

**1862****ROZPORZĄDZENIE MINISTRA OBRONY NARODOWEJ**

z dnia 3 sierpnia 2004 r.

**zmieniające rozporządzenie w sprawie wzoru i opisu dokumentu stwierdzającego uprawnienie do kierowania pojazdem przez żołnierza zasadniczej służby wojskowej**

Na podstawie art. 100 ust. 2 ustawy z dnia 20 czerwca 1997 r. — Prawo o ruchu drogowym (Dz. U. z 2003 r. Nr 58, poz. 515, z późn. zm.<sup>1)</sup>) zarządza się, co następuje:

§ 1. W rozporządzeniu Ministra Obrony Narodowej z dnia 20 marca 2002 r. w sprawie wzoru i opisu dokumentu stwierdzającego uprawnienie do kierowania pojazdem przez żołnierza zasadniczej służby wojskowej (Dz. U. Nr 37, poz. 342) w załączniku w części II „Opis wzoru dokumentu stwierdzającego uprawnienie do kierowania pojazdem przez żołnierza zasadni-

czej służby wojskowej” w pkt 4 ppkt 6 otrzymuje brzmienie:

„6) w jednym wierszu — numer składający się z dwóch liter alfabetu łacińskiego poprzedzonych wyrazem o treści „Seria” i siedmiu cyfr arabskich poprzedzonych wyrazem o treści „Nr”.

Serie: UA, UB, UC — ośrodki Wojsk Lądowych,  
UD, UE, UF — ośrodki Sił Powietrznych,  
UG — ośrodek Dowództwa Garnizonu  
Warszawa,  
UH — ośrodek Marynarki Wojennej.”.

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

Minister Obrony Narodowej: w z. *A. Towpik*

<sup>1)</sup> Zmiany tekstu jednolitego wymienionej ustawy zostały ogłoszone w Dz. U. z 2003 r. Nr 124, poz. 1152, Nr 130, poz. 1190, Nr 137, poz. 1302, Nr 149, poz. 1451 i 1452, Nr 162, poz. 1568, Nr 200, poz. 1953 i Nr 210, poz. 2036 oraz z 2004 r. Nr 29, poz. 257, Nr 54, poz. 535 i Nr 92, poz. 884, Nr 121, poz. 1264 i Nr 173, poz. 1808.

**1863****ROZPORZĄDZENIE MINISTRA ROLNICTWA I ROZWOJU WSI<sup>1)</sup>**

z dnia 29 lipca 2004 r.

**w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych<sup>2)</sup>**

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 2001 r. Nr 5, poz. 44, z późn. zm.<sup>3)</sup>) 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. Przepisów rozporządzenia nie stosuje się do kazein spożywczych i kazeinianów spożywczych przeznaczonych na eksport do krajów niebędących członkami Unii Europejskiej.

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

Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi: *W. Olejniczak*

<sup>1)</sup> Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi kieruje działem administracji rządowej — rynki rolne, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 3 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 11 czerwca 2004 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi (Dz. U. Nr 134, poz. 1433).

<sup>2)</sup> Przepisy niniejszego rozporządzenia wdrażają postanowienia:  
— dyrektywy 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 25.10.1985),  
— dyrektywy 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).

Dane dotyczące ogłoszenia aktów prawa Unii Europejskiej, zamieszczone w niniejszym rozporządzeniu, dotyczą ogłoszenia tych aktów w Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej — wydanie specjalne.

<sup>3)</sup> Zmiany wymienionej ustawy zostały ogłoszone w Dz. U. z 2001 r. Nr 154, poz. 1802, z 2002 r. Nr 135, poz. 1145 i Nr 166, poz. 1360, z 2003 r. Nr 208, poz. 2020 i Nr 223, poz. 2220 i 2221 oraz z 2004 r. Nr 42, poz. 386 i Nr 96, poz. 959.

Załączniki do rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 29 lipca 2004 r. (poz. 1863)

**Załącznik nr 1****SZCZEGÓŁOWE WYMAGANIA W ZAKRESIE JAKOŚCI HANDLOWEJ KAZEIN SPOŻYWCZYCH I KAZEINIANÓW SPOŻYWCZYCH**

1. Kazeina kwasowa spożywcza jest białkiem mleka, płukanym i wysuszonym, nierozpuszczalnym w wodzie, otrzymanym z mleka odtłuszczonego przez wytrącanie z tego mleka kazeiny przy użyciu kwasu mlekowego (E 270), kwasu chlorowodorowego, kwasu siarkowego, kwasu cytrynowego (E 330), kwasu octowego (E 260), kwasu ortofosforowego, serwatki lub kultur bakteryjnych wytwarzających kwas mlekowy bakterii kwaszących, wykazującym negatywną reakcję w teście fosfatazy, niezależnie od uprzedniego zastosowania procesów wymiany jonowej i procesów zagęszczania.

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

- 1) zawartość wody — nie więcej niż 10,0 % (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 w suchej masie — nie więcej niż 2,25 % (m/m);
- 4) zawartość popiołu, łącznie z  $P_2O_5$  (tlenkiem fosforu(V)) — nie więcej niż 2,5 % (m/m);
- 5) zawartość laktozy bezwodnej — nie więcej niż 1 % (m/m);
- 6) zawartość osadu (cząstek przypalonych) — nie więcej niż 22,5 mg w 25 g;
- 7) zawartość ołowiu — nie więcej niż 1 mg/kg;
- 8) kwasowość miareczkowa — nie więcej niż 0,27 ml 0,1 mol/l roztworu wodorotlenku sodu na gram;
- 9) barwa biała do białokremowej;
- 10) nieobecne ciała obce, w tym cząsteczki drewna, metalu, sierści lub części owadów, w 25 g;
- 11) nieobecne obce zapachy;
- 12) nieobecne grudki, które nie ulegają rozsypaniu przy lekkim nacisku.

3. Kazeina podpuszczkowa spożywcza jest białkiem mleka, płukanym i wysuszonym, nierozpuszczalnym w wodzie, otrzymanym z mleka odtłuszczonego przez wytrącanie z tego mleka kazeiny przy użyciu podpuszczki lub innych enzymów powodujących koagulację białek mleka, wykazującym negatywną reakcję w teście fosfatazy, niezależnie od uprzedniego zastosowania procesów wymiany jonowej i procesów zagęszczania.

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

- 1) zawartość wody — nie więcej niż 10,0 % (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 w suchej masie — nie więcej niż 2 % (m/m);
- 4) zawartość popiołu, łącznie z  $P_2O_5$  (tlenkiem fosforu(V)) — nie więcej niż 7,50 % (m/m);
- 5) zawartość laktozy bezwodnej — nie więcej niż 1 % (m/m);
- 6) zawartość osadu (cząstek przypalonych) — nie więcej niż 22,5 mg w 25 g;
- 7) zawartość ołowiu — nie więcej niż 1 mg/kg;
- 8) kwasowość miareczkowa — nie więcej niż 0,27 ml 0,1 mol/l roztworu wodorotlenku sodu na gram;
- 9) barwa biała do białokremowej;
- 10) nieobecne ciała obce, w tym cząsteczki drewna, metalu, sierści lub części owadów, w 25 g;
- 11) nieobecne obce zapachy;
- 12) nieobecne grudki, które nie ulegają rozsypaniu przy lekkim nacisku.

5. Kazeiniany spożywcze są produktami otrzymanymi przez wysuszenie kazein spożywczych poddanych działaniu spożywczych czynników neutralizujących i mieszanin buforowych, takich jak wodorotlenki, węglany, fosforany lub cytryniany sodu, potasu, wapnia, amonu lub magnezu, wykazującymi negatywną reakcję w teście fosfatazy, prawie całkowicie rozpuszczalnymi w wodzie destylowanej, z wyjątkiem kazeinianu wapniowego.

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

- 1) zawartość wody — nie więcej niż 8 % (m/m);
- 2) zawartość kazeiny w suchej masie — nie mniej niż 88 % (m/m);
- 3) zawartość tłuszczu mlecznego w suchej masie — nie więcej niż 2,0 % (m/m);
- 4) zawartość laktozy — nie więcej niż 1 % (m/m);

- 5) zawartość osadu (cząsteczek przypalonych) — nie więcej niż 22,5 mg w 25 g;
- 6) zawartość otowiu — nie więcej niż 1 mg/kg;
- 7) pH — od 6,0 do 8,0;
- 8) barwa biała do białokremowej;
- 9) dopuszczalne bardzo słabe obce posmaki i zapachy;
- 10) nieobecne ciała obce, w tym cząsteczki drewna, metalu, sierści lub części owadów, w 25 g;
- 11) nieobecne grudki, które nie ulegają rozsypaniu przy lekkim nacisku.

**Załącznik nr 2****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 oznaczenia 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  $102\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ , oznaczeniu ubytku masy wagowo i obliczeniu jako ułamek 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  $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  w całej suszarce;
- 4) eksykatora 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  $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- 2) naczynko wagowe przykrywa się wieczkiem, przenosi do eksykatora, 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  $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  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 oznaczeniami 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 sputkuje 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 ślepą, 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(III) 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) postępując 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 ściance, 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 optukuje się końcówkę rurki niewielką ilością wody;
- 18) po zakończeniu ogrzewania rurkę odpływową zdejmuje się oraz optukuje 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 próbce 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 oznaczeniami 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  $825 \text{ °C} \pm 25 \text{ °C}$  do stałej masy i obliczeniu pozostałości jako ułamka masowego w procentach.

2. Zawartość popiołu, łącznie z  $P_2O_5$ , oznacza wartość 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 umożliwiającą kontrolę temperatury  $825\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- 4) eksykatora zawierającego świeżo aktywowany żel krzemionkowy ze wskaźnikiem zawartości wody albo równorzędny środek osuszający.

4. W celu oznaczenia zawartości popiołu, łącznie z  $\text{P}_2\text{O}_5$ , w kazeinach podpuszczkowych spożywczych dokonuje się następujących czynności:

- 1) tygiel praży się w piecu elektrycznym w temperaturze  $825\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  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  $825\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  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  $\text{P}_2\text{O}_5$ , 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 oznaczeniami 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 — Oznaczenie kwasowości wolnej.

#### VI. Metoda oznaczania zawartości popiołu, łącznie z $\text{P}_2\text{O}_5$ , w kazeinach kwasowych spożywczych

Zawartość popiołu, łącznie z  $\text{P}_2\text{O}_5$ , 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 — Oznaczenie 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 — Oznaczenie pH.