

Warszawa, dnia 16 listopada 2023 r.

Poz. 2489

**OBWIESZCZENIE
MINISTRA ROLNICTWA I ROZWOJU WSI**

z dnia 7 listopada 2023 r.

**w sprawie ogłoszenia jednolitego tekstu rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi
w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz kazein spożywczych
i kazeinianów spożywczych**

1. Na podstawie art. 16 ust. 3 ustawy z dnia 20 lipca 2000 r. o ogłaszaniu aktów normatywnych i niektórych innych aktów prawnych (Dz. U. z 2019 r. poz. 1461) ogłasza się w załączniku do niniejszego obwieszczenia jednolity tekst rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 29 lipca 2004 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych (Dz. U. poz. 1863), z uwzględnieniem zmian wprowadzonych:

- 1) rozporządzeniem Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 18 sierpnia 2009 r. zmieniającym rozporządzenie w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych (Dz. U. poz. 1162);
- 2) rozporządzeniem Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 8 listopada 2016 r. zmieniającym rozporządzenie w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych (Dz. U. poz. 1856).

2. Podany w załączniku do niniejszego obwieszczenia tekst jednolity rozporządzenia nie obejmuje:

- 1) odnośnika nr 2 oraz § 2 rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 18 sierpnia 2009 r. zmieniającego rozporządzenie w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych (Dz. U. poz. 1162), które stanowią:

„²⁾ Przepisy niniejszego rozporządzenia:

1) wdrażają postanowienia:

- a) dyrektywy Komisji 85/503/EWG z dnia 25 października 1985 r. w sprawie metod analizy kazein i kazeinianów przeznaczonych do spożycia przez ludzi (Dz. Urz. WE L 308 z 20.11.1985, str. 12; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 8, str. 62),
 - b) dyrektywy Rady 83/417/EWG z dnia 25 lipca 1983 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do niektórych białek mleka (kazein i kazeinianów) przeznaczonych do spożycia przez ludzi (Dz. Urz. WE L 237 z 26.08.1983, str. 25, z późn. zm.; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 7, str. 99, z późn. zm.);
- 2) wykonują postanowienia rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1332/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie enzymów spożywczych, zmieniającego dyrektywę Rady 83/417/EWG, rozporządzenie Rady (WE) nr 1493/1999, dyrektywę 2000/13/WE, dyrektywę Rady 2001/112/WE oraz rozporządzenie (WE) nr 258/97 (Dz. Urz. UE L 354 z 31.12.2008, str. 7).”

„§ 2. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia.”;

- 2) odnośnika nr 2 oraz § 2 rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 8 listopada 2016 r. zmieniającego rozporządzenie w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych (Dz. U. poz. 1856), które stanowią:

„²⁾ Niniejsze rozporządzenie:

1) wdraża:

- a) pierwszą dyrektywę Komisji 85/503/EWG z dnia 25 października 1985 r. w sprawie metod analizy kazein i kazeinianów przeznaczonych do spożycia przez ludzi (Dz. Urz. WE L 308 z 20.11.1985, str. 12; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 8, str. 62),
- b) dyrektywę Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) 2015/2203 z dnia 25 listopada 2015 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw państw członkowskich odnoszących się do kazein i kazeinianów przeznaczonych do spożycia przez ludzi oraz uchylającą dyrektywę Rady 83/417/EWG (Dz. Urz. UE L 314 z 01.12.2015, str. 1);

2) służy stosowaniu:

- a) rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1332/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie enzymów spożywczych, zmieniającego dyrektywę Rady 83/417/EWG, rozporządzenie Rady (WE) nr 1493/1999, dyrektywę 2000/13/WE, dyrektywę Rady 2001/112/WE oraz rozporządzenie (WE) nr 258/97 (Dz. Urz. UE L 354 z 31.12.2008, str. 7, z późn. zm.),
- b) rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1333/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie dodatków do żywności (Dz. Urz. UE L 354 z 31.12.2008, str. 16, z późn. zm.).”

„§ 2. Rozporządzenie wchodzi w życie z dniem 22 grudnia 2016 r.”.

Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi: *R. Telus*

Załącznik do obwieszczenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi
z dnia 7 listopada 2023 r. (Dz. U. poz. 2489)

**ROZPORZĄDZENIE
MINISTRA ROLNICTWA I ROZWOJU WSI¹⁾**

z dnia 29 lipca 2004 r.

**w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz kazein spożywczych
i kazeinianów spożywczych²⁾¹⁾**

Na podstawie art. 15 pkt 2 i art. 34 pkt 2 ustawy z dnia 21 grudnia 2000 r. o jakości handlowej artykułów rolno-spożywczych (Dz. U. z 2023 r. poz. 1980) zarządza się, co następuje:

§ 1. 1. Szczegółowe wymagania w zakresie jakości handlowej kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych są określone w załączniku nr 1 do rozporządzenia.

2. Metody analiz kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych są określone w załączniku nr 2 do rozporządzenia.

§ 2. (uchylony).³⁾

§ 3. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia⁴⁾.

¹⁾ Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi kieruje działem administracji rządowej – rynki rolne, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 3 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 15 kwietnia 2023 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi (Dz. U. poz. 716).

¹⁾ Odnośnik nr 2 w brzmieniu ustalonym przez § 1 pkt 1 rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 8 listopada 2016 r. zmieniającego rozporządzenie w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych (Dz. U. poz. 1856), które weszło w życie z dniem 22 grudnia 2016 r.

²⁾ Niniejsze rozporządzenie:

1) wdraża:

a) pierwszą dyrektywę Komisji 85/503/EWG z dnia 25 października 1985 r. w sprawie metod analizy kazein i kazeinianów przeznaczonych do spożycia przez ludzi (Dz. Urz. WE L 308 z 20.11.1985, str. 12; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 8, str. 62),

b) dyrektywę Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) 2015/2203 z dnia 25 listopada 2015 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw państw członkowskich odnoszących się do kazein i kazeinianów przeznaczonych do spożycia przez ludzi oraz uchylającą dyrektywę Rady 83/417/EWG (Dz. Urz. UE L 314 z 01.12.2015, str. 1);

2) służy stosowaniu:

a) rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1332/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie enzymów spożywczych, zmieniającego dyrektywę Rady 83/417/EWG, rozporządzenie Rady (WE) nr 1493/1999, dyrektywę 2000/13/WE, dyrektywę Rady 2001/112/WE oraz rozporządzenie (WE) nr 258/97 (Dz. Urz. UE L 354 z 31.12.2008, str. 7, z późn. zm.),

b) rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1333/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie dodatków do żywności (Dz. Urz. UE L 354 z 31.12.2008, str. 16, z późn. zm.).

³⁾ Przez § 1 pkt 2 rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 8 listopada 2016 r. zmieniającego rozporządzenie w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych (Dz. U. poz. 1856), które weszło w życie z dniem 22 grudnia 2016 r.

⁴⁾ Rozporządzenie zostało ogłoszone w dniu 18 sierpnia 2004 r.

Załączniki do rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi
z dnia 29 lipca 2004 r. (Dz. U. z 2023 r. poz. 2489)

Załącznik nr 1⁵⁾

**SZCZEGÓŁOWE WYMAGANIA W ZAKRESIE JAKOŚCI HANDLOWEJ KAZEIN SPOŻYWCZYCH
I KAZEINIANÓW SPOŻYWCZYCH**

1. Kazeina kwasowa spożywcza jest przetworem mlecznym otrzymywanym w drodze oddzielenia, płukania i suszenia wytrąconego kwasem koagulatu odtłuszczonego mleka lub innych przetworów otrzymanych z mleka.

2. Kazeina kwasowa spożywcza powinna spełniać następujące szczegółowe wymagania w zakresie jakości handlowej:

- 1) zawartość wody – nie więcej niż 12% (m/m);
- 2) zawartość białek mleka w suchej masie – nie mniej niż 90% (m/m), w tym nie mniej niż 95% (m/m) kazeiny;
- 3) zawartość tłuszczu mlecznego – nie więcej niż 2% (m/m);
- 4) kwasowość miareczkowa – nie więcej niż 0,27 ml roztworu wodorotlenku sodu (0,1 N) na gram;
- 5) zawartość popiołu, łącznie z P₂O₅ – nie więcej niż 2,5% (m/m);
- 6) zawartość laktozy bezwodnej – nie więcej niż 1% (m/m);
- 7) zawartość osadu (cząstek przypalonych) – nie więcej niż 22,5 mg w 25 g;
- 8) zawartość ołowiu – nie więcej niż 0,75 mg/kg;
- 9) ciała obce, w tym cząstki drewna, metalu, sierści lub części owadów – nieobecne w 25 g;
- 10) substancje pomocnicze w przetwórstwie, kultury bakterii i dozwolone składniki:
 - a) kwasy: mlekowy, chlorowodorowy, siarkowy, cytrynowy, octowy, ortofosforowy,
 - b) kultury bakterii wytwarzające kwas mlekowy,
 - c) serwatka;
- 11) nieobecne obce zapachy;
- 12) barwa biała do kremowej;
- 13) nieobecne grudki, które nie ulegają rozsypaniu przy lekkim nacisku.

3. Kazeina podpuszczkowa spożywcza jest przetworem mlecznym otrzymywanym w drodze oddzielenia, płukania i suszenia koagulatu odtłuszczonego mleka lub innych przetworów otrzymanych z mleka, który to koagulat otrzymuje się w wyniku działania podpuszczki lub innych enzymów koagulujących.

4. Kazeina podpuszczkowa spożywcza powinna spełniać następujące szczegółowe wymagania w zakresie jakości handlowej:

- 1) zawartość wody – nie więcej niż 12% (m/m);
- 2) zawartość białek mleka w suchej masie – nie mniej niż 84% (m/m), w tym nie mniej niż 95% (m/m) kazeiny;
- 3) zawartość tłuszczu mlecznego – nie więcej niż 2% (m/m);
- 4) zawartość popiołu, łącznie z P₂O₅ – nie mniej niż 7,5% (m/m);
- 5) zawartość laktozy bezwodnej – nie więcej niż 1% (m/m);
- 6) zawartość osadu (cząstek przypalonych) – nie więcej niż 15 mg w 25 g;
- 7) zawartość ołowiu – nie więcej niż 0,75 mg/kg;
- 8) ciała obce, w tym cząstki drewna, metalu, sierści lub części owadów – nieobecne w 25 g;

⁵⁾ W brzmieniu ustalonym przez § 1 pkt 3 rozporządzenia, o którym mowa w odnośniku 3.

9) substancje pomocnicze w przetwórstwie:

- a) podpuszczka,
- b) inne enzymy koagulujące mleko

– spełniające wymagania określone w rozporządzeniu Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1332/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie enzymów spożywczych, zmieniającym dyrektywę Rady 83/417/EWG, rozporządzenie Rady (WE) nr 1493/1999, dyrektywę 2000/13/WE, dyrektywę Rady 2001/112/WE oraz rozporządzenie (WE) nr 258/97 (Dz. Urz. UE L 354 z 31.12.2008, str. 7, z późn. zm.⁶⁾);

10) nieobecne obce zapachy;

11) barwa biała do kremowej;

12) nieobecne grudki, które nie ulegają rozsypaniu przy lekkim nacisku.

5. Kazeiniany spożywcze są przetworami mlecznymi otrzymywanymi w drodze poddania kazeiny spożywczej lub ziaren koagulatu kazeiny spożywczej działaniu czynników neutralizujących, po którym następuje suszenie.

6. Kazeiniany spożywcze powinny spełniać następujące szczegółowe wymagania w zakresie jakości handlowej:

- 1) zawartość wody – nie więcej niż 8% (m/m);
- 2) zawartość białek mleka w suchej masie – nie mniej niż 88% (m/m), w tym nie mniej niż 95% (m/m) kazeiny;
- 3) zawartość tłuszczu mlecznego – nie więcej niż 2% (m/m);
- 4) zawartość laktozy bezwodnej – nie więcej niż 1% (m/m);
- 5) wartość pH – od 6,0 do 8,0;
- 6) zawartość osadu (cząstek przypalonych) – nie więcej niż 22,5 mg w 25 g;
- 7) zawartość ołowiu – nie więcej niż 0,75 mg/kg;
- 8) ciała obce, w tym cząstki drewna, metalu, sierści lub części owadów – nieobecne w 25 g;
- 9) dodatki do żywności (fakultatywne czynniki neutralizujące i czynniki buforujące): wodorotlenki, węglany, fosforany lub cytryniany sodu, potasu, wapnia, amonu lub magnezu;
- 10) dopuszczalne bardzo słabe obce posmaki i zapachy;
- 11) barwa biała do kremowej;
- 12) nieobecne grudki, które nie ulegają rozsypaniu przy lekkim nacisku;
- 13) prawie całkowita rozpuszczalność w wodzie destylowanej, z wyjątkiem kazeinianu wapnia.

⁶⁾ Zmiana wymienionego rozporządzenia została ogłoszona w Dz. Urz. UE L 313 z 13.11.2012, str. 9.

METODY ANALIZ KAZEIN SPOŻYWCZYCH I KAZEINIANÓW SPOŻYWCZYCH

I. Postanowienia ogólne

1. Sprzęt

Do przygotowania próbki do analizy laboratoryjnej kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych używa się podstawowego sprzętu laboratoryjnego oraz:

- 1) wagi analitycznej umożliwiającej ważenie z dokładnością co najmniej do 0,1 mg;
- 2) sita do badań o średnicy 200 mm, wykonanego z siatki drucianej o nominalnym wymiarze oczek 500 μm , wyposażonego w wieczko i odbieralnik; tolerancje dla oczek oraz dopuszczalne średnice drutu podane są w normie PN-ISO 3310-1:2000 Sita kontrolne. Wymagania techniczne i badanie. Sita kontrolne z tkaniny z drutu;
- 3) młynka, jeżeli konieczne jest zmielenie próbki laboratoryjnej; nie stosuje się młynka młotkowego, aby nie dopuścić do nadmiernego przegrzania i utraty albo absorpcji wody.

2. Przygotowanie próbki do analizy laboratoryjnej:

- 1) masa próbki przekazanej do analizy laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 200 g;
- 2) występujące w próbce różnego rodzaju grudki dokładnie rozkrusza się i miesza przez wielokrotne wytrząsanie i odwracanie pojemnika; w przypadku gdy jest to konieczne, czynność przeprowadza się po przeniesieniu całej próbki laboratoryjnej do szczelnego pojemnika o pojemności odpowiadającej dwukrotnej objętości próbki;
- 3) reprezentatywną, dokładnie wymieszaną, ważącą około 50 g część próbki laboratoryjnej przenosi się na sito;
- 4) jeżeli co najmniej 95% wagowych próbki do badań o masie 50 g przejdzie przez sito, do oznaczania używa się próbki przygotowanej zgodnie z pkt 2; w przypadku gdy przez sito przejdzie mniej niż 95% wagowych próbki, miele się porcję 50 g w młynku aż do spełnienia kryterium odsiewania;
- 5) całą odsianą próbkę przenosi się niezwłocznie do hermetycznego pojemnika o pojemności odpowiadającej podwójnej objętości próbki i dokładnie miesza się przez wielokrotne wytrząsanie i odwracanie pojemnika; podczas dokonywania tych czynności należy uważać, aby nie doszło do zmian w zawartości wody w produkcie;
- 6) po przygotowaniu próbki do badań oznaczanie powinno zostać przeprowadzone możliwie jak najszybciej;
- 7) próbkę przechowuje się w hermetycznym pojemniku.

II. Metoda oznaczania zawartości wody w kazeinach spożywczych i kazeinianach spożywczych

1. Metoda oznaczania zawartości wody w kazeinach spożywczych i kazeinianach spożywczych, zwana dalej „metodą”, polega na wysuszeniu próbki do stałej masy pod ciśnieniem atmosferycznym, w suszarce w temperaturze $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, oznaczeniu ubytku masy wagowo i obliczeniu jako ułamka masowego w procentach.

2. Zawartość wody w kazeinach spożywczych i kazeinianach spożywczych oznacza ubytek masy oznaczony niniejszą metodą.

3. W metodzie używa się podstawowego sprzętu laboratoryjnego oraz:

- 1) wagi analitycznej umożliwiającej ważenie z dokładnością co najmniej do 0,1 mg;
- 2) naczynek wagowych o płaskim dnie, wykonanych z materiałów niekorodujących w warunkach analizy, takich jak nikiel, aluminium, stal nierdzewna lub szkło, o średnicy od 60 mm do 80 mm i głębokości około 25 mm, ze ściśle przylegającym, ale łatwo podnoszonym wieczkiem;
- 3) suszarki pod ciśnieniem atmosferycznym, dobrze wentylowanej, z termostatyczną regulacją temperatury, zapewniającej jednolitą temperaturę $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ w całej suszarce;
- 4) ekсыkatora zawierającego świeżo aktywowany żel krzemionkowy ze wskaźnikiem zawartości wody albo równorzędny środek osuszający.

4. W celu oznaczenia zawartości wody w kazeinach spożywczych i kazeinianach spożywczych dokonuje się następujących czynności:

- 1) otwarte naczynko wagowe wraz z wieczkiem suszy się przez co najmniej godzinę w suszarce w temperaturze $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$;
- 2) naczynko wagowe przykrywa się wieczkiem, przenosi do ekсыkatora, a następnie schładza się do temperatury pokoju wagowego i waży z dokładnością do 0,1 mg, a masę odnotowuje się jako m_0 ;

- 3) od 3 g do 5 g próbki do badań umieszcza się w naczynku wagowym, przykrywa się wieczkiem i waży z dokładnością do 0,1 mg, a masę odnotowuje się jako m_1 ;
- 4) naczynko wagowe odkrywa się i umieszcza wraz z wieczkiem w suszarce w temperaturze $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ na cztery godziny;
- 5) naczynko wagowe przykrywa się wieczkiem, przenosi do eksykatora, schładza się do temperatury pokoju wagowego i waży z dokładnością do 0,1 mg;
- 6) naczynko wagowe odkrywa się i przez godzinę suszy się je ponownie wraz z wieczkiem w suszarce;
- 7) czynność, o której mowa w pkt 5, powtarza się;
- 8) jeżeli masa uzyskana w wyniku wykonania czynności, o których mowa w pkt 7, jest mniejsza o więcej niż 1 mg od masy uzyskanej w wyniku wykonania czynności, o których mowa w pkt 5, czynność powtarza się zgodnie z pkt 6 i 7; jeżeli nastąpi wzrost masy, w obliczeniach uwzględnia się najniższą uzyskaną masę;
- 9) przyjętą masę odnotowuje się jako m_2 ;
- 10) łączny czas suszenia nie powinien przekraczać sześciu godzin.

5. Zawartość wody w próbce oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

m_0 – oznacza masę naczynka wagowego wraz z wieczkiem, w gramach,

m_1 – oznacza masę naczynka wagowego wraz z wieczkiem oraz próbką przed suszeniem, w gramach,

m_2 – oznacza masę naczynka wagowego wraz z wieczkiem oraz próbką po suszeniu, w gramach

– i wyraża się jako ułamek masowy w procentach, z dokładnością do 0,01%.

6. Powtarzalność dla metody:

- 1) różnica pomiędzy wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równoległe albo w krótkich odstępach czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach nie powinna przekraczać 0,1 g wody na 100 g produktu;
- 2) odstęp czasu między następującymi po sobie oznaczaniem dla określenia powtarzalności nie powinien przekraczać 95% czasu potrzebnego do prawidłowego wykonania analizy laboratoryjnej.

7. Z analizy laboratoryjnej sporządza się protokół, który powinien zawierać:

- 1) nazwę zastosowanej metody;
- 2) uzyskane wyniki;
- 3) wszystkie czynności niewymienione w metodzie lub uznane za nieobowiązkowe, łącznie ze szczegółami każdej okoliczności, która mogła wpłynąć na wyniki oznaczania;
- 4) informacje niezbędne do pełnego zidentyfikowania próbki.

8. Wynik zamieszczony w protokole analizy laboratoryjnej jest wartością średnią, uzyskaną z dwóch oznaczeń spełniających kryterium powtarzalności dla tej metody.

III. Metoda oznaczania zawartości białka w kazeinach spożywczych i kazeinianach spożywczych

1. Metoda oznaczania zawartości białka w kazeinach spożywczych i kazeinianach spożywczych, zwana dalej „metodą”, polega na rozpuszczeniu próbki analitycznej w mieszaninie siarczanu(VI) potasu i kwasu siarkowego(VI) w obecności siarczanu(VI) miedzi(II) jako katalizatora, celem przekształcenia azotu organicznego w azot amoniakalny, a następnie destylacji i miareczkowaniu związanego w roztworze kwasu borowego amoniaku przy użyciu standardowego roztworu kwasu chlorowodorowego.

2. Zawartość białka w kazeinach spożywczych i kazeinianach spożywczych oznacza zawartość azotu oznaczoną niniejszą metodą, pomnożoną przez współczynnik 6,38 i wyrażoną jako ułamek masowy w procentach.

3. Metody oznaczania zawartości białka nie stosuje się w odniesieniu do kazeinianu amonu względnie innych związków amonowych lub związków azotowych niebiałkowych.

4. W metodzie używa się podstawowego sprzętu laboratoryjnego oraz:

- 1) wagi analitycznej umożliwiającej ważenie z dokładnością co najmniej do 0,1 mg;
- 2) kolby Kjeldahla o pojemności 500 ml;
- 3) aparatu do spalania utrzymującego kolbę Kjeldahla w pozycji pochylonej, wyposażonego w źródło ogrzewania, nieogrzewające części kolby powyżej powierzchni zawartego płynu;
- 4) chłodnicy z prostą rurką wewnętrzną;
- 5) rurki odpływowej z zabezpieczeniem kulkowym, połączonej z dolnym końcem chłodnicy rurką gumową albo szklanym szlifowanym złączem; w przypadku złącza gumowego końcówki szklane powinny znajdować się obok siebie;
- 6) deflegmatora połączonego z kolbą Kjeldahla i z chłodnicą elastycznymi, dokładnie dopasowanymi gumowymi lub innymi korkami;
- 7) kolby stożkowej o pojemności 500 ml;
- 8) cylindrów pomiarowych o pojemności 50 ml i 100 ml;
- 9) biurety o pojemności 50 ml, z podziałką co 0,1 ml;
- 10) substancji ułatwiających wrzenie:
 - a) małych kawałków twardej porcelanki albo perełek szklanych do spalania,
 - b) świeżo wyprażonych kawałków pumeksu do destylacji.

5. W metodzie wykorzystuje się wodę destylowaną, demineralizowaną lub o co najmniej równorzędnej czystości oraz następujące odczynniki odpowiadające jakości analitycznej:

- 1) stężony kwas siarkowy(VI) (H_2SO_4) o gęstości 1,84 g/ml;
- 2) bezwodny siarczan(VI) potasu (K_2SO_4);
- 3) 5 · hydrat siarczanu(VI) miedzi(II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$);
- 4) sacharozę ($C_{12}H_{22}O_{11}$);
- 5) roztwór kwasu borowego o stężeniu 40 g/l;
- 6) stężony roztwór wodny wodorotlenku sodu o stężeniu 30% (m/m), wolny od węglanów;
- 7) kwas chlorowodorowy o stężeniu 0,1 mol/l;
- 8) mieszaninę wskaźników uzyskaną przez zmieszanie równych objętości roztworu czerwieni metylowej o stężeniu 2 g/l co najmniej 95% (V/V) etanolu oraz roztworu błękitu metylenowego o stężeniu 1 g/l co najmniej 95% (V/V) etanolu.

6. W przypadku podejrzenia obecności kazeinianów amonowych lub innych związków amonowych wykonuje się próbę na obecność azotu amoniakalnego, dokonując następujących czynności:

- 1) do 1 g próbki w małej kolbie stożkowej dodaje się 10 ml wody i 100 mg tlenku magnezu;
- 2) tlenek magnezu przylegający do ścianek kolby spłukuje się i zamyka się kolbę korkiem, wkładając kawałek czerwonego zwilżonego papierka lakmusowego pomiędzy korek a szyjkę kolby;
- 3) zawartość kolby dokładnie miesza się i ogrzewa w łaźni wodnej do temperatury od 60°C do 65°C;
- 4) w przypadku gdy papierek lakmusowy zabarwi się na niebiesko w ciągu 15 minut, wskazuje to na obecność amoniaku i wówczas metoda nie może być stosowana.

7. Równocześnie z oznaczaniem zawartości białka w kazeinach spożywczych i kazeinianach spożywczych przeprowadza się próbę ślepa, używając 0,5 g sacharozy zamiast próbki, korzystając z tego samego aparatu, stosując te same ilości wszystkich odczynników i tę samą procedurę, opisaną w ust. 8. Jeśli miareczkowanie w próbie ślepej przekroczy 0,5 ml 0,1 mol/l kwasu, sprawdza się odczynniki i oczyszcza się je albo wymienia.

8. W celu oznaczenia zawartości białka w kazeinach spożywczych i kazeinianach spożywczych dokonuje się następujących czynności:

- 1) od 0,3 g do 0,4 g próbki do badań przygotowanej do analizy laboratoryjnej, zważonej z dokładnością do 0,1 mg, przenosi się do kolby Kjeldahla;
- 2) kilka kawałków twardej porcelanki albo kilka perełek szklanych i około 10 g bezwodnego siarczanu(VI) potasu umieszcza się w kolbie Kjeldahla;
- 3) dodaje się 0,2 g siarczanu(VI) miedzi(II) i przemywa się szyjkę kolby Kjeldahla niewielką ilością wody;

- 4) dodaje się 20 ml stężonego kwasu siarkowego(VI);
- 5) zawartość kolby Kjeldahla miesza się i łagodnie ogrzewa się w aparacie do spalania aż do ustąpienia piany, a następnie utrzymuje się w stanie wrzenia aż do chwili uzyskania klarownego roztworu o zabarwieniu jasnozielononiebieskim;
- 6) zawartość kolby Kjeldahla od czasu do czasu miesza się ruchem okrężnym;
- 7) utrzymuje się wrzenie, regulując temperaturę tak, aby para skraplała się w środku szyjki kolby Kjeldahla;
- 8) ogrzewanie kontynuuje się przez 90 minut, unikając miejscowego przegrzania;
- 9) zawartość kolby Kjeldahla schładza się do temperatury pokojowej;
- 10) ostrożnie dodaje się około 200 ml wody oraz kilka kawałków świeżo wyprażonego pumeksu;
- 11) zawartość kolby Kjeldahla miesza się i ponownie schładza;
- 12) do kolby stożkowej przenosi się i miesza 50 ml roztworu kwasu borowego i 4 krople mieszaniny wskaźników;
- 13) kolbę stożkową ustawia się pod chłodnicą tak, aby zakończenie rurki odpływowej było zanurzone w roztworze kwasu borowego;
- 14) posługując się cylindrem pomiarowym, dodaje się do kolby Kjeldahla 80 ml roztworu wodorotlenku sodu; podczas dokonywania tej czynności kolbę Kjeldahla trzyma się w pozycji nachylonej tak, aby roztwór ściekał po jej ścianie, tworząc warstwę na dnie;
- 15) kolbę Kjeldahla niezwłocznie łączy się z chłodnicą za pomocą deflegmatora, obraca się delikatnie celem wymieszania zawartości i podgrzewa się delikatnie, unikając spienienia;
- 16) następnie destyluje się tak, aby zebrać około 150 ml destylatu w ciągu 30 minut; temperatura destylatu nie powinna przekraczać 25°C;
- 17) na około 2 minuty przed zakończeniem destylacji obniża się kolbę stożkową tak, aby końcówka rurki odpływowej nie pozostawała zanurzona w roztworze kwasu, po czym opłukuje się końcówkę rurki niewielką ilością wody;
- 18) po zakończeniu ogrzewania rurkę odpływową zdejmuje się oraz opłukuje się jej ścianki od wewnątrz i od zewnątrz niewielką ilością wody, zbierając popłuczyny w kolbie stożkowej;
- 19) destylat miareczkuje się w kolbie stożkowej przy użyciu biurety, stosując standardowy roztwór kwasu chlorowodorowego.

9. Zawartość białka w próbce oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

V_1 – oznacza objętość stosowanego w oznaczaniu standardowego roztworu kwasu chlorowodorowego, w mililitrach,

V_2 – oznacza objętość stosowanego w próbie ślepej standardowego roztworu kwasu chlorowodorowego, w mililitrach,

T – oznacza stężenie standardowego roztworu kwasu chlorowodorowego, w mol/l,

m – oznacza masę próbki analitycznej, w gramach

– i wyraża się jako ułamek masowy w procentach, z dokładnością do 0,1%.

10. Powtarzalność dla metody:

- 1) różnica pomiędzy wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równoległe albo w krótkich odstępach czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach nie powinna przekraczać 0,5 g białka na 100 g produktu;
- 2) odstęp czasu między następującymi po sobie oznaczaniem dla określenia powtarzalności nie powinien przekraczać 95% czasu potrzebnego do prawidłowego wykonania analizy laboratoryjnej.

11. Z analizy laboratoryjnej sporządza się protokół, który powinien zawierać:

- 1) nazwę zastosowanej metody;
- 2) uzyskane wyniki;

- 3) wszystkie czynności niewymienione w metodzie lub uznane za nieobowiązkowe, łącznie ze szczegółami każdej okoliczności, która mogła wpłynąć na wyniki oznaczania;
- 4) informacje niezbędne do pełnego zidentyfikowania próbki.

12. Wynik zamieszczony w protokole analizy laboratoryjnej jest wartością średnią, uzyskaną z dwóch oznaczeń spełniających kryterium powtarzalności dla tej metody.

IV. Metoda oznaczania zawartości popiołu, łącznie z P_2O_5 , w kazeinach podpuszczkowych spożywczych

1. Metoda oznaczania zawartości popiołu, łącznie z P_2O_5 , w kazeinach podpuszczkowych spożywczych, zwana dalej „metodą”, polega na spopieleniu próbki analitycznej w temperaturze $825^{\circ}C \pm 25^{\circ}C$ do stałej masy i obliczeniu pozostałości jako ułamka masowego w procentach.

2. Zawartość popiołu, łącznie z P_2O_5 , oznacza zawartość popiołu oznaczoną metodą.

3. W metodzie używa się podstawowego sprzętu laboratoryjnego oraz:

- 1) wagi analitycznej umożliwiającej ważenie z dokładnością co najmniej do 0,1 mg;
- 2) tygla krzemionkowego albo platynowego o średnicy około 70 mm i wysokości od 25 mm do 50 mm;
- 3) pieca elektrycznego z cyrkulacją powietrza umożliwiającego kontrolę temperatury $825^{\circ}C \pm 25^{\circ}C$;
- 4) eksykatora zawierającego świeżo aktywowany żel krzemionkowy ze wskaźnikiem zawartości wody albo równorzędny środek osuszający.

4. W celu oznaczenia zawartości popiołu, łącznie z P_2O_5 , w kazeinach podpuszczkowych spożywczych dokonuje się następujących czynności:

- 1) tygiel praży się w piecu elektrycznym w temperaturze $825^{\circ}C \pm 25^{\circ}C$ przez 30 minut;
- 2) tygiel nieco schładza się, umieszcza w eksykatorze w temperaturze pokoju wagowego, a następnie waży się z dokładnością do 0,1 mg;
- 3) około 3 g próbki do badań odważa się bezpośrednio do tygla, z dokładnością do 0,1 mg;
- 4) tygiel z zawartością ogrzewa się na małym płomieniu, płycie grzejnej albo w podczerwieni do czasu, aż próbka analityczna zostanie całkowicie zwęglona, nie dopuszczając do jej zapalenia;
- 5) tygiel przenosi się do pieca elektrycznego o temperaturze $825^{\circ}C \pm 25^{\circ}C$ i praży się przez co najmniej godzinę, aż cały węgiel zniknie z tygla;
- 6) wstępnie schłodzony tygiel umieszcza się w eksykatorze w temperaturze pokoju wagowego, a następnie waży się z dokładnością do 0,1 mg;
- 7) czynność prażenia tygla w piecu elektrycznym powtarza się przez 30 minut, schładzając i ważąc do czasu, aż masa pozostanie niezmienną w granicach 1 mg lub zacznie wzrastać;
- 8) do obliczeń przyjmuje się najniższą uzyskaną masę.

5. Zawartość popiołu w próbce, łącznie z P_2O_5 , oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

m_0 – oznacza masę próbki analitycznej, w gramach,

m_1 – oznacza masę tygla wraz z pozostałością, w gramach,

m_2 – oznacza masę przygotowanego tygla, w gramach

– i wyraża się jako ułamek masowy w procentach z dokładnością do 0,01%.

6. Powtarzalność dla metody:

- 1) różnica pomiędzy wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równoległe albo w krótkich odstępach czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i tych samych warunkach nie powinna przekraczać 0,15 g popiołu na 100 g produktu;
- 2) odstęp czasu między następującymi po sobie oznaczaniem dla określenia powtarzalności nie powinien przekraczać 95% czasu potrzebnego do prawidłowego wykonania analizy laboratoryjnej.

7. Z analizy laboratoryjnej sporządza się protokół, który powinien zawierać:

- 1) nazwę zastosowanej metody;
- 2) uzyskane wyniki;
- 3) wszystkie czynności niewymienione w metodzie lub uznane za nieobowiązkowe, łącznie ze szczegółami każdej okoliczności, która mogła wpłynąć na wyniki oznaczania;
- 4) informacje niezbędne do pełnego zidentyfikowania próbki.

8. Wynik zamieszczony w protokole analizy laboratoryjnej jest wartością średnią, uzyskaną z dwóch oznaczeń spełniających kryterium powtarzalności dla tej metody.

V. Metoda oznaczania kwasowości miareczkowej w kazeinach kwasowych spożywczych

Kwasowość miareczkową w kazeinach kwasowych spożywczych oznacza się zgodnie z metodą określoną w normie PN-A-86361-7:1999 Mleko i przetwory mleczne – Kazeina kwasowa i kazeiniany; metody badań – Oznaczanie kwasowości wolnej.

VI. Metoda oznaczania zawartości popiołu, łącznie z P_2O_5 , w kazeinach kwasowych spożywczych

Zawartość popiołu, łącznie z P_2O_5 , w kazeinach kwasowych spożywczych oznacza się zgodnie z metodą określoną w normie PN-A-86361-6:1999 Mleko i przetwory mleczne – Kazeina kwasowa i kazeiniany; metody badań – Oznaczanie zawartości popiołu związanego.

VII. Metoda oznaczania pH w kazeinianach spożywczych

pH w kazeinianach spożywczych oznacza się zgodnie z metodą określoną w normie PN-A-86361-9:1999 Mleko i przetwory mleczne – Kazeina kwasowa i kazeiniany; metody badań – Oznaczanie pH.