

ПЪРВА ДИРЕКТИВА НА КОМИСИЯТА

от 25 октомври 1985 година

относно методите за анализ на казеини и казеинати, годни за консумация

(85/503/ЕИО)

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

консумация от човека¹, и по-специално член 9, буква б) от нея;

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА

Член 1

приложение II.

Член 2

Държавите-членки приемат необходимите законови, подзаконови и административни разпоредби, за да се съобразят настоящата директива най-късно до 1 май 1987 г. Те незабавно информират Комисията за това.

Член 3

¹ ОВ L 237, 26. 8. 1983 г., стр. 25.

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 25 октомври 1985 година.

За Комисията:

COCKFIELD

Заместник-председател

ПРИЛОЖЕНИЕ I

ОБХВАТ НА МЕТОДИТЕ ЗА АНАЛИЗ НА НА КАЗЕИНИ И КАЗЕИНАТИ, ГОДНИ ЗА КОНСУМАЦИЯ СЪГЛАСНО ПЪРВА ДИРЕКТИВА НА КОМИСИЯТА

- I. Общи разпоредби**
- II. Определяне на влага в:**
 - кисели казеини, използвайки метод 1, приложение II
 - сирищни казеини, използвайки метод 1, приложение II
 - казеинати, използвайки метод 1, приложение II
- III. Определяне на белтъчно съдържание в:**
 - кисели казеини, използвайки метод 2, приложение II
 - сирищни казеини, използвайки метод 2, приложение II
 - казеинати, използвайки метод 2, приложение II
- IV. Определяне на титруема киселинност в:**
 - кисели казеини, използвайки метод 3, приложение II
- V. Определяне на пепел (включително P_2O_5) в:**
 - кисели казеини, използвайки метод 4, приложение II
 - сирищни казеини, използвайки метод 5, приложение II
- VI. Определяне на рН в:**
 - казеинати, използвайки метод 6, приложение II

ПРИЛОЖЕНИЕ II

МЕТОДИ ЗА АНАЛИЗ НА СЪСТАВА НА ГОДНИТЕ ЗА КОНСУМАЦИЯ КАЗЕИНИ И КАЗЕИНАТИ

ОБЩИ РАЗПОРЕДБИ

1. ПРИГОТВЯНЕ НА ПРОБАТА ЗА АНАЛИЗ

1.1 Общи указания

Масата на пробата, която се представя в лабораторията за анализ, е най-малко 200 грама.

1.2. Приготвяне на пробата за анализ в лабораторията

- 1.2.1. Всички бучки, и т.н., се разбъркват и разтрошават напълно в лабораторната проба, като съда се разклаща и обръща многократно (ако е необходимо, това се прави след прехвърляне на цялата проба в херметически затворен съд с достатъчна вместимост (два пъти по-голяма от обема на пробата), за да може да се извърши тази операция).
- 1.2.2. Представителна порция от пробата, т.е. около 50 грама, се прехвърля от напълно разбърканата лабораторна проба (1.2.1.) в лабораторното сито (3.3).
- 1.2.3. Ако тази порция от 50 грама премине изцяло или почти изцяло (най-малко 95% от теглото) през ситото (3.3), тя се използва за определянето на пробата по начина, посочен в точка 1.2.1.
- 1.2.4. В противен случай, 50-грамовата порция се смела, като се използва мелница за смилане на казеин (3.4), докато не бъде изпълнено условието за преминаване през ситото (1.2.3.). Цялата смляна по този начин проба незабавно се прехвърля в херметически затварящ се съд с достатъчна вместимост (два пъти по-голяма от обема на пробата) и се разбърква старателно, като съда се разклаща и обръща многократно. По време на тези операции се вземат предпазни мерки за избягване на всяка промяна в съдържанието на влага в продукта.
- 1.2.5. Към всяко определяне следва да се пристъпи във възможно най-кратък срок, след като пробата за изпитване е била приготвена.

1.3. Контейнери

Пробата се съхранява винаги в херметично затворен и непропускащ влага контейнер.

2. РЕАКТИВИ

2.1. Вода

- 2.1.1. Винаги, когато става въпрос за вода, предназначена за разтваряне, разреждане или измиване, се използва дестилирана вода или деминерализирана вода с поне еквивалентна чистота.

2.1.2. Винаги, когато става въпрос за „разтваряне” или „разреждане” без допълнителни указания, се разбира „разтваряне във вода” или „разреждане с вода”.

2.2. Химикали

Всички използвани химикали са с признати качества на аналитични реактиви, освен ако е указано друго.

3. АПАРАТУРА

3.1. Списъци на апаратурата

Списъците на апаратурата включват само уреди за специализирана употреба и уреди с конкретна спецификация.

3.2. Аналитична везна

Аналитична везна означава везна с точност на измерване не по-малко от 0.1 мг.

3.3. Лабораторно сито

Използваните лабораторни сита следва да бъдат снабдени с капак, да са с диаметър от 200 мм, да са изработени от телен плат с номинален размер на отворите 500 μм. Разрешените размери на отворите и диаметрите на телта са посочени в ISO 3310/1. (Лабораторни сита - Технически изисквания и изпитване - част 1: Метален телен плат. ISO 3310/1 - 1975 г.).

Ситата следва да бъдат снабдени със събирателен съд (колектор).

3.4. Мелница за смилане на казеин

Ако се налага смилане на лабораторната проба (1.2.4) без производство на прекомерна топлина и без загуба или абсорбция на влага, не се използва чукова трошачка.

4. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

4.1. Резултати

Посоченият в аналитичния протокол резултат е средната стойност, получена от стойностите на две определяния, които отговарят на критерия за повторяемост за този метод.

4.2. Изчисляване на процентно съдържание

Резултатът се изчислява като процент от масата на пробата, освен ако не е указано друго.

5. ПРОТОКОЛ ОТ ИЗПИТВАНЕ

В протокола от изпитване се посочват методът за анализ, както и получените резултати. Освен това, се упоменават всички подробности относно процедури, неспецифирани в метода за анализ, или такива по избор, както и всички условия, които може да са повлияли на получените резултати. В протокола от изпитване се посочва цялата необходима информация за пълната идентификация на пробата.

МЕТОД 1

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА СЪДЪРЖАНИЕ НА ВЛАГА

1. ОБХВАТ И СФЕРА НА ПРИЛОЖЕНИЕ

С този метод се определя съдържанието на влага в:

- кисели казеини;
- сирищни казеини;
- казеинати.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържание на влага в казеини и казеинати е загубата на маса, определена чрез конкретния метод.

3. ПРИНЦИП

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

4. АПАРАТУРА

4.1. Аналитична везна

4.2. **Тигли** с плоско дъно от некорозиращ при условията на изпитването материал като никел, алуминий, неръждаема стомана или стъкло. Тиглите трябва да са снабдени с капаци, които се затварят плътно, но могат да бъдат отворени лесно. Подходящите размери са: диаметър от 60 до 80 мм и дълбочина от около 25 мм.

4.3. **Сушилня при атмосферно налягане** с добра вентилация, оборудвана с термостат за регулация на температурата (при $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$). Температурата следва да е равномерна в цялата сушилня.

4.4. **Десикатор**, съдържащ прясно активиран силикагел с индикатор за водно съдържание или еквивалентен изсушител.

4.5. **Подходящ инструмент за манипулиране с тигли** като лабораторни щипци.

5. ПРОЦЕДУРА

5.1. Приготвяне на пробата за изпитване

Както е описано в раздел 1.2. на «Общи разпоредби».

5.2. Подготовка на съда

5.2.1. Тигелът (без да се покрива) и капакът му (4.2) се загряват в сушилня (тока 4.3), термостатично регулирана при $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, най-малко за един час.

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

5.3. Порция за изпитване

5.3.1. Поставят се от 3 до 5 г от пробата (5.1) в тигела, който се покрива с капака и се измерва с точност до 0,1 мг (m_1).

5.4. Определяне

- 5.4.1. Тигелът се отваря и се поставя заедно с капака му в сушилнята (4.3) при температура $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ за четири часа.
- 5.4.2. Тигелът отново се затваря, поставя се в десикатора, охлажда се до стайна температура и се претегля с точност до 0,1 мг.
- 5.4.3. Тигелът се отваря и отново се загрива заедно с капака в сушилнята за един час. След това операцията от точка 5.4.2 се повтаря.
- 5.4.4. Ако масата, получена по точка 5.4.3, е по-малка с повече от 1 мг от масата, получена при процеса по точка 5.4.2, процесът по точка 5.4.3 се повтаря. При поява на покачване на масата, за изчисленията (6.1) се използва най-малката записана маса.
- Крайната записана маса следва да е m_2 г. Общото време за изсушаване не следва да бъде повече от шест часа.

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

6.1. Метод на изчисляване

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 = масата в г на тигела и капака му след процеса 5.2;

m_1 = масата в г на тигела, капака му и порцията за изпитване преди изсушаване (5.3);

m_2 = масата в г на тигела, капака и порцията за изпитване след изсушаване (5.4.3 или 5.4.4).

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

6.2. Повторяемост

Разликата в резултатите между два анализа, проведени едновременно или в бърза последователност на една и съща проба от един и същ лаборант, не превишава 0,1 г влага на 100 г продукт.

Такава степен на повторяемост следва да се постига в 95 % от случаите, в които се използва този метод.

МЕТОД 2

ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА БЕЛТЪК

1. ОБХВАТ И СФЕРА НА ПРИЛОЖЕНИЕ

С този метод се определя белтъчното съдържание в:

- кисели казеини,

- сирищни казеини,
- казеинати;

Изключват се съдържащите се амониев казеинат или други амониеви или азотни небелтъчни съединения.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържание на белтък е съдържанието на азот, както е определено посредством посочения метод, умножено после по 6,38 и изразено като процент от масата.

3. ПРИНЦИП

Порцията за изпитване се смела със смес от калиев сулфат и сярна киселина в присъствието на меден (II) сулфат като катализатор за превръщане азота на органичните съставки в амонячен азот. Амонякът се дестилира и абсорбира в разтвор на борна киселина и след това се титрира със стандартен разтвор на солна киселина. Азотното съдържание се превръща в белтъчно съдържание чрез умножаване по 6,38.

4. РЕАКТИВИ

- 4.1. Концентрирана сярна киселина, S_2O 1.84 г/мл.
- 4.2. Безводен калиев сулфат (K_2SO_4).
- 4.3. Меден (II) сулфат пентахидрат ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$).
- 4.4. Захароза ($C_{12}H_{22}O_{11}$).
- 4.5. Борна киселина – разтвор 40 г/л .
- 4.6. Натриев хидроксид, концентриран воден разтвор 30% (м/м), свободен от карбонати.
- 4.7. Солна киселина - 0.1 мол/л.
- 4.8. Смесен индикатор. Смесват се равни части разтвор с концентрация 2 г/л метиленово червено в минимум 95% (V/V) етанол и разтвор с концентрация 1 г/л метиленово синьо в минимум 95% (V/V) етанол.

5. АПАРАТУРА

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

- 5.7. **Ерленмайерова колба** с вместимост от 500 мл.
- 5.8. **Градуирани цилиндри** с вместимост от 50 мл и 100 мл.
- 5.9. **Бюрета** с вместимост от 50 мл градуирана на 0.1 мл.
- 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. ПРОЦЕДУРА

6.1. Подготовка на пробата за изпитване

Както е описано в раздел 1.2. на Общите разпоредби.

6.2. Изпитване за наличие на амонячен азот

При съмнение за наличие на амониев казеинат или на други амониеви съединения се извършва следното изпитване: към 1 г от пробата се добавят 10 мл вода и 100 мг магнезиев окис в малка ерленмайерова колба. 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. Ако до петнадесет минути лакмусовата хартия се оцвети в синьо, налице е амоняк и в такъв случай методът е неприложим (виж точка 1).

6.3. Празна проба

Едновременно с определянето на азотното съдържание в пробата се провежда и т.нар. празно определяне, като се използват 0.5 г захароза (4.4) вместо порцията за изпитване, същата апаратура и същите количества от всички реактиви, както и същата процедура, както е описана в точка 6.5. Ако при титруването на празната проба са необходими повече от 0,5 мл от 0,1 мол/л киселина, реактивите се проверяват и нечистият реактив или реактиви се пречистват или подменят.

6.4. Порция за изпитване

В келдалова колба се поставят (5.2) 0.3 до 0.4 г от пробата за изпитване (6.1) с точност до 0.1 мг.

6.5. Определяне

- 6.5.1. В колбата се поставят няколко парчета порцелан или няколко стъклени перли (5.10.1) и около 10 г от безводния калиев сулфат (4.2). Прибавя се 0.2 г меден (II) сулфат (4.3) и се измива гърлото на колбата с малко вода. Прибавя се 20 мл концентрирана сярна киселина (4.1). Съдържанието на колбата се разбърква.

Загрява се внимателно върху уреда за нагриване (5.3), докато спре пенообразуването и се вари внимателно, докато разтворът се избистри и се получи светлозеленосин цвят. Колбата се разклаща от време на време.

Варенето се продължава, като се регулира топлината така, че парите да се кондензират в средната част на гърлото на колбата. Нагриването продължава деветдесет минути, като се избягва локално прегряване. Охлажда се до стайна температура. Прибавят се внимателно около 200 мл вода и няклко къса пемза (5.10.2). Разбърква се и отново се охлажда.

6.5.2. В ерленмайеровата колба се поставят (5.7) 50 мл от разтвора на борна киселина (4.5) и 4 капки индикатор (4.8). Разбърква се. Поставя се ерленмайеровата колба под кондензатора (5.4) така, че върхът на отвеждащата тръба (5.5) да е потопен в разтвора на борната киселина. Чрез използване на градуиран цилиндър (5.8), в келдаловата колба се добавят 80 мл от разтвора на натриев хидроксид (4.6). Колбата се държи в наклонено положение по време на тази операция така, че разтворът на натриевия хидроксид да се стича по стената на колбата и да образува слой на дъното.

Келдаловата колба се свързва веднага с кондензатора посредством дюзата (5.6).

Келдаловата колба внимателно се завърта за да разбърка съдържанието ѝ. Отначало се вари внимателно, като се избягва пенообразуване. Дестилацията се продължава така, че за приблизително тридесет минути да се събере 150 мл дестилат. Дестилатът следва да бъде с температура под 25°C. Около две минути преди края на дестилацията се сваля ерленмайеровата колба надолу така, че върхът на отвеждащата тръба да не е повече потопен в киселинния разтвор и връхчето се изплаква с малко вода. Нагриването се прекратява, отстранява се отвеждащата тръба и се изплакват нейните външни и вътрешни стени с малко вода, която се оттича в ерленмайеровата колба.

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

7. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

7.1. **Формула и метод за изчисляване**

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 мл на стандартния обемен разтвор на солната киселина (4.7), използван за целите на определянето (6.5);

V_2 е обемът в мл а в милилитри на стандартния обемен разтвор на солната киселина (4.7), използван в празната проба (6.3);
Т е концентрацията на стандартния обемен разтвор на солната киселина (4.7) в мол/л.;
m е масата в грамове на порцията за изпитване.
Белтъчното съдържание се изчислява с точност до 0,1%.

7.2. **Повторяемост**

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, не следва да превишава 0,5 г белтък на 100 г продукт.

Такава степен на повторяемост следва да се постига в 95 % от случаите, когато методът е бил приложен правилно.

МЕТОД 3

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ТИТРУЕМАТА КИСЕЛИННОСТ

1. ОБХВАТ И СФЕРА НА ПРИЛОЖЕНИЕ

С този метод се определя титруемата киселинност на:

- кисели казеини.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Титруемата киселинност на кисели казеини е обемът в милилитри на стандартен разтвор на натриев хидроксид 0,1 мол/л, необходим за неутрализиране на воден екстракт от 1 г от продукта.

3. ПРИНЦИП

Получава се воден екстракт от пробата при 60°C, който се филтрира. Филтратът се титрира със стандартен натриев хидроксид в присъствието на фенолфталеинов индикатор.

4. РЕАКТИВИ

Водата, която се използва в процедурите на метода (6) или за приготвяне на реактивите се освобождава от въглероден диоксид чрез преваряване в продължение на десет минути преди употреба.

4.1. **Разтвор на натриев хидроксид** - 0,1 мол/л.

4.2. **Индикаторен разтвор на фенолфталеин** 10 г/л в етанол (95% V/V), неутрализиран до индикатора.

5. АПАРАТУРА

- 5.1. **Аналитична везна.**
- 5.2. **Ерленмайерова колба** с вместимост 500 мл, с шифовано гърло, снабдена със стъклена шифована запушалка.
- 5.3. **Пипета** с вместимост 100 мл.
- 5.4. **Пипета**, подходяща за измерване на 0,5 мл от индикаторния разтвор (4.2).
- 5.5. **Ерленмайерова колба** с вместимост 250 мл.
- 5.6. **Градуиран цилиндър** с вместимост 250 мл.
- 5.7. **Бюрета**, градуирана през 0,1 мл.
- 5.8. **Водна баня**, термостатично регулирана при $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- 5.9. **Подходящ филтър.**

6. ПРОЦЕДУРА

6.1. Подготовка на пробата за изпитване

Както е описано в глава “Общи разпоредби”, точка 1.2.

6.2. Порция за изпитване

Претеглят се около 10 г от пробата за изпитване (6.1) с точност до 10 мг и се поставят в ерленмайеровата колба (5.2).

6.3. Определяне

Използва се градуиран цилиндър от 250 мл (5.6), добавят се 200 мл токущо преварена и охладена вода, предварително затоплена до 60°C . Колбата се запушва, съдържанието се разбърква чрез въртеливо движение и се оставя на водна баня при 60°C (5.8) за 30 min. Разклаща се на всеки 10 min.

Филтратът се филтрира и охлажда до около 20°C . Филтратът трябва да е бистър.

Прехвърлят се 100 мл от охладения филтрат в ерленмайеровата колба (5.5), използвайки пипета (5.3). Добавят се 0,5 мл от фенолфталеиновия индикаторен разтвор (4.2), използвайки пипетата по точка 5.4. Титрира се със стандартния обемен разтвор на натриев хидроксид (4.1) до появата на бледорозов цвят, запазващ се в продължение на не по-малко от тридесет секунди. Използваният обем се отчита и се записва с точност до 0,01 мл.

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 мл на използвания стандартен обемен разтвор на натриев хидроксид (4.1);

T е концентрацията в мол/л на стандартния обемен разтвор на натриев хидроксид (4.1);

m е масата в г на изпитвателната порция.

Титруемата киселинност се изчислява с точност до втория десетичен знак.

7.2. Повторяемост

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, не превишава 0,02 мл от 0,1 мол/л натриев хидроксид в 1 г от продукта.

Такава степен на повторяемост следва да се постига в 95 % от случаите, когато методът е бил приложен правилно.

МЕТОД 4

ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА ПЕПЕЛ

(включително P₂O₅)

1. ОБХВАТ И СФЕРА НА ПРИЛОЖЕНИЕ

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

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържанието на пепел (включително P₂O₅) е съдържанието на пепел, както е определено чрез конкретния метод.

3. ПРИНЦИП

Порция от пробата се изпича при 825°C ± 25°C в присъствието на магнезиев ацетат за свързване на цялото количество фосфор с органичен произход. Окончателното съдържание на пепел се изчислява след претегляне на остатъка и изваждане на масата на пепелта, произхождаща от магнезиевия ацетат.

4. РЕАКТИВИ

4.1. **Разтвор на магнезиев ацетат тетрахидрат** - 120 г/л: разтварят се 120 г

магнезиев ацетат тетрагидрат $[\text{Mg}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ във вода, след което се добавя вода до получаването на 1 л разтвор.

5. АПАРАТУРА

5.1. Аналитична везна

5.2. Пипета с вместимост 5 мл.

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

5.4. Сушилня, термостатично регулирана при $102^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.

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

5.6. Вряща водна баня

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

6. ПРОЦЕДУРА

6.1. Подготовка на пробата за изпитване

Както е описано в раздел 1.2 от Общите разпоредби.

6.2. Подготовка на тиглите

Нагриват се два тигела (А и Б) (5.3) за 30 min в електрическата пещ (5.5), термостатично регулирана при $825^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$, охлаждат се за кратко, след което се поставят в десикатора (5.7) при стайна температура и се претеглят с точност до 0,1 мг.

6.3. Порция за изпитване

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

6.4. Определяне

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

Добавят се с пипета (5.2) в другия подготвен тигел (Б) точно 5 мл от разтвора на магнезиевия ацетат (4.1).

Съдържанието на двата тигела (А и Б) се изпарява до сухо на вряща водна баня (5.6).

Двата тигела се поставят за тридесет минути в сушилната (5.4), термостатично регулирана при $102^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.

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

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

Процесите на нагриване за около тридесет минути в електрическата пещ (

5.5), на охлаждане и на претегляне се повтарят, докато масата остане в границите на 1 мг или започне да се увеличава. Записва се минималната 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 г на изпитвателната порция;

m_1 е масата в г на тигел А и остатъка;

m_2 е масата в г на тигел А;

m_3 е масата в г на тигел Б и остатъка;

m_4 е масата в г на подготвения тигел Б.

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

7.2. Повторяемост

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, не превишава 0,1 г на 100 г продукт.

Такава степен на повторяемост следва да се постига в 95 % от случаите, когато методът е бил приложен правилно.

МЕТОД 5

ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА ПЕПЕЛ

(включително P_2O_5)

1. ОБХВАТ И СФЕРА НА ПРИЛОЖЕНИЕ

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

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържанието на пепел (включително P_2O_5) е съдържанието на пепел, както е определено чрез конкретния метод.

3. ПРИНЦИП

Порция от пробата се изпича при $825^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 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 мм и дълбочина от 25 до 50 мм.

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

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

5. ПРОЦЕДУРА

5.1. Подготовка на пробата за изпитване

Както е описано в раздел 1.2 на Общите разпоредби.

5.2. Подготовка на тигела

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

5.3. Порция за изпитване

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

5.4. Определяне

Тигелът с неговото съдържание се нагрява на слаб пламък, на топла плоча или под инфрачервена лампа до пълно овъгляване на изпитвателната порция, като се внимава да не се възпламени.

Тигелът се премества в електрическата пещ (4.3), термостатично регулирана при $825^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$, и се нагрява най-малко един час, докато се отдели цялото количество въглерод. Тигелът се оставя да се охлади за кратко и след това се поставя в ексикатора (4.4) при стайна температура. Претегля се с точност до 0,1 мг.

Процесът на нагряване се повтаря за около тридесет минути в електрическата пещ (4.3), охлажда се и се претегля, докато масата остане в границите на 1 мг или започне да се увеличава. Записва се минималната маса.

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

6.1. Метод за изчисляване и формула

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 г на изпитвателната порция;

m_1 е масата в г на тигела и остатъка;

m_2 е масата в г на подготвения тигел.

Крайният резултат се изчислява с точност до 0,01 на сто.

6.2. Повторяемост

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 превишава 0,15 г пепел на 100 г продукт.

Такава степен на повторяемост следва да се постига в 95% от случаите, когато методът е бил приложен правилно.

МЕТОД 6

ОПРЕДЕЛЯНЕ СТОЙНОСТИТЕ НА pH

1. ОБХВАТ И СФЕРА НА ПРИЛОЖЕНИЕ

С този метод се определя рН на:

- казеинати.

2. ДЕФИНИЦИЯ

рН на казеинати е рН на воден разтвор на казеинати при 20°C, както е определено чрез конкретния метод.

3. ПРИНЦИП

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

4. РЕАКТИВИ

Водата, която се използва в процедурите на метода (6) или за приготвяне на реактивите, е прясно дестилирана и да е била защитена от абсорбция на въглероден диоксид.

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

Използват се два стандартни буферни разтвора с известни до втория десетичен знак стойности на рН при 20°C, 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 г.
- 5.2. **рН-метър** с минимална чувствителност 0,05 рН единици с подходящо калибриран електрод, като например стъклен електрод и каломелов или друг еталонен електрод.
- 5.3. **Термометър** с точност 0,5°C.
- 5.4. **Ерленмайерова колба** с вместимост 100 мл, снабдена с шлифована стъклена запушалка.
- 5.5. **Бехерова чаша** с вместимост 50 мл.
- 5.6. **Миксер**
- 5.7. **Бехерова чаша** за миксера (5.6) с вместимост най-малко 250 мл.

6. ПРОЦЕДУРА

- 6.1. **Подготовка на изпитвателната проба**
Както е описано в раздел 1.2 на Общите разпоредби.

6.2. Определяне

6.2.1. Калибриране на рН-метъра

Температурата на буферните разтвори (4.1) се довежда до 20°C и рН-метърът се калибрира в съответствие с инструкциите на производителя.

ЗАБЕЛЕЖКИ

1. Калибрирането следва да се извърши, след като колбите се оставят в покой за двадесет минути(6.2.2).
2. Ако се прави изпитване на серия от проби, калибрирането на рН-метъра се проверява с един или повече от стандартните буферни разтвори най-малко на всеки тридесет минути .

6.2.2. Приготвяне на разтвора за изпитване

В бехерова чаша (5.7) се поставят 95 мл вода, добавят се 5 г от пробата за изпитване (6.1) и разтворът се разбърква в продължение на тридесет секунди, използвайки миксер (5.6).

Бехеровата чаша, покрита със стъкло с часовник, се оставя да престои не по-малко от двадесет минути при около 20°C.

6.2.3. Измерване на рН

Отливат се около 20 мл от разтвора в бехерова чаша (5.5) и незабавно се определя рН на течността, използвайки рН-метъра (5.2) след внимателно измиване на стъкления електрод с вода.

Измерват се стойностите 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**

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 превишава 0,05 рН единици.

Такава степен на повторяемост следва да се постига в 95 % от случаите, когато методът е бил приложен правилно.