ГОСТ 17626—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАЗЕИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

13—1558

УДК 668.392.2:006.354 Группа Н98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАЗЕИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

ГОСТ 17626—81

Casein for industrial use.
Specifications

МКС 67.100.10
67.120.99
ОКП 92 2911

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на технический казеин в зерне, получаемый из коровьего обезжиренного молока путем коагуляции содержащегося в нем белка с последующей обработкой, промывкой и сушкой сгустка, и на молотый казеин, получаемый при размоле технического кислотного казеина.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. КЛАССИФИКАЦИЯ

1.1. В зависимости от способа получения технический казеин делят на два вида:

технический кислотный казеин, получаемый путем коагуляции белков обезжиренного коровьего молока под действием молочной или соляной кислоты;

технический сычужный казеин, получаемый путем коагуляции белков обезжиренного коровьего молока под действием сычужного фермента или пепсина.

1.2. В зависимости от кислоты, применяемой для коагуляции белков обезжиренного коровьего молока, технический кислотный казеин делят на два типа:

молочнокислотный;

солянокислотный.

1.3. По степени измельчения технический казеин делят на:

казеин в зерне (кислотный и сычужный);

казеин молотый (кислотный).

1.4. По показателям качества технический казеин делят на:

казеин кислотный в зерне высшего, 1 и 2-го сортов;

казеин сычужный в зерне высшего, 1 и 2-го сортов;

казеин кислотный молотый высшего и 1-го сортов.

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Технический казеин должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическим инструкциям, утвержденным в установленном порядке, с соблюдением санитарных норм и правил.

2.2. По химическим показателям технический казеин должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1981
© Стандартинформ, 2008

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для технического казеина							
	кислотного					сычужного в зерне		
	в зерне			молотого				
	высшего сорта	1-го сорта	2-го сорта	высшего сорта	1-го сорта	высшего сорта	1-го сорта	2-го сорта
Массовая доля влаги, %, не более	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0
Массовая доля жира, %, не более	1,5	1,5	2,5	1,5	1,5	1,5	1,5	2,5
Массовая доля жира в сухом веществе, %, не более	1,7	1,7	2,8	1,7	1,7	1,7	1,7	2,8
Массовая доля золы, %	—	—	—	—	—	7,0—8,5	7,0—8,5	6,0—6,9
Массовая доля золы (включая P_2O_5), %, не более	2,5	3,0	4,0	2,5	3,0	—	—	—
Свободная кислотность, °Т, не более	50	90	150	50	90	50	70	120
Свободная кислотность — объем раствора NaOH [с (NaOH)=0,1 моль/дм³] на 1 г сухого вещества, см³, не более	0,57	1,02	1,70	0,57	1,02	—	—	—
Индекс растворимости — объем осадка на 1 г казеина, см³, не более	0,2	0,4	0,8	0,2	0,4	0,6	1,0	2,0

2.3. По физическим показателям технический казеин должен соответствовать требованиям, указанным в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 2

Наименование показателя	Норма для технического казеина							
	кислотного					сычужного в зерне		
	в зерне			молотого				
	высшего сорта	1-го сорта	2-го сорта	высшего сорта	1-го сорта	высшего сорта	1-го сорта	2-го сорта
Внешний вид	Сухое плотное или пористое зерно любой формы. Размеры зерна в максимальном поперечном разрезе не должны превышать, мм:			Порошок крупностью помола 0,55, 0,25 или 0,16 мм		Сухое плотное или пористое зерно любой формы. Размеры зерна в максимальном поперечном разрезе не должны превышать, мм:		
	5 | 5		10			5	5	10
Цвет	Однородный по всей массе, соответствующий категории: А | Б или светлее*		От светло-желтого до желтого. Допускается наличие пригорелых зерен до 5% (образец II)***	Однородный по всей массе, соответствующий категории: А | Б или светлее*		Однородный по всей массе белый или светло-кремовый	от светло-желтого до желтого. Допускается незначительное количество пригорелых зерен — до 1% (образец I)***	От светло-желтого до желтого. Допускается наличие пригорелых зерен до 5% (образец II)***

Продолжение табл. 2

Наименование показателя	Норма для технического казеина							
	кислотного					сычужного в зерне		
	в зерне			молотого				
	высшего сорта	1-го сорта	2-го сорта	высшего сорта	1-го сорта	высшего сорта	1-го сорта	2-го сорта
Чистота	Не ниже группы: 1 2**		Допускается незначительная засоренность; не допускается наличие частиц дерева, металла и др.	Не ниже группы: 1 2**		Наличие посторонних примесей не допускается		Допускается незначительная засоренность. Не допускается наличие частиц дерева, металла и др.

* См. приложение 1.
** См. приложение 2.
*** См. приложение 3.

2.4. Характеристика крупности помола технического кислотного молотого казеина по ситовому анализу, контрольные сита и сход на контрольном сите должны соответствовать требованиям, указанным в табл. 3.

Таблица 3

Крупность помола казеина, мм	Контрольное сито		Сход казеина на контрольном сите, %
	Размер отверстий в сите по ГОСТ 4403, мкм	Номер ткани сита	
0.55	490±60	15 или 150	Не более 10
	360±50	19 или 180	Не менее 68
			Всего с обоих сит — не менее 72
0.25	(310 или 320)±40	21 или 200	Не более 2
	(240 или 250)±35	27 или 250	
	160±25	35	Не менее 89
0.16	(310 или 320)±40	21 или 200	Отсутствие
	(240 или 250)±35	27 или 250	Следы
	160±25	35	Не более 20

Примечание. Технический кислотный молотый казеин высшего и 1-го сортов, не отвечающий требованиям по крупности помола, относят к казеину в зерне соответствующего сорта.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 26809.
(Измененная редакция, Изм. № 1).
3.2. Определение массовой доли золы проводят по требованию потребителя.
3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализов хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные анализы на удвоенном количестве образцов, взятых от той же партии.
Результаты повторных анализов распространяются на всю партию.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор и подготовка проб к анализу — по ГОСТ 26809:
Подготовку проб казеина к анализу осуществляют следующим образом.

Из средней пробы отвешивают на пергаментной бумаге от 50 до 60 г казеина и измельчают его. Для измельчения казеина используют электрическую лабораторную мельницу или бытовую электрокофемолку по ГОСТ 19423, или другое измельчающее устройство, обеспечивающее размол казеина размером частиц от 0,4 до 0,5 мм. Размолотый казеин просеивают через лабораторное сито с проволочной сеткой № 05 по ГОСТ 3826. Оставшиеся на сите крупные частицы измельчают снова до просева через сито без остатка.

Для определения цвета размолотый казеин просеивают последовательно через сито с проволочной сеткой № 06 и 04 по ГОСТ 3826 или сита с тканью № 120 и 170 по ГОСТ 4403 (с размером отверстий 0,6 и 0,4 мм соответственно). Для анализа используют остаток казеина на втором сите крупностью помола 0,5 мм.

Молотый казеин не измельчают.

Полученные пробы казеина помещают в колбы номинальной вместимостью 100 или 250 $см^3$ по ГОСТ 25336 с пришлифованными пробками или в стеклянные банки вместимостью 200 $см^3$ по ГОСТ 5717.2 с полиэтиленовыми крышками.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Определение массовой доли влаги

4.2.1. *Аппаратура, посуда, реактивы*

Весы лабораторные рычажные 1-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,0001 г по ГОСТ 24104*.

Шкаф сушильный лабораторный или шкаф сушильный электрический лабораторный типа СНОЛ.

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) типа СВ диаметром 30 мм и высотой 45 мм или типа СН диаметром 32 или 43 мм и высотой 30 мм по ГОСТ 25336 или бюксы алюминиевые.

Кальций хлористый по ТУ 6—09—4711 прокаленный, или другой гигроскопический материал.

4.2.2. *Подготовка к анализу*

Бюксы и снятые с них крышки сушат в сушильном шкафу при температуре (102±2) °С в течение 1 ч. Закрывают бюксы крышками, помещают их в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Взвешивание проводят с погрешностью не более 0,0001 г.

4.2.3. *Проведение анализа*

Взвешивают в бюксе 2,8—3,2 г казеина. Ставят открытую бюксу и крышку в сушильный шкаф и сушат при температуре (102±2) °С в течение 4 ч. Затем закрывают бюксу крышкой, переносят в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и быстро взвешивают.

Повторяют высушивание в сушильном шкафу каждый раз в течение 1 ч до тех пор, пока разница между результатами последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г. Если после повторного высушивания масса увеличится, для расчета берут результаты предыдущего взвешивания.

Общая продолжительность сушки не должна превышать 6 ч.

4.2.4. *Обработка результатов*

Массовую долю влаги в техническом казеине (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески казеина, г;

m_1 — масса бюксы с крышкой и навеской казеина до высушивания, г;

m_2 — масса бюксы с крышкой и навеской казеина после высушивания, г.

Массовую долю влаги вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %.

4.3. Определение массовой доли жира

4.3.1. *Аппаратура, посуда, материалы, реактивы*

Весы лабораторные рычажные 3-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,002 г, по ГОСТ 24104.

Центрифуга для определения содержания жира в молоке и молочных продуктах по ТУ 27—32—26—77.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Жиромеры стеклянные, исполнения 1, по ГОСТ 23094.

Пробки резиновые для жиромеров.

Часы песочные типа 4 ПЧ на 3 и 5 мин по нормативно-технической документации.

Прибор для отмеривания серной кислоты (тип 1), вместимостью 10 см³ по ГОСТ 6859 и прибор для отмеривания изоамилового спирта (типа 2), вместимостью 1 см³ по ГОСТ 6859.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный типа Б, с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Воронки типа В, диаметром 36 мм по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнения 6, вместимостью 10 см³.

Пергамент по ГОСТ 1341 или подпергамент по ГОСТ 1760.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или кислота серная техническая по ГОСТ 2184, плотностью 1,81—1,82 г/см³.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.2. *Проведение анализа*

В жиромер наливают прибором для отмеривания 10 см³ серной кислоты и по стенке жиромера осторожно приливают пипеткой 8,0—8,5 см³ воды. Взвешивают на пергаментной бумаге (3,00±0,01) г подготовленной пробы казеина. Через стеклянную сухую воронку, вставленную в горлышко жиромера, постепенно высыпают навеску казеина, медленно поворачивая жиромер при этом вокруг оси с целью равномерного распределения казеина и предупреждения образования комочков. Отдельные зерна казеина, задержавшиеся на воронке, стряхивают в жиромер легким постукиванием о воронку. Приливают 1 см³ изоамилового спирта, закрывают горлышко жиромера сухой резиновой пробкой и сразу (не переворачивая жиромер) осторожным встряхиванием смешивают казеин с серной кислотой так, чтобы зерна казеина не попали в градуированную часть жиромера.

Жиромер ставят пробкой вверх в водяную баню с температурой воды (65±2) °С и выдерживают в ней, периодически встряхивая, до полного растворения казеина.

Затем жиромер два-три раза переворачивают, давая стечь кислоте из градуированной части, а при наличии нерастворившихся частиц ставят его опять в водяную баню до полного растворения казеина.

Жиромер центрифугируют два раза (5 и 8 мин) с угловой скоростью не менее 105 рад/с (не менее 1000 об/мин). После первого центрифугирования жиромер нагревают в водяной бане при температуре (65±2) °С в течение 5 мин. При образовании «пробки» темно-бурого цвета жиромер перед вторым центрифугированием встряхивают.

После второго центрифугирования и выдержки жиромера в течение 5 мин в водяной бане при температуре (65±2) °С отсчитывают количество жира по нижней точке мениска с точностью до половины малого деления шкалы.

Столбик жира должен быть прозрачным. При наличии «пробки», занимающей более половины малого деления шкалы жиромера, или при обнаружении различных примесей в жировом слое анализ проводят повторно.

4.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю жира в техническом казеине (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{a \cdot 11}{m},$$

где a — показание жиромера в делениях шкалы;

11 — коэффициент для перевода показаний жиромера в проценты;

m — масса навески казеина, г.

Массовую долю жира в сухом веществе казеине (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_1}{100 - X} \cdot 100,$$

где X — массовая доля влаги в казеине, %;

X_1 — массовая доля жира в казеине, %.

Массовую долю жира в казеине вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

4.4. Определение массовой доли жира в кислотном техническом казеине гравиметрическим методом

Метод применяется при возникновении разногласия в оценке качества.

4.4.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Весы лабораторные рычажные 1-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,0001 г, по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные рычажные 3-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,002 г, по ГОСТ 24104.

Шкаф сушильный лабораторный или шкаф сушильный лабораторный электрический типа СНОЛ или шкаф вакуумный типа ВШ-0,035 А.

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Колбы мерные для экстрагирования, исполнения 2, вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 1770, с пришлифованными пробками.

Колбы мерные, исполнения 2, вместимостью 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770, с пришлифованными пробками.

Аппарат для перегонки: холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336; колбы конические типа Кн исполнения 1, номинальной вместимостью 250 $см^3$, по ГОСТ 25336 для перегонки с конусом горловины 29/32 с пришлифованными пробками; баня с регулируемым обогревом.

Цилиндры исполнения 2, вместимостью 10, 25, 50 и 1000 $см^3$, по ГОСТ 1770.

Стаканы типа В или Н исполнения 1, номинальной вместимостью 100 $см^3$, по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнения 1 вместимостью 1 $см^3$ и исполнения 2 вместимостью 10 $см^3$.

Палочки стеклянные оплавленные.

Воронка делительная типа ВД, исполнения 1, номинальной вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Термометры ртутные стеклянные лабораторные типа Б, с диапазонами измерения шкалы 0 °С—100 °С и 0 °С—250 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Материал, облегчающий кипение, обезжиренный, непористый, не ломкий при употреблении: стеклянные шарики или кусочки карборунда (применение его не обязательно).

Кальций хлористый по ТУ 6—09—4711, прокаленный, или другой гигроскопический материал.

Кислота соляная, х. ч. или ч. д. а., по ГОСТ 3118, раствор плотностью 1,125 $г/см^3$.

Спирт этиловый ректификованный высшей очистки по ГОСТ 5962* или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Калий йодистый, х. ч. или ч. д. а., по ГОСТ 4232, раствор с массовой концентрацией 100 $г/дм^3$.

Железо (II) сернокислое 7-водное закисное, х. ч. или ч. д. а. по ГОСТ 4148, раствор с массовой концентрацией 100 $г/дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Эфир диэтиловый для наркоза по Государственной фармакопее IX, не содержащий перекисей.

Эфир петролейный с температурой кипения 40 °С—60 °С по нормативно-технической документации.

Растворитель смешанный, приготовленный непосредственно перед использованием смешиванием равных объемов диэтилового и петролейного эфиров.

Примечание. При работе с этиловым спиртом, диэтиловым и петролейным эфирами должны быть обеспечены приточно-вытяжная вентиляция и строгое соблюдение всех действующих правил по технике безопасности.

Работу с этими реактивами следует проводить вдали от огня в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

4.4.2. *Подготовка к анализу*

4.4.2.1. *Приготовление раствора соляной кислоты*

Отмеряют цилиндром (670±10) см³ соляной кислоты (плотностью 1,18 г/см³ при 20 °С), переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

4.4.2.2. *Приготовление раствора йодистого калия*

Взвешивают (10,00±0,01) г йодистого калия, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют дистиллированной водой при периодическом перемешивании. После полного растворения йодистого калия объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор готовят перед использованием.

4.4.2.3. *Приготовление раствора сернокислого железа*

Взвешивают (10,00±0,01) г сернокислого железа, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют дистиллированной водой при периодическом перемешивании. После полного растворения сернокислого железа объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

4.4.2.4. *Проверка и очистка диэтилового эфира от перекисей*

К 10 см³ диэтилового эфира, внесенного в цилиндр с пришлифованной пробкой (предварительно ополоснутый диэтиловым эфиром), добавляют 1 см³ раствора йодистого калия. Смесь встряхивают и выдерживают в течение 1 мин. Появление желтой окраски свидетельствует о наличии перекисей.

Для очистки от перекисей к 250 см³ диэтилового эфира, внесенного в делительную воронку, добавляют 10 см³ раствора сернокислого железа и встряхивают. Если водный слой окрашивается в желто-коричневый цвет, то его удаляют, добавляют еще 10 см³ раствора сернокислого железа и снова встряхивают. Добавление сернокислого железа повторяют до прекращения изменения его цвета, который должен оставаться зеленым.

Свободный от перекисей диэтиловый эфир перегоняют.

4.4.2.5. *Очистка петролейного эфира*

Очистку петролейного эфира производят перегонкой его в присутствии безводного молочного жира (0,5 г на 100 см³ эфира).

4.4.2.6. *Подготовка колб*

Конические колбы для перегонки вместе с материалом, облегчающим кипение, сушат 30—60 мин в сушильном шкафу при (102±2) °С или в вакуум-сушильном шкафу при (72±2) °С и давлении 6,66 Па, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Взвешивание производят с погрешностью не более 0,0001 г.

4.4.3. *Проведение анализа*

4.4.3.1. *Первое экстрагирование*

Взвешивают в химическом стакане вместимостью 100 см³ 4,99—5,01 г подготовленной пробы казеина.

К навеске казеина добавляют 30 см³ раствора соляной кислоты, отмеренного цилиндром.

Стакан ставят на электроплитку для растворения казеина, которое длится не менее 10 мин. Содержимое стакана при этом перемешивают стеклянной палочкой.

Полученный раствор казеина снимают с плитки и оставляют в покое на 5 мин.

Остывший раствор казеина переносят в колбу для экстрагирования. При этом стакан ополаскивают 10 см³ этилового спирта, сливая спирт в колбу, аккуратно перемешивают жидкости в колбе, не закрывая ее пробкой.

Повторно ополаскивают стакан 25 см³ диэтилового эфира, сливая растворитель в колбу.

Закрывают колбу пробкой и интенсивно встряхивают, переворачивая ее в течение 30 с.

Осторожно вынимают пробку и добавляют 25 см³ петролейного эфира. При этом первыми 5 см³ ополаскивают пробку и горловину колбы так, чтобы растворитель стекал внутрь. Закрывают колбу, встряхивают, переворачивая ее в течение 30 с, и оставляют в покое на 1,5—2,0 ч, пока верхний эфирный слой не станет совершенно прозрачным и четко не отделится от водного слоя.

Вынимают пробку, ополаскивают ее и горловину колбы смешанным растворителем, сливая его внутрь колбы, и аккуратно декантируют по возможности большую часть эфирного слоя в коническую колбу для перегонки.

Для облегчения декантации в колбу для экстрагирования можно добавить дистиллированную воду с целью подъема поверхности раздела между двумя слоями.

Ополаскивают внутренний и наружный края горловины колбы для экстрагирования 5 см³ смешанного растворителя, сливая его в колбу для перегонки.

4.4.3.2. Второе экстрагирование проводят в соответствии с п. 4.4.3.1, используя по 15 см³ диэтилового и петролейного эфиров.

4.4.3.3. Третье экстрагирование проводят как второе, без ополаскивания колбы для экстрагирования.

4.4.3.4. *Определение массы экстрагированного жира*

Из конической колбы для перегонки осторожно отгоняют максимальное количество растворителей.

После исчезновения запаха растворителей колбу с содержимым сушат в сушильном шкафу при (102±2) °С или в вакуумном шкафу при (72±2) °С и давлении 6,66 Па в течение 1,5 ч, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Сушку (30—60 мин) и взвешивание повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,0005 г.

Если при одном из взвешиваний после высушивания масса увеличится, для расчета берут результаты предыдущего взвешивания.

Для определения наличия нежировых веществ в экстрагированном жире в колбу для перегонки после последнего ее взвешивания добавляют 15—25 см³ петролейного эфира, осторожно нагревают в водяной бане до 35 °С—40 °С и взбалтывают до растворения экстрагированного жира. При этом жир полностью растворяется в петролейном эфире, а нерастворимые примеси оседают на дно. Обработку эфиром повторяют не менее трех раз и столько же раз ополаскивают растворителем наружную сторону горловины колбы.

Перед каждой декантацией колбу оставляют в покое на 1 мин для того, чтобы дать осесть нерастворимому остатку при наличии его в экстрагированном жире.

После полного удаления жира колбу сушат в сушильном шкафу при (102±2) °С или в вакуум-сушильном шкафу при (72±2) °С и давлении 6,66 Па в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Разность между массой колбы и жиром и массой колбы после экстрагирования жира петролейным эфиром представляет массу экстрагированного жира.

Одновременно с определением массовой доли жира в кислотном техническом казеине проводят контрольную пробу (два параллельных определения) с 10 см³ дистиллированной воды способом, указанным выше. Для расчета берут среднеарифметическое результатов обоих определений.

Если масса осадка при контрольной пробе превышает 0,0005 г, то реактивы следует очистить, как указано в пп. 4.4.2.4 и 4.4.2.5, или заменить.

4.4.4. *Обработка результатов*

Массовую долю жира в кислотном техническом казеине (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) - b}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески казеина, г;

m_1 — масса колбы с экстрагированным жиром, г;

m_2 — масса колбы с остатком нерастворимых веществ или пустой колбы, г;

b — средняя величина двух определений контрольной пробы, г.

Массовую долю жира в сухом веществе казеина (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{X_3}{100 - X} \cdot 100,$$

где X — массовая доля влаги в казеине, %;

X_3 — массовая доля жира в казеине, %.

Массовую долю жира вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 %.

4.5. Определение массовой доли золы (включая P_2O_5) в кислотном техническом казеине

4.5.1. *Аппаратура, посуда, реактивы*

Весы лабораторные рычажные 1-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,0001 г по ГОСТ 24104.

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Шкаф сушильный лабораторный или шкаф сушильный электрический лабораторный типа СНОЛ.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Электропечь сопротивления (муфельная печь) лабораторная по ОСТ 16.0.801.397 или типа МП-2УМ.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Тигли кварцевые типа В диаметром 48 мм и высотой 53 мм или диаметром 56 мм и высотой 63 мм по ГОСТ 19908 или тигли фарфоровые высокие диаметром 45 мм и высотой 55 мм или диаметром 55 мм и высотой 70 мм по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные.

Колба мерная исполнения 2, вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Пипетка исполнения 2, вместимостью 5 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Магний уксуснокислый 4-водный, ч. д. а., по ТУ 6—09—5401 раствор с массовой концентрацией 120 $г/дм^3$.

Кальций хлористый по ТУ 6—09—4711, прокаленный или другой гигроскопический материал.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5.2. *Подготовка к анализу*

4.5.2.1. *Подготовка тиглей*

Тигли прокаливают в муфельной печи при температуре (825±25) °С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Взвешивание проводят с погрешностью не более 0,0001 г.

4.5.2.2. *Приготовление раствора уксуснокислого магния*

Взвешивают (12,00±0,01) г уксуснокислого магния 4-водного, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют дистиллированной водой, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор уксуснокислого магния готовят перед каждой серией анализов. Количество приготовляемого раствора зависит от числа исследуемых проб.

4.5.3. *Проведение анализа*

В тигли помещают 2,8—3,2 г казеина, взвешивают, приливают по 5 $см^3$ раствора уксуснокислого магния (для связывания органического фосфора) и оставляют стоять в течение 20 мин.

Тигли выдерживают на кипящей водяной бане до испарения влаги и сушат в сушильном шкафу при (120±2) °С в течение 30 мин. После сушки тигли с содержимым нагревают (не менее 1 ч) под вытяжкой над низким пламенем газовой горелки или на электрической плитке до обугливания казеина, не допуская его горения.

Тигли с обугленным казеином помещают в муфельную печь, озоляют при температуре (825±25) °С до тех пор, пока зола в тиглях не станет белой, затем тигли охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Повторяют озоление содержимого тиглей в муфельной печи, каждый раз 30—60 мин до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,001 г. Общая продолжительность озоления — 4—6 ч.

Одновременно с определением содержания золы в кислотном техническом казеине проводят контрольную пробу (два параллельных определения) с 5 $см^3$ раствора уксуснокислого магния способом, указанным выше. Для расчета берут среднеарифметическое результатов двух определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002 г.

4.5.4. *Обработка результатов*

Массовую долю золы в кислотном техническом казеине (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_2) - c}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески казеина, г;

m_1 — масса тигля с золой казеина и уксуснокислого магния после озоления, г;

m_2 — масса пустого тигля после прокаливания, г;

c — средняя величина двух определений контрольной пробы, г.

Массовую долю золы вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %.

4.6. Определение массовой доли золы в сычужном казеине*

4.6.1. *Аппаратура, посуда и реактивы*

Для проведения анализа используют аппаратуру, посуду и реактивы по п. 4.5.1, за исключением уксуснокислого 4-водного магния.

4.6.2. *Подготовка к анализу*

Подготовку тиглей проводят по п. 4.5.2.1.

4.6.3. *Проведение анализа*

Массовую долю золы в сычужном казеине определяют по п. 4.5.3, но без добавления к навеске казеина раствора уксуснокислого магния. Навеску казеина в тигле сразу обугливают, а затем озоляют.

4.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю золы в сычужном техническом казеине (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески казеина, г;

m_1 — масса тигля с золой после озоления, г;

m_2 — масса пустого тигля после прокаливания, г.

Массовую долю золы вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %.

4.7. Определение свободной кислотности

4.7.1. *Аппаратура, посуда, материалы, реактивы*

Весы лабораторные рычажные 3-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,002 г по ГОСТ 24104.

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный типа Б, с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Стаканы типа В или Н исполнения 1, номинальной вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336.

Колбы конические типа КН исполнения 2, номинальной вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336 и колба мерная исполнения 2, вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770.

Цилиндры исполнения 1, вместимостью 250 см³ по ГОСТ 1770.

Пипетки исполнения 3, вместимостью 100 см³ и исполнения 4, вместимостью 1 см³.

Бюретки исполнения 3 с ценой наименьшего деления 0,05 см³, вместимостью 25 см³ или 50 см³ по ГОСТ 1770.

Воронки типа В, диаметром 75 мм по ГОСТ 25336.

Стекла часовые диаметром от 100 до 120 мм.

Палочки стеклянные оплавленные.

Фильтры из фильтровальной лабораторной бумаги типа ФОС или ФОМ, диаметром от 70 до 90 мм по ГОСТ 12026.

Пергамент по ГОСТ 1341 или подпергамент по ГОСТ 1760.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись, х. ч. или ч. д. а., ГОСТ 4328, раствор [c(NaOH) = 0,1 моль/дм³].

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360 спиртовой раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7.2. *Подготовка к анализу*

4.7.2.1. *Подготовка воды*

Перед каждым анализом кипятят дистиллированную воду и охлаждают ее до температуры (60±2) °С. Масса воды зависит от числа исследуемых проб.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51463—99.

4.7.2.2. *Приготовление раствора фенолфталеина*

Взвешивают (1,00±0,01) г фенолфталеина, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют при помешивании этиловым спиртом с массовой концентрацией 950 г/дм³ и доводят объем раствора до метки этиловым спиртом.

4.7.3. *Проведение анализа*

(10,00±0,01) г казеина взвешивают на листе пергамента или подпергамента и переносят навеску казеина в химический стакан вместимостью 500 см³. Отмеряют мерным цилиндром 200 см³ воды и выливают ее в стакан с навеской казеина. Перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой, накрывают стакан часовым стеклом и ставят на 30 мин в водяную баню с температурой воды (60±2) °С. Содержимое стакана периодически (с интервалом 8—10 мин) перемешивают.

После этого жидкость фильтруют через бумажный фильтр и охлаждают до температуры (20±2) °С, фильтр должен быть прозрачным.

Отмеряют пипеткой 100 см³ охлажденного фильтрата в коническую колбу, добавляют 0,5 см³ раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия при постоянном помешивании до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с. Определяют количество раствора гидроокиси натрия, израсходованное на титрование, с отсчетом до 0,05 см³.

4.7.4. *Обработка результатов*

Свободную кислотность технического казеина ($X_т$) в градусах Тернера вычисляют по формуле

$$X_т = v \cdot 20,$$

где v — объем раствора NaOH [c(NaOH) = 0,1 моль/дм³], израсходованного на титрование, см³;

20 — коэффициент пересчета на градусы Тернера.

Свободную кислотность технического казеина в градусах Тернера выражают целыми числами.

Свободную кислотность технического казеина ($X_в$) в кубических сантиметрах раствора NaOH[c(NaOH) = 0,1 моль/дм³] на 1 г сухого вещества, вычисляют по формуле

$$X_в = \frac{v \cdot 20}{100 - X},$$

где v — объем раствора NaOH [c(NaOH) = 0,1 моль/дм³], израсходованного на титрование, см³;

X — массовая доля влаги в казеине, %;

20 — коэффициент пересчета на градус Тернера.

Свободную кислотность технического казеина $X_в$ вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 2 °Т или 0,02 см³ раствора NaOH [c(NaOH) = 0,1 моль/дм³] на 1 г сухого вещества.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8. Определение индекса растворимости технического кислотного казеина

4.8.1. *Аппаратура, посуда, реактивы*

Весы лабораторные рычажные 3-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,002 г по ГОСТ 24104.

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Центрифуга для определения содержания жира в молоке и молочных продуктах по ТУ 27—32—26—77.

Термометры ртутные стеклянные лабораторные типа Б, с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Стаканы типа В или Н исполнения 1, номинальной вместимостью 150 или 250 см³ по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнения 2, вместимостью 10 и 25 см³.

Пробирки исполнения 1, номинальной вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,1 см³ по ГОСТ 1770.

Пробки резиновые конусные № 16 по ТУ 38.1051835 или пробки корковые конические аптечные № 5 по ГОСТ 5541.

Штативы для пробирок.

Палочки стеклянные оплавленные.

Колба мерная исполнения 2, вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Бюретка исполнения 6, с ценой наименьшего деления 0,02 см³, вместимостью 5 см³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий тетраборнокислый 10-водный, х. ч. или ч. д. а., по ГОСТ 4199 (бура), раствор с массовой концентрацией 30 г/дм³ по безводной соли.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8.2. *Подготовка к анализу*

4.8.2.1. *Приготовление раствора буры*

Взвешивают (56,90±0,01) г буры (натрия тетраборнокислого 10-водного), количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде на водяной бане при температуре от 40 °С до 45 °С при постоянном перемешивании. Раствор охлаждают до температуры (20±2) °С, доводят его объем до метки и тщательно перемешивают.

4.8.2.2. *Проверка градуировки пробирок*

Точность градуировки пробирок, используемых для определения индекса растворимости казеина, проверяют водой с помощью бюретки исполнения 6.

4.8.3. *Проведение анализа*

(5,00±0,01) г казеина взвешивают в химическом стакане вместимостью 150 или 250 см³, приливают 25 см³ раствора буры и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Выдерживают от 30 до 40 мин, перемешивают через каждые 5—6 мин. Затем помещают для растворения в водяную баню с температурой воды (50±2) °С на 1 ч, при этом периодически (с интервалом от 10 до 15 мин) перемешивают содержимое стакана.

Приливают 25 см³ воды, нагретой до температуры (50±2) °С, и тщательно размешивают смесь до полного растворения кислотного казеина.

Полученный раствор наливают пипеткой в пробирки до верхней метки.

Пробирки закрывают пробками и выдерживают в водяной бане при температуре (50±2) °С в течение 5 мин. Пробирки с раствором казеина центрифугируют в течение 10 мин и измеряют объем осадка в кубических сантиметрах в нижней части пробирки с отсчетом до половины деления шкалы.

Если поверхность осадка наклонна по отношению к оси пробирки, объем осадка замеряют по средней линии между верхней и нижней границами.

4.8.4. *Обработка результатов*

Индекс растворимости технического кислотного казеина выражают объемом осадка в кубических сантиметрах, содержащегося в 1 г сухого казеина. Для кислотного казеина это соответствует количеству осадка, полученного при центрифугировании 10 см³ раствора.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 см³.

4.9. Определение индекса растворимости технического сычужного казеина

4.9.1. *Аппаратура, посуда, реактивы*

Цилиндры исполнения 1, вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770.

Аммиак водный, х. ч. или ч. д. а., по ГОСТ 3760, раствор с массовой концентрацией 15 г/дм³.

Оборудование, посуда, реактивы по п. 4.8.1, кроме натрия тетраборнокислого 10-водного.

4.9.2. *Подготовка к анализу*

4.9.2.1. *Приготовление раствора аммиака*

Раствор аммиака готовят смешиванием одной объемной части водного аммиака (с массовой концентрацией 250 г/дм³) с шестнадцатью объемными частями дистиллированной воды.

4.9.2.2. *Проверка градуировки пробирок*

Точность градуировки пробирок проверяют согласно п. 4.8.2.2.

4.9.3. *Проведение анализа*

(5,00±0,01) г казеина взвешивают в химическом стакане вместимостью 250 см³, приливают к нему 100 см³ раствора аммиака, тщательно перемешивают стеклянной палочкой в течение 30—40 мин (через каждые 10 мин) и оставляют растворяться на 1 ч в водяной бане при температуре (50±2) °С.

При растворении периодически (с интервалом от 10 до 15 мин) перемешивают содержимое стакана до полного растворения казеина.

Далее определение проводят по п. 4.8.3.

4.9.4. *Определение результатов*

Индекс растворимости сычужного технического казеина получают умножением измеренного объема осадка в кубических сантиметрах на 2 для пересчета на 1 г казеина.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 см^3.

4.10. Определение размера зерна технического казеина

4.10.1. *Аппаратура, посуда*

Сита лабораторные с проволочной сеткой № 5 и 10 по ГОСТ 3826.

Цилиндр исполнения 1 и 3, вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770.

4.10.2. *Проведение анализа*

Из тщательно перемешанной средней пробы неразмолотого казеина отбирают с помощью цилиндра 50 см^3 казеина и просеивают его последовательно через два лабораторных сита с проволочными сетками № 10 и 5 (с размером отверстий в ситах 10 и 5 мм соответственно).

4.10.3. *Обработка результатов*

Технический казеин в зерне, прошедший через сито с сеткой № 5, относят к казеину с размерами зерна в максимальном поперечнике не более 5 мм; казеин, проходящий через сито с сеткой № 10, но не проходящий через сито с сеткой № 5, относят к казеину с размерами зерна в максимальном поперечнике не более 10 мм.

4.11. Определение крупности помола молотого технического кислотного казеина

4.11.1. *Аппаратура, материалы, посуда*

Весы лабораторные рычажные 3-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,002 г по ГОСТ 24104.

Лабораторный рассевок РЛ-47 или рассевок-анализатор РА-5, применяемые для контроля муки и отрубей.

Ткани для сит № 15, 19, 21, 27, 35, 150, 180, 200, 250 по ГОСТ 4403.

Стаканы типа В или Н исполнения 1, номинальной вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.11.2. *Подготовка к анализу*

Комплектуют набор сит с диаметром обечаек 200 мм по номерам, соответствующим номерам ткани.

Сита устанавливают сверху вниз в следующем порядке в зависимости от крупности помола казеина:

№ 15 или 150; № 19 или 180 — для 0,55 мм;

№ 21 или 200; № 27 или 250; № 35 — для 0,25 мм;

№ 21 или 200; № 27 или 250; № 35 — для 0,16 мм.

4.11.3. *Проведение анализа*

(100,00±0,01) г казеина, взвешенного в химическом стакане, помещают на верхнее сито, набор сит закрывают крышкой, устанавливают на платформу рассевка и проводят рассев. Продолжительность рассева для казеина крупностью 0,55 мм составляют 3 мин, для 0,25 и 0,16 мм — 10 мин.

Остаток на сите именуется сходом, а то, что прошло через сито, — проходом.

Собирают сход с каждого сита и проход через последнее сито и взвешивают в стакане с погрешностью не более 0,01 г.

4.11.4. *Обработка результатов*

Сход с сита или проход (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2)\ 100}{m},$$

где m — масса навески казеина, г;

m_1 — масса стакана с остатком казеина на соответствующем сите или с казеином, прошедшим через соответствующее сито, г;

m_2 — масса стакана, г.

Сумма схода со всех сит и прохода через последнее сито должна составлять 100 %.

Характеристика схода казеина с сит должна соответствовать п. 2.4. Если нет соответствия установленным допускам, анализ проводят повторно.

4.12. Определение цвета кислотного технического казеина высшего и 1-го сортов

4.12.1. *Аппаратура, посуда, материалы*

Весы лабораторные рычажные 3-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,002 г по ГОСТ 24104.

Цилиндр исполнения 1, вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 1770.

Чашки стеклянные лабораторные (Петри), исполнения 1 диаметром 100 мм по ГОСТ 25336.

Пробирки исполнения П1, диаметром 16 мм и высотой 150 мм из стекла типа XV—1 по ГОСТ 25336.

Пробки корковые аптечные № 4 по ГОСТ 5541.

4.12.2. *Подготовка к анализу*

4.12.2.1. *Приготовление рабочих образцов цвета*

Стандартные образцы цвета, изготовленные типографским способом, в повседневной работе не используют, во избежание изменения их окраски под действием света. Для этих целей применяют рабочие образцы цвета в виде пробирок с размолотым казеином.

Для приготовления рабочих образцов подбирают образцы казеина, соответствующие по цвету стандартным образцам, для чего их насыпают в чашки Петри слоем от 5 до 6 мм на площади не менее 5 см^2. Выбранные образцы казеина высыпают в пробирки, заполняя их на $^3/_4$ объема.

Рабочие образцы периодически контролируют и обновляют, не допуская изменения цвета.

Стандартные и рабочие образцы во избежание изменения их цвета хранят в сухом, защищенном от света месте.

4.12.3. *Проведение анализа*

Казеин помещают в пробирку (на $^3/_4$ объема) и сравнивают по цвету с рабочими образцами.

Для этого пробирки располагают на белом фоне. Сравнение цвета казеина проводят при рассеянном дневном или эквивалентном искусственном освещении.

4.12.4. *Обработка результатов*

Категорию цвета технического кислотного казеина (А или Б) устанавливают визуально по рабочим образцам цвета.

При промежуточном положении казеина по цвету (между категориями А и Б) анализ повторяют. При получении аналогичных результатов казеин относят к категории Б.

4.13. Определение цвета кислотного казеина 2-го сорта и сычужного

Цвет кислотного технического казеина 2-го сорта и сычужного определяют визуально при осмотре средней неразмолотой пробы казеина.

4.14. Определение чистоты кислотного технического казеина высшего и 1-го сортов

4.14.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Весы лабораторные рычажные 3-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,002 г, по ГОСТ 24104.

Шкаф сушильный лабораторный или шкаф сушильный электрический лабораторный типа СНОЛ.

Прибор для определения чистоты молока с диаметром фильтрующей поверхности от 27 до 30 мм.

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный типа Б, с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Колба плоскодонная типа П исполнения 2, номинальной вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336 и колба мерная, исполнения 2, вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Цилиндр исполнения 3, вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 1770.

Пипетка исполнения 2, вместимостью 25 см^3.

Стекло часовое диаметром от 100 до 120 мм.

Фильтры ватные.

Натрий углекислый, ч. д. а., по ГОСТ 83, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.14.2. *Подготовка к анализу*

4.14.2.1. *Приготовление раствора углекислого натрия*

Взвешивают (10,00±0,01) г углекислого натрия, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют дистиллированной водой, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Перед использованием раствор углекислого натрия фильтруют.

Объем приготовляемого раствора зависит от числа исследуемых проб.

4.14.2.2. *Подготовка фильтров*

Из ватных фильтров вырезают круглые фильтры диаметром от 32 до 35 м.

4.14.3. *Проведение анализа*

Взвешивают (10,00±0,01) г подготовленной пробы казеина и количественно переносят его в плоскодонную колбу. Отмеряют цилиндром 250 см³ дистиллированной воды, имеющей температуру помещения лаборатории, выливают в колбу с казеином и выдерживают для набухания казеина в течение 30 мин, периодически (с интервалом от 5 до 10 мин) встряхивая колбу. Отмеривают пипеткой 25 см³ раствора углекислого натрия и вносят его в колбу с казеином и водой.

Перемешивают содержимое колбы круговым движением, накрывают колбу часовым стеклом, ставят ее на водяную баню, нагревают до температуры (60±2) °С и выдерживают при этой температуре от 45 до 60 мин при периодическом перемешивании (с интервалом от 10 до 15 мин) до полного растворения казеина.

Полученный раствор казеина фильтруют, пользуясь прибором для определения чистоты молока. Ополаскивают колбу небольшим количеством теплой воды и промывают ею фильтр. Фильтр высушивают на листе белой бумаги в сушильном шкафу при температуре от 50 °С до 60 °С, предохраняя его от попадания пыли.

4.14.4. *Обработка результатов*

Группу чистоты технического кислотного казеина (1 или 2) устанавливают визуально по стандартным образцам чистоты. При промежуточном положении казеина по чистоте (между группами 1 и 2) анализ повторяют. При получении аналогичных результатов казеин относят ко 2-й группе.

4.15. Определение чистоты кислотного технического казеина 2-го сорта и сычужного

4.15.1. *Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные рычажные 3-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,002 г, по ГОСТ 24104.

Колба плоскодонная типа II, вместимостью 500 см³ по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.15.2. *Проведение анализа*

Взвешивают (50,0±1,0) г подготовленной пробы казеина, переносят в плоскодонную колбу и заливают пяти-шестикратным объемом дистиллированной воды с температурой (18±2) °С. Содержимое колбы взбалтывают путем вращательного движения и легкого встряхивания. При этом тяжелые механические примеси (песок) оседают на дно колбы, а легкие остаются в водном слое. Колбу с содержимым оставляют в покое на 1—2 мин.

4.15.3. *Обработка результатов*

Чистоту кислотного технического казеина определяют по отсутствию или наличию примесей на дне колбы или в водном слое.

4.16. Определение количества пригорелых частиц

4.16.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Шкаф сушильный электрический типа СНОЛ или другого аналогичного типа.

Фильтрующее устройство, состоящее из водоструйного насоса, колбы с тубусом исполнения 1, номинальной вместимостью 250 см³, воронки типа ВФ исполнения 1, диаметром фильтра 32 мм, класса ПОР из термически и химически стойкого стекла группы ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры исполнения 1, вместимостью 100, 250 см³ по ГОСТ 1770.

Стаканы типа В и Н исполнения 1, номинальной вместимостью 50, 150 см³ по ГОСТ 25336.

Колбы типа Кн исполнения 1, номинальной вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336.

Колбы мерные исполнения 2, вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Весы общего назначения 3-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления 0,002 г по ГОСТ 24104.

Стекло часовое диаметром от 100 до 120 мм.

Стеклянные оплавленные палочки.

Фильтры из бязи по ГОСТ 29298 диаметром 32 мм.

Пергамент по ГОСТ 1341 или подпергамент по ГОСТ 1760.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, перед использованием фильтруют.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, водный раствор с массовой концентрацией углекислого натрия 100 г/дм^3.

Натрия полифосфат по ГОСТ 20291, водный раствор с массовой концентрацией полифосфата натрия 20 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, водный раствор с массовой концентрацией гидроокиси натрия 40 г/дм^3.

4.16.2. *Подготовка к анализу*

4.16.2.1. Приготовление водного раствора углекислого натрия с массовой концентрацией углекислого натрия 100 г/дм^3.

Взвешивают в стакане (100,00±0,01) г углекислого натрия, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в воде, доливают ею до метки, перемешивают и фильтруют.

4.16.2.2. Приготовление водного раствора полифосфата натрия с массовой концентрацией полифосфата натрия 20 г/дм^3.

Взвешивают в стакане (20,00±0,01) г полифосфата натрия, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в воде, доливают ею до метки, перемешивают и фильтруют.

4.16.2.3. Приготовление водного раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 40 г/дм^3.

Взвешивают в стакане (40,00±0,01) г гидроокиси натрия, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в воде, охлаждают до температуры (20±2) °С, доливают до метки и перемешивают.

4.16.3. *Проведение анализа*

Взвешивают на листе пергамента или подпергамента (10,00±0,01) г кислотного (сычужного) казеина и переносят навеску без потерь в коническую колбу вместимостью 500 см^3.

В колбу с кислотным казеином вносят 150 см^3 воды. Колбу накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 10 мин, периодически (с интервалом 2—4 мин) перемешивая содержимое. Затем в колбу добавляют 15 см^3 раствора углекислого натрия, перемешивают и накрывают колбу часовым стеклом.

В колбу с сычужным казеином вносят 100 см^3 воды, перемешивают, накрывают часовым стеклом и оставляют в покое в течение 3 ч. Затем добавляют 200 см^3 раствора полифосфата натрия, смывая весь казеин, прилипший к стенкам колбы. Колбу накрывают часовым стеклом.

Дальнейшие операции как для кислотного казеина, так и для сычужного казеина идентичны.

Колбу со смесью помещают в водяную баню с температурой воды (60±2) °С и выдерживают при периодическом перемешивании (с интервалом 5—8 мин) до полного растворения казеина, которое должно продолжаться не более 45 мин.

Полученный раствор казеина фильтруют через фильтр, помещенный в воронку фильтрующего устройства.

Ополаскивают колбу 100 см^3 воды и промывают ею фильтр и стенки воронки фильтрующего устройства. Повторяют эту операцию.

При затруднении прохождения раствора казеина через фильтр или появления на нем значительного количества желатинизированного вещества определение повторяют. При этом для кислотного и сычужного казеина применяют метод определения пригорелых частиц в кислотном казеине, используя в качестве растворителя 15 см^3 раствора гидроокиси натрия, вместо растворов углекислого натрия и полифосфата натрия.

Фильтр высушивают на листе белой бумаги при температуре (20±2) °С или в сушильном шкафу при температуре (35±2) °С, предохраняя его от попадания пыли.

4.16.4. *Обработка результатов*

Количество пригорелых частиц оценивают визуально, сравнивая фильтры со стандартными образцами (см. приложение 3).

4.16. — 4.16.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1)**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковывание технического казеина должно производиться по ГОСТ 23651 в транспортную тару: бумажные непропитанные 4- и 5-слойные мешки марки НМ по ГОСТ 2226, массой нетто не более 30 кг; дощатые ящики по ГОСТ 10131 с мешками-вкладышами из полиэтиленовой пленки, массой нетто 25 или 30 кг.

Допускается применять для упаковывания технического казеина также фанерные ящики по ГОСТ 10131 с мешками-вкладышами из полиэтиленовой пленки, массой нетто 25 или 30 кг.

Масса нетто казеина должна быть одинаковой во всех упаковочных единицах партии и выражена в целых числах.

5.2. Маркирование технического казеина должно производиться по ГОСТ 23651.

Маркировка должна содержать:

наименование организации, в систему которой входит предприятие-изготовитель;

наименование предприятия-изготовителя и его местонахождение;

наименование продукта;

вид и сорт казеина;

крупность помола (для молотого казеина);

массу нетто и брутто;

номер партии и порядковый номер места;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта;

манипуляционный знак «Беречь от влаги».

5.3. Технический казеин в таре должен храниться в чистых хорошо вентилируемых помещениях при температуре не более 25 °С и относительной влажности воздуха не более 85 %.

Ящики и мешки с казеином должны храниться уложенными в штабеля на стеллажах с проходом между ними для циркуляции воздуха.

5.4. Технический казеин должен транспортироваться всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок скоропортящихся грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие технического казеина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения.

Гарантийный срок хранения технического казеина — 12 мес с момента изготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ОЦЕНКИ ЦВЕТА КАЗЕИНА ПО КАТЕГОРИЯМ

А Б

Примечание. Хранят в пакете из темной бумаги.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ОЦЕНКИ ЧИСТОТЫ КАЗЕИНА ПО ГРУППАМ

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА ПРИГОРЕЛЫХ ЧАСТИЦ

Образец 1
соответствует количеству пригорелых частиц до 1 %

Образец 2
соответствует количеству пригорелых частиц до 5 %

ПРИЛОЖЕНИЕ 3. **(Введено дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством мясной и молочной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А. В. Перепечко, канд. техн. наук (руководитель темы); **М. С. Макаровская, Т. В. Герасимович**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.07.81 № 3524

3. ВЗАМЕН ГОСТ 17626—72

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1396-78 — СТ СЭВ 1403-78, ИСО 5739-83

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	4.14.1; 4.16.1
ГОСТ 1341—97	4.3.1; 4.7.1; 4.16.1
ГОСТ 1760—86	4.3.1; 4.7.1; 4.16.1
ГОСТ 1770—74	4.4.1; 4.5.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.9.1; 4.10.1; 4.12.1; 4.14.1; 4.15.1; 4.16.1
ГОСТ 2184—77	4.3.1
ГОСТ 2226—88	5.1
ГОСТ 3118—77	4.4.1
ГОСТ 3760—79	4.9.1
ГОСТ 3826—82	4.1; 4.10.1
ГОСТ 4148—78	4.4.1
ГОСТ 4199—76	4.8.1
ГОСТ 4204—77	4.3.1
ГОСТ 4232—74	4.4.1
ГОСТ 4328—77	4.7.1; 4.16.1
ГОСТ 4403—91	2.4; 4.1; 4.11.1
ГОСТ 5541—2002	4.8.1; 4.12.1
ГОСТ 5717.2—2003	4.1
ГОСТ 5830—79	4.3.1
ГОСТ 5962—67	4.4.1
ГОСТ 6709—72	4.3.1; 4.4.1; 4.5.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.14.1; 4.15.1; 4.16.1
ГОСТ 6859—72	4.3.1
ГОСТ 9147—80	4.5.1
ГОСТ 10131—93	5.1
ГОСТ 12026—76	4.7.1
ГОСТ 14919—83	4.4.1; 4.5.1
ГОСТ 18300—87	4.4.1; 4.7.1
ГОСТ 19423—81	4.1
ГОСТ 19908—90	4.5.1
ГОСТ 20291—80	4.16.1
ГОСТ 23094—78	4.3.1
ГОСТ 23651—79	5.1; 5.2
ГОСТ 24104—88	4.2.1; 4.3.1; 4.4.1; 4.5.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.11.1; 4.12.1; 4.14.1; 4.15.1; 4.16.1
ГОСТ 25336—82	4.1; 4.2.1; 4.3.1; 4.4.1; 4.5.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.11.1; 4.12.1; 4.14.1; 4.16.1
ГОСТ 26809—86	3.1; 4.1
ГОСТ 28498—90	4.3.1; 4.4.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.14.1
ГОСТ 29298—2005	4.16.1
ОСТ 16.0.801.397—87	4.5.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ТУ 6—09—4711—81	4.2.1; 4.4.1; 4.5.1
ТУ 6—09—5360—87	4.7.1
ТУ 6—09—5401—88	4.5.1
ТУ 27—32—26—77—86	4.3.1; 4.8.1
ТУ 38—1051835—88	4.8.1

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 29.12.91 № 2330

7. ИЗДАНИЕ (сентябрь 2008 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 4—88)