

НАРЕДБА ЗА СПЕЦИФИЧНИТЕ ИЗИСКВАНИЯ КЪМ КАЗЕИНИТЕ И КАЗЕИНАТИТЕ, ПРЕДНАЗНАЧЕНИ ЗА КОНСУМАЦИЯ ОТ ЧОВЕКА

В сила от 14.08.2021 г.

Приета с ПМС № 248 от 26.07.2021 г.

Обн. ДВ. бр.63 от 30 Юли 2021г.

Раздел I. Общи положения

Чл. 1. С наредбата се определят специфичните изисквания към наименованията, състава, характеристиките, етикетирването, методите за вземане на проби за химичен анализ и методите за анализ на състава на казеините и казеинатите, както и на техните смеси, предназначени за консумация от човека.

Раздел II. Изисквания към наименованията, състава и характеристиките на казеините и казеинатите, предназначени за консумация от човека

Чл. 2. Наименованието "кисел казеин за хранителни цели" се използва за обозначаване на млечен продукт, получен чрез отделяне, измиване и изсушаване на пресечения с киселина коагулат на обезмасленото мляко и/или на други продукти, получени от мляко.

Чл. 3. Наименованието "сирищен казеин за хранителни цели" се използва за обозначаване на млечен продукт, получен чрез отделяне, измиване и изсушаване на коагулата на обезмасленото мляко и/или на други продукти, получени от мляко. Коагулатът се получава чрез реакцията на сирищния или други коагулиращи ензими.

Чл. 4. Наименованието "казеинат за хранителни цели" се използва за обозначаване на млечен продукт, получен чрез взаимодействие на казеин за хранителни цели или казеинов, пресечен коагулат за хранителни цели с неутрализиращи агенти, последвано от изсушаване.

Чл. 5. Наименованията на продуктите по чл. 2 - 4 се използват за търговско обозначаване само за продукти, които отговарят на изискванията, определени с тази наредба.

Чл. 6. (1) Казеините по чл. 2 трябва да съдържат:

1. влага - не повече от 12 % w/w;
2. млечен белтък, изчислен на база сухо вещество - не по-малко от 90 % w/w, от който съдържанието на казеин е не по-малко от 95 % w/w;
3. млечни мазнини - не повече от 2 % w/w;
4. пепел, включително P₂O₅ - не повече от 2,5 % w/w;
5. безводна лактоза - не повече от 1 % w/w;
6. утайка след изгаряне - не повече от 22,5 mg на 25 g.

(2) Максималната титруема киселинност на казеините по ал. 1, изразена в 0,1 mol/l разтвор на натриев хидроксид, не трябва да е повече от 0,27 ml/g.

(3) Казеините по ал. 1 могат да съдържат само следните спомагателни вещества, бактериални култури и разрешени съставки:

1. киселини:
 - а) млечна киселина;
 - б) солна киселина;
 - в) сярна киселина;

- г) лимонена киселина;
- д) оцетна киселина;
- е) ортофосфорна киселина;

- 2. бактериални култури, произвеждащи млечна киселина;
- 3. суроватка.

Чл. 7. (1) Казеините по чл. 3 трябва да съдържат:

- 1. влага - не повече от 12 % w/w;
- 2. млечен белтък, изчислен на база сухо вещество - не по-малко от 84 % w/w, от който съдържанието на казеин е не по-малко от 95 % w/w;
- 3. млечни мазнини - не повече от 2 % w/w;
- 4. пепел, включително P₂O₅ - не повече от 7,5 % w/w;
- 5. безводна лактоза - не повече от 1 % w/w;
- 6. утайка след изгаряне - не повече от 15 mg на 25 g.

(2) Казеините по ал. 1 могат да съдържат само следните спомагателни вещества:

1. сирище, отговарящо на изискванията на Регламент (ЕО) № 1332/2008 на Европейския парламент и на Съвета от 16 декември 2008 г. относно ензимите в храните и за изменение на Директива 83/417/ЕИО на Съвета, Регламент (ЕО) № 1493/1999 на Съвета, Директива 2000/13/ЕО, Директива 2001/112/ЕО на Съвета и Регламент (ЕО) № 258/97 (ОВ, L 354 от 31 декември 2008 г.), наричан по-нататък "Регламент (ЕО) № 1332/2008";

2. други ензими за коагулиране на млякото, отговарящи на изискванията на Регламент (ЕО) № 1332/2008.

Чл. 8. (1) Казеинатите по чл. 4 трябва да съдържат:

- 1. влага - не повече от 8 % w/w;
- 2. млечен белтък, изчислен на база сухо вещество - не по-малко от 88 % w/w, от който съдържанието на казеин е не по-малко от 95 % w/w;
- 3. млечни мазнини - не повече от 2 % w/w;
- 4. безводна лактоза - не повече от 1 % w/w;
- 5. утайка след изгаряне - не повече от 22,5 mg на 25 g.

(2) За казеинатите по ал. 1 стойността на рН трябва да е от 6,0 до 8,0.

(3) В казеинатите по ал. 1 могат да се влагат следните добавки в храните, представляващи неутрализиращи и буферизиращи агенти: хидроксиди, карбонати, фосфати и цитрати на: натрий, калий, калций, амониев йон и магнезий.

Чл. 9. (1) Съдържанието на олово в казеините по чл. 2 и 3 и в казеинатите по чл. 4 трябва да е не повече от 0,75 mg/kg.

(2) Казеините по чл. 2 и 3 и казеинатите по чл. 4 не трябва да съдържат примеси в 25 g от продукта.

Чл. 10. (1) Казеините по чл. 2 и 3 имат следните органолептични характеристики:

- 1. мирис - не трябва да притежават чужд мирис;
- 2. външен вид: цвят - вариращ от бял до кремавобял; без съдържание на бучки, които при лек натиск да не могат да се раздробят.

(2) Казеинатите по чл. 4 имат следните органолептични характеристики:

- 1. мирис - много слаб чужд аромат и мирис;
- 2. външен вид: цвят - вариращ от бял до кремавобял; без съдържание на бучки, които при лек натиск да не могат да се раздробят;
- 3. разтворимост - почти напълно разтворим в дестилирана вода с изключение на калциевия казеинат.

Раздел III.

Изисквания към етикетването на казеините и казеинатите, предназначени за консумация

от човека

Чл. 11. (1) Върху опаковките, контейнерите или етикетите на казеините по чл. 2 и 3 и на казеинатите по чл. 4 с незаличими букви, ясно и четливо се обявяват и следните данни:

1. наименованието на продукта, като при казеинатите се посочват и катионът или катионите, изброени в чл. 8, ал. 3;

2. при продукти, предлагани на пазара като смеси, се добавят и:

а) думите "смес от", следвани от наименованията на съответните продукти, влизащи в състава на сместа, подредени по маса в низходящ ред;

б) при казеинати - посочване на катиона или катионите на изброените в чл. 8, ал. 3 вложени добавки в храните;

в) при смеси, съдържащи казеинати - съдържанието на млечен белтък;

3. нетната маса на продуктите в килограми или грамове;

4. името или търговското наименование и адресът на производителя, под чието име или търговско наименование се предлага продуктът на пазара; когато производителят не е установен в Европейския съюз - на вносителя на дадения продукт;

5. при внос от трети държави - името на държавата на произход;

6. идентификация на партидата продукти или дата на производство.

(2) Данните по ал. 1, т. 2, буква "в", т. 3 - 5 могат да се обявяват само в придружаващата документация.

Чл. 12. Данните по чл. 11, ал. 1, т. 1 могат да се обявяват на няколко езика, като на територията на Република България не се допуска предлагането на пазара на казеините по чл. 2 и 3 и на казеинатите по чл. 4, когато тези данни не са отбелязани по ясен и разбираем начин на български език.

Чл. 13. Когато в казеините по чл. 2 и 3 и в казеинатите по чл. 4 минималното съдържание на млечни белтъци съгласно чл. 6, ал. 1, т. 2, чл. 7, ал. 1, т. 2 и чл. 8, ал. 1, т. 2 е повишено, това може да се отбележи върху опаковките, контейнерите или етикетите им.

Чл. 14. (1) Когато казеините по чл. 2 и 3 и казеинатите по чл. 4 не отговарят на изискването по чл. 9, те не се използват за консумация от човека.

(2) Допуска се казеините и казеинатите по ал. 1 да се предлагат на пазара за други цели, когато се използват наименования, различни от тези по чл. 2 - 4, и се етикетират по начин, който не подвежда купувача по отношение на техния характер, качество или предназначенията употреба.

Раздел IV.

Изисквания към методите за вземане на проби за химичен анализ и методите за анализ на състава на казеините и казеинатите, предназначени за консумация от човека

Чл. 15. Методите за вземане на проби за целите на химичния анализ на казеините по чл. 2 и 3 и казеинатите по чл. 4 са съгласно приложение № 1.

Чл. 16. Методите за анализ на състава на казеините по чл. 2 и 3 и казеинатите по чл. 4 са съгласно приложение № 2.

Допълнителни разпоредби

§ 1. По смисъла на наредбата:

1. "Примеси" са чужди тела, като дървесни или метални частици, косми или части от насекоми.

2. "% w/w" е тегловен процент.

§ 2. С тази наредба се въвеждат изискванията на Директива (ЕС) 2015/2203 на Европейския парламент и на Съвета от 25 ноември 2015 г. относно сближаването на

законодателствата на държавите членки във връзка с казеините и казеинатите, предназначени за консумация от човека, и за отмяна на Директива 83/417/ЕИО на Съвета (ОВ, L 314 от 1 декември 2015 г.), Първа Директива на Комисията от 15 юли 1986 г. относно общностните методи за вземане на проби за химически анализ от предназначени за консумация казеини и казеинати (86/424/ЕИО) (ОВ, специално българско издание: глава 13, том 007) и Първа Директива на Комисията от 25 октомври 1985 г. относно методите за анализ на казеини и казеинати, предназначени за консумация (85/503/ЕИО) (ОВ, специално българско издание: глава 13, том 007).

Заклучителни разпоредби

§ 3. Наредбата се приема на основание чл. 5 от Закона за храните.

Приложение № 1 към чл. 15

Методи за вземане на проби за химичен анализ от казеини и казеинати, предназначени за консумация от човека

I. Общи положения

1. Основни указания

1.1. Персонал

1.1.1. Вземането на проби се извършва от упълномощено квалифицирано лице съгласно действащата нормативна уредба.

1.2. Запечатване и етикетиране на пробите

1.2.1. Проба, взета за целите на официалния контрол, се затваря и запечатва на мястото на вземането и се маркира по начина, определен в чл. 9 от Наредба № 7 от 2020 г. за условията и реда за вземане на проби и лабораторно изпитване на храни (ДВ, бр. 89 от 2020 г.).

1.3. Двойни проби

1.3.1. За анализ се вземат едновременно не по-малко от две еднакви представителни проби. Взетите проби се изпращат за анализ във възможно най-кратък срок съгласно т. 6.

1.4. Придружаваща документация

1.4.1. Взетите проби се придружават от Акт за вземане на проби съгласно чл. 4, ал. 2 от Наредба № 7 от 2020 г. за условията и реда за вземане на проби и лабораторно изпитване на храни.

2. Оборудване за вземане на проби

2.1. Спецификации

2.1.1. Оборудването за вземане на проби се изработва от материал, който не води до промени в пробата, които може да влияят на резултата от анализа, както и по време на вземането ѝ. Препоръчва се използване на неръждаема стомана.

2.1.2. Повърхностите трябва да са гладки, без цепнатини и ъглите да са заоблени. Оборудването за вземане на проби трябва да съответства на изискванията, определени за всеки продукт, от който се взема пробата.

3. Съдове за вземане на проби

3.1. Спецификации

3.1.1. Съдовете за проби и запушалките се изработват от материал, който не влияе на резултата от анализа или изпитването, и са с конструкция, която предпазва и не причинява промяна в пробата. Подходящи за изработване са стъкло, някои метали и пластмаси. Използването на непрозрачни съдове е препоръчително. Прозрачни и полупрозрачни съдове, в които са взети проби, се съхраняват на тъмно.

3.1.2. Съдовете и запушалките се поддържат чисти и сухи. Формата и обемът на съдовете се избират съобразно изискванията към продукта, от който се взема проба. Подходящи са съдове от пластмаса, съдове за еднократна употреба, ламинати, включително алуминиево фолио, или найлонови торби с подходящо затваряне. Съдовете, различни от найлонови торби, трябва да са снабдени със запушалка или капачка с винт от метал или пластмаса, а когато това е необходимо - и с пластмасов уплътнител за херметично затваряне. Запушалките и уплътнителите трябва да са неразтворими, да не абсорбират миризми, да са устойчиви на мазнини и да не влияят на миризмата, вкуса, свойствата или състава на пробата.

3.1.3. Запушалките трябва да са изработени от неабсорбиращи материали, без специфична миризма или поне да са покрити с такива материали.

4. Техника за вземане на проби

Съдовете за вземане на проби се затварят непосредствено след вземане на проба.

5. Съхранение на пробите

Температурата за съхранение на пробите от казеини и казеинати не трябва да превишава 25 °C.

6. Транспортиране на пробите

Взетите проби се транспортират до изпитвателната лаборатория във възможно най-кратък срок (при възможност до 24 часа от вземането на пробата). По време на транспортирането се вземат мерки за предотвратяване излагането на миризми, на пряка слънчева светлина и на температури, по-високи от 25 °C.

II. Процедура за вземане на проби

1. Обхват и приложение

Този метод е подходящ, когато се вземат проби, предназначени за химичен анализ на:

- а) кисели казеини;
- б) сирищни казеини;
- в) казеинати.

2. Оборудване

Оборудването за вземане на проби трябва да отговаря на изискванията на раздел I, т. 2.

2.1. Сонди

2.1.1. Сондите трябва да са с дължина, позволяваща достигане дъното на опаковките и на съдовете, съдържащи продуктите.

2.1.2. Видът на сондите е описан в раздел III.

2.2. Лъжици, шпатули, черпаци

2.2.1. Лъжиците, шпатулите и черпаците трябва да са с размери, достатъчни за вземането на проби.

2.3. Съдове за проби

2.3.1. Съдовете за проби трябва да отговарят на изискванията на раздел I, т. 3.

3. Начин на работа

3.1. Общи указания

3.1.1. При вземане на проба вероятността от проникване на атмосферна влага в съдържанието на съда преди и по време на процеса трябва да бъде сведена до минимум. След вземането на пробата съдът с продукта се затваря плътно.

3.2. Техника на вземане на проба

3.2.1. Количеството на пробата трябва да е не по-малко от 200 g.

3.2.2. Сондата се въвежда в съда добре почистена и суха. Когато е необходимо, това става при наклонено или легнало положение на съда. Отворът на сондата се насочва вертикално към дъното на съда. Когато достигне дъното, сондата се завърта на 180°, след което се изтегля. Съдържанието на сондата се прехвърля в съда, предназначен за пробата. За получаване на проба с маса не по-малка от 200 g тази процедура може да се приложи един или повече пъти. Съдът с

пробата се затваря непосредствено след вземането ѝ. По този начин се вземат проби от цялата партида.

3.3. Вземане на проби от продукти, пакетирани в малки опаковки, предназначени за продажба на дребно

3.3.1. Като единична проба може да се вземе отделна неразпечатана опаковка, при условие че не е нарушена целостта ѝ. От една и съща партида се вземат една или повече опаковки, така че общото количество на пробата да не е по-малко от 200 g.

3.3.2. Когато този метод е неприложим, се използва друг метод за получаване на представителна проба.

3.4. Запазване, съхраняване и транспортиране на пробата

3.4.1. Запазването, съхраняването и транспортирането на пробата се извършват в съответствие с изискванията на раздел I, т. 4 - 6.

III. Сонди за вземане на проби от казеини и казеинати

1. Видове сонди

1.1. Тип А - дълга сонда - фиг. 1.

1.2. Тип Б - къса сонда - фиг. 1.

2. Материали

2.1. За предпочитане е острият край на сондата и нейното основно тяло да са изработени от полирана неръждаема стомана.

2.2. Препоръчително е дръжката на дългата сонда също да бъде изработена от неръждаема стомана.

2.3. Късата сонда трябва да има сваляща се дръжка, изработена от дърво или пластмаса, като връзката между тях е тип "байонет".

3. Конструкция на сондите

3.1. Формата, материалите и изработката на сондите трябва да позволяват доброто им почистване.

3.2. Издаденият край на острието на сонда тип А трябва да е достатъчно остър, за да служи и за изстъргване на материала.

3.3. Върхът на острието трябва да е достатъчно остър, за да улеснява вземането на пробата.

4. Основни параметри

Сондите трябва да отговарят на размерите, посочени в таблицата (с допустимо отклонение от 10 %):

Размери (mm)	Дълга сонда (тип А)	Къса сонда (тип Б)
Дължина на острието	800	400
Дебелина на метала на острието	1 - 2	1 - 2
Вътрешен диаметър на острието при върха	18	32
Вътрешен диаметър на острието при дръжката или основата	22	28
Широчина на отвора при върха	4	20
Широчина на отвора при дръжката или основата	14	14

5. Насоки за работа със сондите

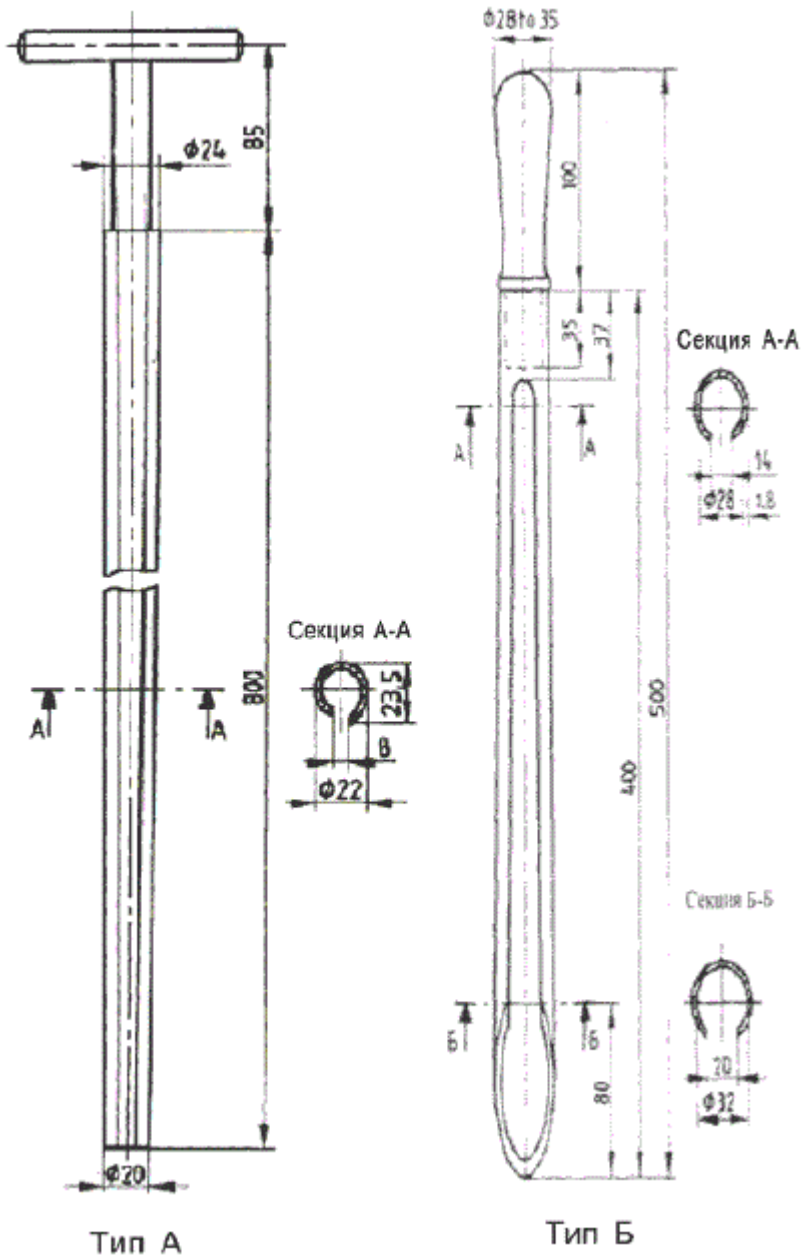
5.1. При работа с по-малко летливи продукти сондите може да се въвеждат вертикално. Така сондите от тип А се запълват изцяло при завъртане и може да бъдат извадени вертикално.

5.1.1. По време на въвеждането сондите тип Б изцяло се запълват и се изтеглят в наклонено положение, за да се избегне загуба на части от пробата в долния им край.

5.2. При работа с по-летливи продукти съдът се накланя, а сондите се въвеждат в почти хоризонтално положение, като отворът им е насочен надолу. При изтегляне сондата остава с отвора нагоре.

Фиг. 1

Сонди за вземане на проби от казеини и казеинати (размерите са в mm)



Методи за анализ на състава на казеини и казеинати, предназначени за консумация от човека

I. Общи положения

1. Подготовка на пробата за анализ

1.1. Общи указания

1.1.1. Масата на пробата за лабораторен анализ трябва да е не по-малко от 200 g.

1.2. Подготовка на пробата в лабораторията

1.2.1. Размесват се и се раздробяват напълно всички бучки, като съдът се разклаща и обръща многократно. Когато е необходимо, пробата се прехвърля в херметично затворен съд с обем, два пъти по-голям от обема ѝ.

1.2.2. Около 50 g от добре разбърканата проба (т. 1.2.1) се прехвърлят в лабораторно сито (т. 3.3).

1.2.3. Когато порцията от 50 g преминава изцяло или частично (поне 95 % w/w) през ситото (т. 3.3), се следва процедурата по т. 1.2.1.

1.2.4. Когато порцията от 50 g не преминава през ситото по начина, посочен в т. 1.2.3, порцията предварително се смела в мелница за смилане на казеин (т. 3.4), след което се прехвърля незабавно в херметично затварящ се съд с обем, два пъти по-голям от обема на пробата, и се разбърква енергично, като съдът се разклаща и обръща многократно. При това се следи да не се допусне промяна в съдържанието на влага в продукта.

1.2.5. След приготвянето на пробата за изпитване анализът се извършва за възможно най-кратко време.

1.3. Съхранение на проби

1.3.1. Проби се съхраняват в херметично затворен и непроникаващ влага съд.

2. Реактиви

2.1. Вода

2.1.1. При разтваряне, разреждане или измиване се работи с дестилирана или деминерализирана вода с еквивалентна чистота.

2.1.2. Под "разтваряне" или "разреждане" без допълнителни указания се разбира "разтваряне във вода" или "разреждане с вода".

2.2. Химикали

2.2.1. Употребяват се реактиви с квалификация "чист за анализи" ("ч.з.а."), освен когато е упоменато друго.

3. Апаратура

3.1. Списък на апаратурата

3.1.1. В списъка на апаратурата се допуска само апаратура за специализирана употреба и апаратура с конкретна спецификация.

3.2. Аналитична везна

3.2.1. Работи се с аналитична везна с точност на измерване не по-малко от 0,1 mg.

3.3. Лабораторно сито

3.3.1. Използват се лабораторни сита с капак, с диаметър 200 mm, изработени от телен плат с номинален размер на отворите 500 μ m. Разрешени за работа са сита с размери на отворите и диаметрите на тела съгласно БДС ISO 3310-1 (Сита лабораторни. Технически изисквания и изпитване. Част 1: Сита лабораторни от метална телена тъкан).

3.3.2. Ситата трябва да са снабдени със събирателен съд (колектор).

3.4. Мелница за смилане на казеин

3.4.1. При смилане на лабораторна проба (т. 1.2.4), когато това не е свързано с отделяне на голямо количество топлина и липсва загуба или поглъщане на влага, не се използва чукова мелница.

4. Изразяване на резултатите

4.1. Резултати

4.1.1. В аналитичния протокол резултатът се вписва като усреднена стойност между два анализа, които отговарят на критерия за повторяемост.

4.2. Изчисляване в проценти

4.2.1. Резултатът се изчислява в процент от масата на пробата, освен когато е указано друго.

5. Протокол от изпитване

5.1. В протокола от изпитване се посочва: приложен метод за анализ, резултатите, подробности за начина на работа, които не са изрично посочени в описанието на метода за анализ, или условия, които може да са повлияли на получения резултат.

5.2. Протоколът от изпитването трябва да съдържа цялата информация за идентифициране на пробата.

II. Определяне съдържанието на влага

1. Обхват и приложение

С този метод се определя съдържанието на влага в кисели казеини, сирични казеини и казеинати.

2. Определение

"Съдържание на влага в казеини и казеинати" е загубата на маса, както е определено в конкретния метод.

3. Принцип на работа

Остатъчната маса на пробата се определя след изсушаване в сушилня при атмосферно налягане и температура $102 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ до постигане на постоянна маса. Загубата на маса се изчислява като процент от масата на пробата.

4. Апаратура

4.1. Аналитична везна

4.2. Използват се тигли с плоско дъно, изработени от материал, който не кородира при условията на изпитването (никел, алуминий, неръждаема стомана или стъкло). Тиглите трябва да са снабдени с капаци, които се затварят плътно, но могат да бъдат отворени лесно. Подходящи размери: диаметър от 60 до 80 mm и дълбочина около 25 mm.

4.3. Сушилня на атмосферно налягане с добра вентилация, термостатично регулирана при $102 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$, равномерно регулирана в обема на сушилнята.

4.4. Ексикатор с индикатор за водно съдържание или еквивалентен изсушител, зареден с прясно активиран силикагел.

4.5. Лабораторни щипци или друг подходящ инструмент за манипулиране с тигли.

5. Начин на работа

5.1. Пробата се подготвя за изпитване, както това е описано в раздел I, т. 1.2.

5.2. Подготовка на съда

5.2.1. Тигелът (без да се покрива) и капакът му (т. 4.2) се загряват най-малко за 1 h в термостатично регулирана при $102 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ сушилня.

5.2.2. Тигелът се затваря и се поставя в ексикатор (т. 4.4), охлажда се до стайна температура и се претегля с точност до 0,1 mg (m_0).

5.3. Порция за изпитване

5.3.1. В покрит с капак тигел се поставят от 3 до 5 g от пробата (т. 5.1) и масата ѝ се измерва с точност до 0,1 mg (m_1).

5.4. Отчитане на пробата

5.4.1. Тигелът се отваря и се поставя заедно с капака в сушилня (т. 4.3) при температура $102 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ за 4 h.

5.4.2. Тигелът се затваря, поставя се в ексикатора, охлажда се до стайна температура и се претегля с точност до 0,1 mg.

5.4.3. Тигелът се отваря и се загрява заедно с капака в сушилнята за 1 h. Повтаря се процесът от т. 5.4.2.

5.4.4. Докато масата, получена при процеса по т. 5.4.3, е по-малка с повече от 1 mg от масата, получена при процеса по т. 5.4.2, процесът по т. 5.4.3 се повтаря.

5.4.4.1. Когато при това масата се окаже по-голяма, при изчисленията (т. 6.1) се използва най-малката.

5.4.4.2. Крайната записана маса се обозначава с m_2 (g).

5.4.4.3. Изсушаване не трябва да трае повече от 6 h.

6. Изразяване на резултатите

6.1. Метод на изчисляване

6.1.1. Загубата на маса при сушенето на пробата, изразена като процент от масата, се изчислява, както следва:

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

където:

m_0 е масата в (g) на тигела и капака му след процеса по т. 5.2;

m_1 - масата в (g) на тигела, капака му и пробата преди изсушаване (процес от т. 5.3);

m_2 - масата в (g) на тигела, капака и пробата след изсушаване (процес от т. 5.4.3 или т. 4.4).

6.1.2. Загубата при сушенето се изчислява с точност до 0,01 %.

6.2. Повторяемост

6.2.1. Не се допуска разликата в резултатите между два анализа, проведени едновременно или в бърза последователност на една и съща проба от един и същ лаборант, да превишава 0,1 g влага на 100 g продукт.

6.2.2. Когато методът е приложен правилно, повторяемост се постига в 95 % от случаите.

III. Определяне на съдържание на белтък

1. Обхват и приложение

С този метод се определя белтъчното съдържание в кисели казеини, сирищни казеини и казеинати.

Изключение се прави за казеини и казеинати, които съдържат амониев казеинат или други амониеви или азотни небелтъчни съединения.

2. Определение

"Съдържание на белтък" се дефинира като съдържание на азот, определено чрез конкретен метод, умножено по 6,38 и изразено като процент от масата.

3. Принцип на работа

Изпитваната порция се смесва със смес от калиев сулфат и сярна киселина в присъствие на меден (II) сулфат като катализатор, който превръща азота от органичните съставки в азот от неорганична молекула - амоняк. Амонякът се подлага на дестилация и се абсорбира в разтвор на борна киселина, след което се титрира със стандартен разтвор на солна киселина. Азотното съдържание се преобразува в белтъчно съдържание, като получената стойност се умножи по 6,38.

4. Реактиви

4.1. Концентрирана сярна киселина, S20 1,84 g/ml.

4.2. Безводен калиев сулфат (K_2SO_4).

- 4.3. Меден (II) сулфат пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).
- 4.4. Захароза ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$).
- 4.5. Борна киселина - разтвор 40 g/l.
- 4.6. Натриев хидроксид, концентриран воден разтвор 30 % (w/w), свободен от карбонати.
- 4.7. Солна киселина - 0,1 mol/l.
- 4.8. Смесен индикатор. Смесват се равни части разтвор с концентрация 2 g/l метиленово червено в минимум 95 % (v/v) етанол и разтвор с концентрация 1 g/l метиленово синьо в минимум 95 % (v/v) етанол.

5. Апаратура

- 5.1. Аналитична везна.
- 5.2. Келдалова колба с обем 500 ml.
- 5.3. Устройство за поддържане на келдаловата колба (т. 5.2) в наклонено положение с нагревателен уред, който не загрява частта от колбата над повърхността на течността.
- 5.4. Кондензатор с права вътрешна тръба.
- 5.5. Отвеждаща тръба с предпазно разширение, свързана с долния край на кондензатора (т. 5.4) с помощта на стъклен шлиф или гумена тръба. При използване на гумена тръба стъклените краища трябва да са близо един до друг.
- 5.6. Разпръскваща глава (дюза), свързана с келдаловата колба (т. 5.2) и с кондензатора (т. 5.4) чрез мека, плътно прилепваща гума или друга подходяща запушалка.

5.7. Ерленмайерова колба с обем 500 ml.

5.8. Градуирани цилиндри с обем 50 ml и 100 ml.

5.9. Бюрета с обем 50 ml, градуирана през 0,1 ml.

5.10. Помагала за варене:

5.10.1. За смилане: малки парчета твърд порцелан или стъклени перли.

5.10.2. За дестилация: прясно закалени парчета пемза.

6. Начин на работа

6.1. Подготовка на пробата за изпитване - както е описано в раздел I, т. 1.2.

6.2. Изпитване за наличие на азот от състава на амоняк.

6.2.1. При съмнение за наличие на амониев казеинат или на други амониеви съединения се извършва следното: в малка ерленмайерова колба към 1 g от пробата се добавят 10 ml вода и 100 mg магнезиев оксид. Остъргва се цялото количество от сместа, полепнало по стените, и колбата се затваря с коркова запушалка, като между запушалката и гърлото на колбата се поставя навлажнена лента от червена лакмусова хартия. Колбата се разклаща внимателно и се поставя на водна баня при температура от 60 до 65 °C. Когато до 15 min лакмусовата хартия се оцвети в синьо, налице е амоняк и в този случай методът е неприложим (т. 1).

6.3. Празна проба.

6.3.1. Едновременно с определянето на азотното съдържание в пробата се провежда и процедура, наречена "празна проба": използват се 0,5 g захароза (т. 4.4), същата апаратура и количества реактиви и същата процедура, както е описана в т. 6.5. Когато при титруване на празната проба са необходими повече от 0,5 ml от 0,1 mol/l киселина, реактивите се проверят, а нечистият реактив или реактиви се пречистват или подменят.

6.4. Порция за изпитване.

6.4.1. В келдалова колба (т. 5.2) се поставят от 0,3 до 0,4 g от пробата за изпитване (т. 6.1), при което се изисква точност до 0,1 mg.

6.5. Определяне.

6.5.1. В колбата се поставят няколко парчета порцелан или няколко стъклени перли (т. 5.10.1) и около 10 g безводен калиев сулфат (т. 4.2). Прибавят се 0,2 g меден (II) сулфат (т. 4.3), гърлото на колбата се измива с малко вода. Прибавят се 20 ml концентрирана сярна киселина (т. 4.1). Съдържанието на колбата се разбърква.

6.5.1.1. Загрява се внимателно върху уреда за нагриване (т. 5.3), докато спре образуването на пяна, вари се, докогато разтворът се избистри и се получи светлозелено-син цвят. От време на време колбата се разклаща. Вари се, като топлината се регулира така, че парите да се кондензират в средната част на гърлото на колбата. Нагриването продължава 90 min, като се избягва локално прегряване.

6.5.1.2. Охлажда се до стайна температура. Внимателно се прибавят около 200 ml вода и няколко къса пемза (т. 5.10.2). Разбърква се и се оставя да изстине.

6.5.2. В ерленмайеровата колба (т. 5.7) се поставят 50 ml от разтвор на борна киселина (т. 4.5) и 4 капки индикатор (т. 4.8). Разбърква се. Ерленмайеровата колба се слага под кондензатора (т. 5.4), така че върхът на отвеждащата тръба (т. 5.5) да е потопен в разтвора на борна киселина. Чрез градуиран цилиндър (т. 5.8) в келдаловата колба се добавят 80 ml от разтвор на натриев хидроксид (т. 4.6). По време на процедурата колбата е в наклонено положение, така че разтворът на натриев хидроксид да се стича по стената на колбата и да образува слой на дъното.

6.5.2.1. Без забавяне келдаловата колба се свързва с кондензатора чрез дюзата (т. 5.6).

6.5.2.2. Съдържанието се разбърква чрез внимателно завъртане на колбата. Отначало се вари внимателно, като се избягва образуване на пяна. Дестилацията продължава около 30 min, докато се съберат 150 ml дестилат. Дестилатът трябва да е с температура, по-ниска от 25 °C. Около 2 min преди края на дестилацията ерленмайеровата колба се навежда надолу така, че върхът на отвеждащата тръба да не е потопен в киселинния разтвор. Върхът се изплаква с малко вода. Нагриването се прекратява, отвеждащата тръба се отстранява и се изплакват външните и вътрешните ѝ стени с малко вода, която се оттича в ерленмайеровата колба.

6.5.3. Дестилатът се титрува в ерленмайеровата колба, като се използва стандартен обемен разтвор на солна киселина (т. 4.7).

7. Изразяване на резултатите

7.1. Формула и метод за изчисляване.

7.1.1. Белтъчното съдържание на пробата, изразено като процент от масата, се изчислява по формулата:

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

където:

V_1 е обемът в ml на стандартния обемен разтвор на солната киселина (т. 4.7), използван за целите на анализа (т. 6.5);

V_2 - обемът в ml на стандартния обемен разтвор на солната киселина (т. 4.7), използван в празната проба (т. 6.3);

T - концентрацията на стандартния обемен разтвор на солната киселина (т. 4.7) в mol/l;

m - масата в g на изпитваната порция.

7.1.2. Белтъчното съдържание се изчислява с точност до 0,1 %.

7.2. Повторяемост.

7.2.1. Не е допустимо разликата в резултатите между два анализа на една и съща проба, проведени едновременно или в бърза последователност, извършени от един и същ лаборант при едни и същи условия, да превишава 0,5 g белтък на 100 g продукт.

7.2.2. Когато методът е приложен правилно, повторяемост се постига в 95 % от случаите.

IV. Определяне на титруемата киселинност

1. Обхват и сфера на приложение

С този метод се определя титруемата киселинност на кисели казеини.

2. Определение

"Титруемата киселинност на кисели казеини" е обемът в милилитри на стандартен

разтвор на натриев хидроксид 0,1 mol/l, необходим за неутрализиране на воден екстракт от 1 g от продукта.

3. Принцип на работа

Първоначално, при температура 60 °C, се получава воден екстракт от пробата, който се филтрира. Филтратът се титрира със стандартен натриев хидроксид в присъствие на фенолфталеинов индикатор.

4. Реактиви

Водата за провеждане на процедурите по метода (т. 6) или за приготвяне на реактивите трябва да е свободна от въглероден диоксид, което се постига чрез преваряване в продължение на 10 min преди употреба.

4.1. Разтвор на натриев хидроксид - 0,1 mol/l.

4.2. Индикаторен разтвор на фенолфталеин 10 g/l в етанол (95 % v/v), неутрализиран до индикатора.

5. Апаратура

5.1. Аналитична везна.

5.2. Ерленмайерова колба с обем 500 ml с шлиф на гърлото, снабдена със стъклена запушалка с шлиф.

5.3. Пипета с обем 100 ml.

5.4. Пипета, подходяща за измерване на 0,5 ml от индикаторния разтвор (т. 4.2).

5.5. Ерленмайерова колба с обем 250 ml.

5.6. Градуиран цилиндър с обем 250 ml.

5.7. Бюрета, градуирана през 0,1 ml.

5.8. Водна баня, термостатично регулирана при 60 °C±2 °C.

5.9. Подходящ филтър.

6. Принцип на работа

6.1. Подготовка на пробата за изпитване - както е описано в раздел I, т. 1.2.

6.2. Порция за изпитване.

Претеглят се 10 g от пробата за изпитване (т. 6.1) с точност до 10 mg и се поставят в ерленмайеровата колба (т. 5.2).

6.3. Определяне.

6.3.1. Използва се градуиран цилиндър от 250 ml (т. 5.6), добавят се 200 ml преварена и охладена непосредствено преди анализа вода с температура до 60 °C. Колбата се запушва, съдържанието се разбърква чрез въртливо движение и се оставя на водна баня при 60 °C (т. 5.8) за 30 min. Разклаща се на всеки 10 min.

6.3.2. Филтрува се и филтратът (задължително бистър!) и се охлажда до около 20 °C.

6.3.3. Чрез пипета (т. 5.3) се прехвърлят 100 ml от охладения филтрат в ерленмайеровата колба (т. 5.5). С пипетата (т. 5.4) се добавят 0,5 ml от фенолфталеиновия индикаторен разтвор (т. 4.2). Титрира се със стандартен обемен разтвор на натриев хидроксид (т. 4.1) до появата на бледорозов цвят, който се запазва в продължение на не по-малко от 30 s. Използваният обем се отчита и се записва с точност до 0,01 ml.

7. Изразяване на резултатите

7.1. Формула и метод за изчисляване.

7.1.1. Титруемата киселинност на киселия казеин се изчислява по формулата:

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

където:

V е обемът в ml на използвания стандартен обемен разтвор на натриев хидроксид (т. 4.1);

T - концентрацията на стандартния обемен разтвор на натриев хидроксид (т. 4.1) в mol/l;
m - масата в g на изпитваната порция.

7.1.2. Титруемата киселинност се изчислява с точност до втория десетичен знак.

7.2. Повторяемост.

7.2.1. Не е допустимо разликата в резултатите между два анализа на една и съща проба, проведени едновременно или в бърза последователност, извършени от един и същ лаборант при едни и същи условия, да превишава 0,02 ml от 0,1 mol/l натриев хидроксид в 1 g от продукта.

7.2.2. Когато методът е приложен правилно, повторяемост се постига в 95 % от случаите.

V. Определяне съдържанието на пепел (включително P₂O₅)

1. Обхват и приложение

С този метод се определя съдържанието на пепел (включително P₂O₅) в кисели казеини.

2. Определение

"Съдържание на пепел" (включително P₂O₅) е съдържанието на пепел, както е определено в специфицирания метод.

3. Принцип на работа

Порция от пробата за анализ се изпича при 825 °C±25 °C в присъствие на магнезиев ацетат за свързване на цялото количество фосфор в органични молекули. Окончателното съдържание на пепел се изчислява след претегляне на остатъка и изваждане на масата на пепелта, която произхожда от магнезиевия ацетат.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на магнезиев ацетат тетрахидрат - 120 g/l: разтварят се 120 g магнезиев ацетат тетрахидрат [Mg(CH₃CO₂)₂.4H₂O] във вода, след което се добавя вода до получаването на 1 L разтвор.

5. Апаратура

5.1. Аналитична везна.

5.2. Пипета с обем 5 ml.

5.3. Силициеви или платинени тигли с диаметър около 70 mm и дълбочина от 25 до 50 mm.

5.4. Сушилня, термостатично регулирана при 102 °C±1 °C.

5.5. Електрическа пещ, термостатично регулирана при 825 °C±25 °C.

5.6. Вряща водна баня.

5.7. Ексикатор или еквивалентен изсушител, зареден с прясно активиран силикагел с индикатор за водно съдържание.

6. Принцип на работа

6.1. Подготовка на пробата за изпитване - както е описано в раздел I, т. 1.2.

6.2. Подготовка на тиглите.

Два тигела (А и Б) (т. 5.3) се нагряват за 30 min в електрическата пещ (т. 5.5), термостатично регулирана при 825 °C±25 °C, охлаждат се за кратко, след което се поставят в ексикатора (т. 5.7) при стайна температура и се претеглят с точност до 0,1 mg.

6.3. Порция за изпитване.

Директно в един от приготвените тигли (А) се претеглят приблизително 3 g от пробата за изпитване (т. 6.1) с точност до 0,1 mg.

6.4. Определяне.

6.4.1. Като се използва пипета (т. 5.2), в тигела (А) се добавят точно 5 ml от разтвора на магнезиев ацетат (т. 4.1), така че да се навлажни цялата изпитвана порция. Остава се да престои 20 min.

6.4.2. С пипета (т. 5.2) в другия подготвен тигел (Б) се добавят точно 5 ml от разтвор на магнезиев ацетат (т. 4.1).

6.4.3. Съдържанието на двата тигела (А и Б) се изпарява до пълно изсушаване на вряща

водна баня (т. 5.6).

6.4.4. Двата тигела се поставят за 30 min в сушилнята (т. 5.4), термостатично регулирана при $102\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.4.5. Тигел А с неговото съдържание се нагрива на слаб пламък, на топла плоча или под инфрачервена лампа до пълно овъгляване на изпитваната порция, като се внимава да не се възпламени.

6.4.6. Двата тигела (А и Б) се преместват в електрическата пещ (т. 5.5), термостатично регулирана при $825\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, и се нагриват за не по-малко от 1 h, докато от тигел А не се отдели цялото количество въглерод. Двата тигела се охлаждат и след това се поставят в ексикатора (т. 5.7) при стайна температура. Претеглят се с точност до 0,1 mg.

6.4.7. Процесът на нагриване за около 30 min в електрическата пещ (т. 5.5) и последващо охлаждане и на претегляне се повтаря, докато масата се задържи в границите на 1 mg или започне да се увеличава. Записва се най-ниската маса.

7. Изразяване на резултатите

7.1. Метод за изчисляване.

7.1.1. Съдържанието на пепел, включително P_2O_5 , в пробата като процент от масата се изчислява по формулата:

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

където:

m_0 е масата в g на изпитвателната порция;

m_1 - масата в g на тигел А и остатъка;

m_2 - масата в g на тигел А;

m_3 - масата в g на тигел Б и остатъка;

m_4 - масата в g на подготвения тигел Б.

7.1.2. Крайният резултат се изчислява с точност до 0,01 %.

7.2. Повторяемост.

7.2.1. Не е допустимо разликата в резултатите между два анализа на една и съща проба, проведени едновременно или в бърза последователност, извършени от един и същ лаборант при едни и същи условия, да превишава 0,1 g на 100 g продукт.

7.2.2. Когато методът е приложен правилно, повторяемост се постига в 95 % от случаите.

VI. Определяне съдържанието на пепел (включително P_2O_5)

1. Обхват и приложение

С този метод се определя съдържанието на пепел (включително P_2O_5) в сирищен казеин.

2. Определение

"Съдържание на пепел" (включително P_2O_5) е съдържанието на пепел, както е определено от специфицирания метод.

3. Принцип на работа

Порция от пробата се изпича при $825\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ до постоянна маса. Остатъкът се определя чрез претегляне и се изчислява като процент от масата на пробата.

4. Апаратура

4.1. Аналитична везна.

4.2. Силициев или платинен тигел с диаметър около 70 mm и дълбочина от 25 до 50 mm.

4.3. Електрическа пещ, термостатично регулирана при $825\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.4. Ексикатор или еквивалентен изсушител с индикатор за водно съдържание, зареден с прясно активиран силикагел.

5. Начин на работа

5.1. Подготовка на пробата за изпитване - както е описано в раздел I, т. 1.2.

5.2. Подготовка на тигела.

Тигелът (т. 4.2) се нагрива за 30 min в електрическа пещ (т. 4.3), термостатично регулирана при $825 \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$, оставя се да се охлади, поставя се в ексикатора (т. 4.4) при стайна температура и се претегля с точност до 0,1 mg.

5.3. Порция за изпитване.

Директно в приготвения тигел се претеглят около 3 g от пробата за изпитване (т. 5.1) с точност до 0,1 mg.

5.4. Определяне.

5.4.1. Тигелът заедно със съдържанието се нагрива на слаб пламък, на топла плоча или под инфрачервена лампа до пълно овъгляване на изпитваната порция, като се внимава да не се възпламени.

5.4.2. Тигелът се премества в електрическа пещ (т. 4.3), термостатично регулирана при $825 \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$, и се нагрива най-малко 1 h, докато се отдели цялото количество въглерод. Тигелът се оставя да се охлади и след това се поставя в ексикатора (т. 4.4) при стайна температура. Претегля се с точност до 0,1 mg.

5.4.3. Процесът на нагриване се повтаря за около 30 min в електрическата пещ (т. 4.3), охлажда се и се претегля, докато масата се задържи в границите на 1 mg или започне да се увеличава. Записва се най-ниската маса.

6. Изразяване на резултатите

6.1. Метод за изчисляване и формула.

6.1.1. Съдържанието на пепел, включително P_2O_5 , в пробата като процент от масата се изчислява по формулата:

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

където:

m_0 е масата в g на изпитвателната порция;

m_1 - масата в g на тигела и остатъка;

m_2 - масата в g на подготвения тигел.

6.1.2. Крайният резултат се изчислява с точност до 0,01 %.

6.2. Повторяемост.

6.2.1. Разликата в резултатите между два анализа на една и съща проба, проведени едновременно или в бърза последователност от един и същ лаборант при едни и същи условия, не трябва да превишава 0,15 g пепел на 100 g продукт.

6.2.2. Когато методът е приложен правилно, повторяемост се постига в 95 % от случаите.

VII. Определяне на рН

1. Обхват и сфера на приложение

С този метод се определя рН на казеинати.

2. Определение

"рН на казеинати" е рН на воден разтвор на казеинати при $20 \text{ }^\circ\text{C}$, както е определено в конкретния метод.

3. Принцип на работа

Електрометрично определяне на рН на воден разтвор на казеинат чрез рН метър.

4. Реактиви

Водата, която се използва в процедурите на метода (т. 6) или за приготвяне на реактивите, трябва да е прясно дестилирана и да не съдържа въглероден диоксид.

4.1. Буферни разтвори за калибриране на рН метъра (т. 5.2).

Използват се два стандартни буферни разтвора с известни до втория десетичен знак стойности на рН при 20 °С, между които да попадне стойността на рН на пробата по време на изпитването. Може да се използва фталатен буферен разтвор с рН приблизително 4 и бораксов буферен разтвор с рН приблизително 9.

5. Апаратура

5.1. Везни с точност 0,1 g.

5.2. рН метър с минимална чувствителност 0,05 рН единици с подходящо калибриран електрод.

5.2.1. Може да се използват:

5.2.1.1. стъклен електрод, и

5.2.1.2. каломелов или друг еталонен електрод.

5.3. Термометър с точност 0,5 °С.

5.4. Ерленмайерова колба с обем 100 ml, снабдена с шлифована стъклена запушалка.

5.5. Бехерова чаша с обем 50 ml.

5.6. Миксер.

5.7. Бехерова чаша за миксера (т. 5.6) с обем най-малко 250 ml.

6. Начин на работа

6.1. Подготовка на изпитваната проба - както е описано в раздел I, т. 1.2.

6.2. Определяне.

6.2.1. Калибриране на рН метъра.

Температурата на буферните разтвори (т. 4.1) трябва да се доведе до 20 °С и рН метърът да се калибрира в съответствие с инструкциите на производителя.

Забележки:

1. Калибрирането се извършва, след като колбите се оставят в покой за 20 min (вж. т. 6.2.2).

2. Когато се изпитват серия от проби, калибрирането на рН метъра се проверява с един или повече от стандартните буферни разтвори най-малко на всеки 30 min.

6.2.2. Приготвяне на разтвора за изпитване.

6.2.2.1. В бехерова чаша (т. 5.7) се поставят 95 ml вода, добавят се 5 g от пробата за изпитване (т. 6.1) и разтворът се разбърква в продължение на 30 s с миксер (т. 5.6).

6.2.2.2. Бехерова чаша, покрита със стъкло, се оставя да престои не по-малко от 20 min при около 20 °С.

6.2.3. Измерване на рН.

6.2.3.1. Непосредствено преди работа стъкленият електрод на рН метъра (т. 5.2) внимателно се промива с вода, в бехерова чаша (т. 5.5) се отливат около 20 ml от разтвора и без забавяне се определя рН на течността.

6.2.3.2. Отчитане на рН.

7. Изразяване на резултатите

7.1. Записване на рН.

Като рН на водния разтвор на казеината се записва стойността, отчетена по скалата на рН метъра с точност до втория десетичен знак.

7.2. Повторяемост.

7.2.1. Не е допустимо разликата в резултатите между два анализа на една и съща проба, проведени едновременно или в бърза последователност от един и същ лаборант при едни и същи условия, да превишава

0,05 рН единици.

7.2.2. Когато методът е приложен правилно, повторяемост се постига в 95 % от случаите.