak hacmidir.

3. Prensip

Örneğin sulu ekstraktı 60 °C'de elde edilir ve süzülür. Süzüntünün fenolftalein indikatörü kullanılarak standart sodyum hidroksite karşı titre edilmesi ilkesine dayanır.

4. Reaktifler

Metodun uygulanmasında veya reaktiflerin hazırlanmasında kullanılan su, kullanılmadan önce 10 dakika kaynatılarak karbondioksitten arındırılır.

4.1. Sodyum hidroksit çözeltisi, 0.1 M

4.2. Fenolftalein indikatör çözeltisi; 10 g/L, 10 g fenolftalein etanolde (% 95 v/v) çözülür ve etanol ile bir litreye tamamlanır.

5. Cihaz ve malzemeler

5.1. Analitik terazi.

5.2. Erlen, 500 ml kapasiteli tıraşlı boynu ve tıraşlı cam kapağı olan.

5.3. Pipet, 100 mL kapasiteli.

5.4. Pipet, 0.5 mL indikatör çözeltisi (4.2) ölçmeye uygun.

5.5. Erlen, 250 mL kapasiteli.

5.6. Mezür, 250 mL kapasiteli.

5.7. Büret, 0.1 mL derecelendirilmiş.

5.8. Su banyosu, 60 ± 2 °C sıcaklıkta tutulabilen.

5.9. Uygun filtre.

6. İşlem

6.1. Örneğin hazırlanması: Genel ilkelerin 1.2. maddesinde anlatıldığı şekilde.

6.2. Örnek

Yaklaşık 10 g örnek (6.1), 10 mg duyarlılıkla tartılır ve erlene aktarılır (5.2).

6.3. Deney 250 mL'lik mezür kullanılarak, 200 mL yeni kaynatılmış ve 60 °C'ye soğutulmuş su ilave edilir. Kapağı ile erlen kapatılır, çevrilerek karıştırılır ve 60 °C'deki (5.8) su banyosunda 30 dakika bekletilir. Yaklaşık 10 dakikalık aralarla erlen çalkalanır. Filtre edilir ve süzüntü yaklaşık 20 °C'ye soğutulur. Süzüntü berrak olmalıdır. Soğutulmuş süzüntüden erlene (5.5), pipetle 100 mL (5.3) alınır. Fenolftalein indikatör çözeltisinden (4.2) 0.5 mL pipetle (5.4) ilave edilir. Standart volumetrik sodyum hidroksit çözeltisi (4.1) ile açık pembe renk oluşuncaya ve en az 30 saniye sabit kalıncaya kadar titre edilir. Titrasyonda harcanan çözelti hacmi 0.01 mL duyarlılıkla kaydedilir.

7. Sonuçların Açıklanması

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi Yenilebilir asit kazeinin titrasyon asitliği aşağıdaki formülde verildiği şekilde hesaplanır:

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

V : Deneyde kullanılan standard volumetrik sodyum hidroksit çözeltisinin (4.1) hacmi, mL

T : Deneyde kullanılan standart volumetrik sodyum hidroksit çözeltisinin (4.1) mol/L'deki tesir derecesi.

m : Örnek miktarı, g

Titrasyon asitliği iki ondalık hanesi verilerek hesaplanır.

7.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yürütülen iki analizin sonuçları arasındaki fark, ürünün her bir gramı için 0.1 M sodyum hidroksit çözeltisinin 0.02 mL'sini geçmemelidir. Tekrarlanabilirlik aralığının % 95'e ulaşması halinde metod doğru olarak kabul edilir ve yürütülür.

Metod 4: Kül Tayini (P₂ O₅ içeren)

1. Uygulama alanı ve amacı

Bu metod, yenilebilir asit kazeinlerin P₂ O₅ içeren kül miktarının saptanmasında kullanılır.

Tanım

Yenilebilir asit kazeinlerin P₂ O₅ içeren kül miktarı; metodda belirtilen işlemler sonucunda elde edilen kalıntı miktarıdır.

3. Prensip

Örneğin bütün organik fosforlarını bağlamak için magnezyum asetat çözeltisi ilave edilerek, 825 ± 25°C'de kül haline getirilmesi ve elde edilen kül miktarından, magnezyum asetatından kaynaklanan kül miktarının çıkarılması ilkesine dayanır.

4. Reaktif

4.1. Magnezyum asetat tetrahidrat çözeltisi; 120 g/L, 120 gram magnezyum asetat tetrahidrat $[Mg(CH_3CO_2)_2 \cdot 4H_2O]$ suda çözülür ve bir litreye su ile tamamlanır.

5. Cihazlar ve malzemeler:

5.1. Analitik terazi.

5.2. Pipet, 5 mL kapasiteli

5.3. Silika veya platin kaplar, yaklaşık 70 mm çapında ve 25 -50 mm derinlikte.

5.4. Etüv, 102 ± 1 °C'a ayarlanabilen.

5.5. Kül fırını, 825 ± 25°C'a ayarlanabilen.

5.6. Su banyosu, kaynatma özelliğinde.

5.7. Desikatör; nemi belirleyici indikatörü bulunan yeni aktive edilmiş silika jel veya eşit özellikte nem çekici madde içeren.

6. İşlem

6.1. Örneğin hazırlanması:

Genel ilkeler

1.2. maddesinde tarif edildiği gibi.

6.2. Kapların hazırlanması

825 ± 25 °C'ye ayarlanmış kül fırınında (5.5) iki kap (A ve B) 30 dakika süreyle ısıtılır. Kaplar soğumaya bırakılır, desikatöre (5.7) alınarak oda sıcaklığına soğutulur ve 0.1 mg duyarlılıkla tartılır.

6.3. Deney örneği

Yaklaşık 3 gram deney örneği (6.1), 0.1 mg duyarlılıkla, tartılarak hazırlanan kaplardan birine (A) konur.

6.4. Deney Pipetle (5.2) kaba (A) tam olarak 5 mL magnezyum asetat çözeltisi konur (4.1) ve bütün deney örneğinin nemlenmesi için 20 dakika bekletilir. Hazırlanmış diğer kaba (B) pipetle (5.2) tam olarak 5 mL magnezyum asetat çözeltisi (4.1) konur. Her iki kaptaki (A ve B) içerikler kaynayan su banyosunda (5.6) kuruyuncaya kadar bekletilir. Daha sonra kaplar, 102 ± 1°C'a ayarlanmış fırına konarak 30 dakika tutulur. A kabı içindekilerle birlikte kısık alevde sıcak plak üzerinde veya I/R lambası altında deney örneği tamamen kömür haline gelene kadar aleve sıçramamasına dikkat ederek ısıtılır. Her iki kap (A ve B) 825 ± 25°C'de kül fırınına (5.5) konur ve en az 1 saat, A kabındaki bütün karbon yok oluncaya kadar tutulur ve soğumaya bırakılır. Sonra desikatöre (5.7) alınarak oda sıcaklığına kadar soğutulur ve 0.1 mg duyarlılıkla tartılır. İşlem yaklaşık 30 dakika elektrikli fırında (5.5) ısıtarak, soğutarak ve tartarak kütle içeriği 1 mg içinde sabit kalana kadar veya artana kadar tekrar edilir minimum kütle kaydedilir.

7. Sonuçların açıklanması

7.1. Hesaplama yöntemi

Örnekteki P_2O_5 içeren kül miktarı, aşağıdaki formülde verildiği şekilde kütleyle oranı olarak ifade edilir.

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

m_o = Örnek miktarı, g, m_1 = A kabının ve kalıntının kütlesi, g

m_2 = Hazırlanmış A kabının kütlesi, g

m_3 = B kabının ve kalıntının kütlesi, g

m_4 = Hazırlanmış B kabının kütlesi, g

Sonuç %0.01 duyarlılıkla hesaplanır.

7.2. Tekrarlanabilirlik Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yürütülen iki analizin sonuçları arasındaki fark, 100 g örnek için 0.1 gramı

geçmemelidir. Tekrarlanabilirlik aralığının %95'e ulaşması halinde metod doğru olarak kabul edilir ve yürütülür.

Metod 5: Kül Tayini (P₂O₅ içeren)1. Uygulama Alanı ve AmacıBu metod, yenilebilir rennet kazeininin P₂O₅ içeren kül miktarını tayin eder.2. Tanım

Yenilebilir rennet kazeinlerinin P₂O₅ içeren kül miktarı; metotta belirtilen işlemler sonucunda elde edilen kalıntı miktarıdır.

3. Prensip

Deney örneğinin 825 ± 25°C'de sabit ağırlığa erişinceye kadar kül haline getirilmesi ve kalıntının tartılarak, örneğin kütlesinde yüzde olarak ifade edilmesidir.

4. Cihazlar ve malzemeler

4.1. Analitik terazi.

4.2. Silika veya platin kaplar; yaklaşık 70 mm çap ve 25-50 mm derinlikte.

4.3. Kül fırını; hava sirkülasyonlu 825 ± 25°C'a ayarlanabilen.

4.4. Desikatör; nemi belirleyici indikatörü bulunan yeni aktive edilmiş silika jel veya eşit özellikte nem çekici madde içeren.

5. İşlem:

5.1. Örneğin hazırlanması

Genel ilkeler 1.2. maddesinde anlatıldığı gibi.

5.2. Kabin Hazırlanması

825 ± 25 °C'a ayarlanmış kül fırınında (4.3) kap (4.2) 30 dakika süre ile ısıtılır. Kap soğumaya bırakılır, sonra desikatöre (4.4) alınarak oda sıcaklığına kadar soğutulur ve 0.1 mg duyarlılıkla tartılır.

5.3. Deney Örneği

Yaklaşık 3 g deney örneği (5.1) 0.1 mg duyarlılıkla hazırlanan kaba tartılır.

5.4. Deney

Kap içindekilerle birlikte kısık alevde sıcak plak üzerinde veya I/R lambası altında örnek tamamen kömür haline gelene kadar, aleve sıçramamasına dikkat edilerek ısıtılır. Kap 825 ± 25 °C'ye ayarlanmış tutulmuş kül fırınına (4.3) konur ve en az 1 saat, kaptaki bütün karbon yok oluncaya kadar tutulur. Kap soğumaya bırakılır ve desikatöre (4.4) yerleştirilerek oda sıcaklığına kadar soğutulur ve 0.1 mg duyarlılıkla tartılır. İşleme yaklaşık 30 dakika kül fırınında (4.3) ısıtarak, soğutarak ve tartarak kütle içeriği 1 mg sınırları içinde sabit kalana veya artana kadar devam edilir. Minimum kütle kaydedilir.

6. Sonuçların açıklanması

6.1. Hesaplama Yöntemi ve Formül Örneğin P₂O₅ içeren kül miktarı, kütleyle oranı olarak ifade

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

edilir.

m_o : Örnek miktarı, g

m₁ : kabin ve kalıntının kütlesi, g

m₂ : hazırlanmış kabin kütlesi, g

Sonuç % 0.01 duyarlılıkla hesaplanır.

6.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yürütülen iki analizin sonuçları arasındaki fark, 100 g örnek için 0.15 g külü geçmemelidir. Tekrarlanabilirlik aralığının %95'e ulaşması halinde metod doğru olarak kabul edilir ve yürütülür.

Metod 6: pH Tayini

1. Uygulama alanı ve amacı

Bu metod kazeinatların pH tayininde kullanılır.

2. Tanım

Kazeinatların pH'sı : Sulu bir kazeinat çözeltisinin 20°C'de pH'sı bu metotta belirtildiği şekilde saptanan pH'sıdır.

3. Prensip

Sulu bir kazeinat çözeltisinin pH'sının pH metre kullanılarak elektrometrik tayini esasına dayanır.

4. Reaktifler

İşlemde (6) veya reaktiflerin hazırlanmasında kullanılan su karbondioksit içermemeli, yeni distile edilmiş su olmalıdır.

4.1. pH metrenin (5.2) ayarlanması için tampon çözeltiler;

Örneğin pH değerini doğru ölçmek amacı ile pH değerleri 20 °C'de ikinci ondalık haneye kadar bilinen iki standart tampon çözeltisi, örneğin; yaklaşık 4 pH'lı fitalat tampon çözeltisi ve yaklaşık 9 pH'lı boraks tampon çözeltisi.

5. Cihazlar ve malzemeler

5.1. Analitik terazi, doğruluğu 0.1 g.

5.2. pHmetre, duyarlılığı en az 0.05 pH birimi olan, uygun kalibre edilmiş elektrotlu, (cam elektrot ve bir kalomel veya diğer referans elektrot)

5.3. Termometre, doğruluğu 0.5 °C.

5.4. Erlen, 100 mL kapasiteli, uygun tıraşlı cam kapaklı.

5.5. Beher, 50 mL kapasiteli.

5.6. Karıştırıcı.

5.7. Beher, karıştırıcı için (5.6) en az 250 mL kapasiteli.

6. İşlem

6.1. Örneğin hazırlanması Genel İlkeler 1.2. maddesinde tarif edildiği gibi.

6.2. Deney

6.2.1. pHmetrenin kalibrasyonu

Tampon çözeltisinin (4.1) sıcaklığı 20 °C'ye ayarlanır ve üretici talimatlarına göre pH metre ayarlanır.

Not:

1. Ayarlama, erlenler 20 dakika (6.2.2'e bakınız) bekletildikten sonra yapılmalıdır.

2. Bir seri örnek test ediliyorsa, pHmetrenin kalibrasyonu bir veya daha fazla standart tampon çözelti ile en azından her 30 dakikada bir kontrol edilir.

6.2.2. Deney Çözeltisinin Hazırlanması

Behere (5.7) 95 mL su aktarılır, deney örneğinden (6.1) 5.0 g ilave edilir ve karıştırıcı ile (5.6) 30 saniye karıştırılır. Yaklaşık 20 °C'da, bir saat camıyla kapalı olarak 20 dakika beklemeye bırakılır.

6.2.3. pH'nın Ölçümü

Yaklaşık 20 mL çözelti behere (5.5) konur. Cam elektrot suyla dikkatlice durulandıktan sonra, pHmetre (5.2) ile zaman geçirmeden bu sıvının pH'sı ölçülür.

7. Sonuçların Açıklanması

7.1. Kazeinatın sulu çözeltisinin pH'sı, en azından iki ondalık haneye kadar pH metrenin kadranından okunur ve kaydedilir.

7.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yürütülen iki analizin sonuçları arasındaki fark, 0.05 pH birimini geçmemelidir. Tekrarlanabilirlik aralığının % 95'e ulaşması halinde metod doğru olarak kabul edilir ve yürütülür.