

MINISTERSTWO PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO I SKUPU	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-75</b>
	<b>Suchy lód fermentacyjny</b>	<b>8149-03</b>
		Zamiast BN-65/8141-04
		Grupa katalogowa X 11

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest suchy lód fermentacyjny.

### 1.2. Określenia

**1.2.1. Suchy lód fermentacyjny** — oczyszczony, zestalony i sprasowany w kostki dwutlenek węgla otrzymany jako uboczny produkt w procesie fermentacji alkoholowej, przeznaczony do celów chłodniczych.

**1.2.2. Partia suchego lodu fermentacyjnego** — określona ilość suchego lodu tej samej jakości, wyprodukowana przez jeden zakład produkcyjny, przeznaczona do jednorazowego odbioru, w jednakowych opakowaniach. Każdy wagon-chłodnia stanowi odrębną partię.

**1.2.3. Pozostałe określenia** — wg PN-74/A-79020.

## 2. OZNACZENIE

SUCHY LOD FERMENTACYJNY BN-75/8149-03

## 3. WYMAGANIA

### 3.1. Wymagania organoleptyczne i fizykochemiczne

Lp.	Cechy	Wymagania
1	Wygląd zewnętrzny	kostka w kształcie ostrosłupa ściętego lub prostopadłościanu o podstawach kwadratowych; barwa — śnieżnobiała, konsystencja — twarda
2	Zapach	bardzo słaby zapach produktów fermentacji
3	Smak	orzeźwiający, bez obcego posmaku
4	Ciężar właściwy, kg/dm <sup>3</sup> , co najmniej	1,30
5	Substancje redukujące (tlenki siarki, tlenki azotu, alkohol etylowy)	nieobecne
6	Chlorowodór	nieobecny
7	Siarkowodór	nieobecny

cd. tablicy

Lp.	Cechy	Wymagania
8	Amoniak	nieobecny
9	Arsenowodór	nieobecny
10	Oleje mineralne	nieobecne

### 3.2. Wymiary kostek w cm

- kształt ostrosłupa ściętego, podstawa dolna — 25×25,
- kształt prostopadłościanu, podstawa górna i dolna — 50×50.

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Suchy lód fermentacyjny należy pakować do pojemników tzw. kontenerów lub do wagonów chłodni. Kontenery o podwójnych ścianach, między którymi znajduje się warstwa izolacyjna, odpowiadające wymaganiom Zakładów Naprawczych Taboru Kolejowego oraz wagony chłodnie, powinny być przed załadunkiem dokładnie oczyszczone.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj opakowania zabezpieczający jakość suchego lodu w nie mniejszym stopniu jak kontenery.

Kontenery powinny być oznakowane wg PN-67/O-79252. Każdy kontener powinien zawierać na zewnętrznej stronie wyraźny i trwały napis zawierający co najmniej następujące dane:

- oznaczenie wg 2,
- nazwę lub znak fabryczny producenta,
- numer kontenera,
- ładowność, kg,
- tarę, kg.

**4.2. Przechowywanie.** Suchy lód należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1, na których powinny być napisy ostrzegawcze: „Spożywanie i polykanie suchego lodu jest zabronione”, „Nie dotykać bez rękawic”, „Ostrożnie transportować”, „Przewracanie zabronione”. Suchy lód należy przechowywać w pomieszczeniach chłodnych wyposażonych w sprawną wentylację dolną.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłu Spirytusowego POLMOS  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłu Spirytusowego POLMOS dnia 17 stycznia 1975 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1975 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1975 poz. 31)

**4.3. Transport.** Suchy lód należy przewozić w opakowaniach wg 4.1, zgodnie z obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym i drogowym. Kontenery i inne opakowania transportowane samochodami należy ustawiać w skrzyni ładownej ściśle obok siebie i zabezpieczyć je przed przesuwaniem się. Specyfikacja wysyłkowa powinna zawierać oznaczenie wg 2.

## 5. BADANIA

### 5.1. Program badań

#### 5.1.1. Badania pełne obejmują:

- sprawdzanie wyglądu zewnętrznego,
- sprawdzanie zapachu i smaku,
- oznaczanie ciężaru właściwego,
- wykrywanie obecności substancji redukujących,
- wykrywanie obecności chlorowodoru,
- wykrywanie obecności siarkowodoru,
- wykrywanie obecności amoniaku,
- wykrywanie obecności arsenowodoru,
- wykrywanie obecności olejów mineralnych,
- oznaczanie zawartości olejów mineralnych w przypadku stwierdzenia ich obecności w suchym lodzie.

Badania pełne należy przeprowadzać co najmniej raz na kwartał, przy każdej zmianie metod technologicznych, na żądanie odbiorcy oraz w przypadku badań rozjemczych.

#### 5.1.2. Badania niepełne obejmują:

- sprawdzanie wyglądu zewnętrznego,
- sprawdzanie zapachu i smaku,
- oznaczanie ciężaru właściwego,
- wykrywanie obecności olejów mineralnych.

Badania niepełne należy przeprowadzać dla każdej partii suchego lodu.

**5.2. Pobieranie próbek.** Z partii suchego lodu należy pobrać do badań jedną próbkę (kostkę o wadze około 30 kg).

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego** przeprowadzić przez bezpośrednie oględziny kostki suchego lodu.

**5.3.2. Sprawdzanie zapachu i smaku.** Do zlewki szklanej zawierającej 250 cm<sup>3</sup> wody destylowanej włożyć około 50 g suchego lodu. Zlewkę przykryć bibułą do sączenia lekko obciążoną. Po całkowitym wysublimowaniu suchego lodu woda nie powinna mieć obcego zapachu, a smak powinien być orzeźwiający, bez obcego posmaku.

**5.3.3. Oznaczanie ciężaru właściwego.** Kostkę suchego lodu zważyć z dokładnością do 0,05 kg. Wymiary kostki określić za pomocą przymiaru liniowego z dokładnością do 1 mm. Ciężar właściwy suchego lodu ( $d$ ) obliczyć w kg/dm<sup>3</sup> wg wzorów:

a) dla kostek w kształcie ostrosłupa ściętego o podstawach kwadratowych

$$d = \frac{G \cdot 1000}{\frac{h}{3}(a^2 + ab + b^2)}$$

b) dla kostek w kształcie prostopadłościanu o podstawie kwadratowej

$$d = \frac{G \cdot 1000}{a^2 \cdot h}$$

w których:

- $G$  — masa kostki suchego lodu, kg,
- $a$  — bok podstawy, cm,
- $h$  — wysokość kostki, cm,
- $b$  — bok podstawy górnej, cm.

**5.3.4. Wykrywanie obecności substancji redukujących (tlenków siarki, tlenków azotu, alkoholu etylowego).** Do płuczki pojemności 200 cm<sup>3</sup> wlać 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i 1 cm<sup>3</sup> 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego. Mieszaninę ogrzać do temperatury 50°C. Drugą płuczkę pojemności 100 cm<sup>3</sup> oziębnić suchym lodem przez 15 min i włożyć do niej 2 ÷ 3 g suchego lodu. Następnie połączyć rurki wlotowe obu płuczek wężykiem gumowym, a rurkę wylotową płuczki z suchym lodem zatkać korkiem. W ciągu 12 ÷ 17 min suchy lód sublimuje, a powstały gazowy dwutlenek węgla przepływa przez płuczkę z roztworem nadmanganianu potasowego. Roztwór nadmanganianu nie powinien odbarwić się.

**5.3.5. Wykrywanie obecności chlorowodoru.** Do płuczki pojemności 200 cm<sup>3</sup> wlać 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i 1 cm<sup>3</sup> 0,1n roztworu azotanu srebra zakwaszonego kwasem azotowym. Do drugiej uprzednio oziębionej płuczki pojemności 100 cm<sup>3</sup> włożyć 2 ÷ 3 g suchego lodu, a następnie rurki wlotowe obu płuczek połączyć wężykiem gumowym, a rurkę wylotową płuczki z suchym lodem zatkać korkiem. W ciągu 12 ÷ 17 min suchy lód sublimuje, a powstały gazowy dwutlenek węgla przepływa przez płuczkę z roztworem azotanu srebra. Roztwór nie powinien opalizować ani zmętnieć.

**5.3.6. Wykrywanie obecności siarkowodoru.** Do płuczki pojemności 200 cm<sup>3</sup> wlać 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i 2 cm<sup>3</sup> 5-procentowego roztworu azotanu ołowiowego. Do drugiej uprzednio oziębionej płuczki pojemności 100 cm<sup>3</sup> włożyć 2 ÷ 3 g suchego lodu, następnie rurki wlotowe obu płuczek połączyć wężykiem gumowym, a rurkę wylotową płuczki z suchym lodem zatkać korkiem. W ciągu 12 ÷ 17 min suchy lód sublimuje, a powstały gazowy dwutlenek węgla przepływa przez płuczkę z roztworem octanu ołowiowego. Roztwór nie powinien zabarwić się ani ściemnieć.

### 5.3.7. Wykrywanie obecności amoniaku

#### 5.3.7.1. Przygotowanie odczynnika Nesslera.

61,7 g jodku potasowego rozpuścić w 250 cm<sup>3</sup> wody destylowanej wolnej od amoniaku i dodawać powoli porcjami nasycony roztwór chlorku rtęciowego (HgCl<sub>2</sub>), aż do pojawienia się czerwonej zawiesiny jodku rtęciowego (Hg<sub>2</sub>J<sub>2</sub>). Zwykle do osiągnięcia końcowego momentu zużywa się około 400 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku rtęciowego. Następnie dodać 150 g wodorotlenku potasowego rozpuszczonego w 250 cm<sup>3</sup> wody destylowanej wolnej od amoniaku. Roztwór dokładnie wymieszać, dopełnić do 1 cm<sup>3</sup> wodą destylowaną wolną od amoniaku, ponownie wymieszać i odstawić w ciemne miejsce na 2 ÷ 3 dni. Sklarowany roztwór przełożyć do butli z ciemnego szkła, butelkę zamknąć korkiem i przechowywać w ciemnym miejscu.

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** Do płuczki pojemności 200 cm<sup>3</sup> wlać 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i 10 cm<sup>3</sup> odczynnika Nesslera. Do drugiej uprzednio oziębionej płuczki pojemności 100 cm<sup>3</sup> włożyć 2 ÷ 3 g suchego lodu, a następnie rurki wlotowe obu płuczek połączyć wężykiem gumowym, a rurkę wylotową płuczki z suchym lodem zatkać korkiem. W ciągu 12 ÷ 17 min suchy lód sublimuje, a powstały gazowy dwutlenek węgla przepływa przez płuczkę z roztworem odczynnika Nesslera. Roztwór nie powinien zabarwić się.

**5.3.8. Wykrywanie obecności arsenowodoru.** Bibułę do sączenia nasycić 5-procentowym roztworem bromku rtęciowego i dokładnie wysuszyć. Następnie bibułę umieścić w rurce wlotowej płuczki uprzednio oziębionej. Do płuczki włożyć 2 ÷ 3 g suchego lodu, który sublimuje, a powstały gazowy dwutlenek węgla przepływa przez rurkę, w której umieszczono bibułę. Bibuła nie powinna zabarwić się.

**5.3.9. Wykrywanie obecności olejów mineralnych.** Na czystą bibułę do sączenia położyć około 50 g suchego lodu, który po całkowitym wysublimowaniu nie powinien pozostawić na bibułę tłustych plam. Jeżeli próba wykaże obecność olejów mineralnych, zawartość ich w razie potrzeby należy oznaczać wg 5.3.10.

**5.3.10. Oznaczanie zawartości olejów mineralnych.** Odważyć 1 kg suchego lodu z dokładnością do 0,05 kg, przenieść do krystalizatora pojemności 2 dm<sup>3</sup> i pozostawić do wysublimowania. Krystalizator z pozostałością wymyć eterem, eter przesączyć do naczynka wagowego o wysokości 30 mm, średnicy 50 mm, uprzednio wysuszonego

w temperaturze 100 ÷ 105°C do stałej masy i zważonego z dokładnością do 0,001 g. Sączek przemywać eterem, aż do zaniku tłustych plam. Po odparowaniu eteru na łaźni wodnej do zaniku zapachu eteru naczynko suszyć do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105°C, po czym zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Zawartość olejów mineralnych (X) obliczyć w procentach wagowych wg wzoru

$$X = \frac{(G_3 - G_2) \cdot 100}{G_1 \cdot 1000} = \frac{G_3 - G_2}{G_1 \cdot 10}$$

w którym:

$G_1$  — masa odważki suchego lodu, kg,

$G_2$  — masa wysuszonego naczynka wagowego, g,

$G_3$  — masa naczynka wagowego z olejem po wysuszeniu, g.

**5.4. Interpretacja wyników badań.** Wartości liczbowe występujące w normie należy interpretować wg PN-70/N-02120 p 3.3.2. (Metoda Z).

**5.5. Ocena wyników badań.** Partię suchego lodu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań pełnych lub niepełnych są zgodne z postanowieniami rozdz. 3 i 4.

Na żądanie odbiorcy zakład produkcyjny wystawia atest stwierdzający przydatność partii suchego lodu jako środka chłodniczego do artykułów spożywczych.

**5.6. Postępowanie z suchym lodem nie odpowiadającym wymaganiom normy.** Suchy lód, który w wyniku przeprowadzonych badań został uznany za nie odpowiadający wymaganiom normy, należy umieścić w oddzielnym, zabezpieczonym miejscu i pozostawić do zupełnego wysublimowania, z zachowaniem przepisów bhp.

## 6. POSTANOWIENIA SPECJALNE

Suchy lód nie powinien bezpośrednio stykać się z artykułami spożywczymi.

Temperatura suchego lodu wynosi około -78°C, w związku z czym przy wszystkich czynnościach w czasie odbioru, magazynowania i transportu należy stosować odpowiednie środki ochronne, jak: buty, ubranie watowane, rękawice watowane oraz fartuchy na piersi z izolacją zimnoochronną.

Do zamkniętych lub zagłębionych pomieszczeń z suchym lodem wchodzenie bez aparatu do zasyssania świeżego powietrza jest **niedopuszczalne**. Suchego lodu nie należy połykać, dotykać bez odpowiednich rękawic ani zamykać w naczyniach hermetycznych.

**INFORMACJE DODATKOWE**

**1. Instytucja opracowująca normę** — Przedsiębiorstwo Przemysłu Spirytusowego POLMOS, Warszawa.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/8141-04**

a) wprowadzono podział badań na pełne i niepełne,  
b) uściślono przepisy o pakowaniu, przechowywaniu i transporcie,

c) we wszystkich badaniach przyjęto jednakowy czas sublimacji suchego lodu —  $12 \div 17$  min.

**3. Normy związane**

PN-74/A-79020 Wyroby spirytusowe, produkty i półprodukty. Nazwy i określenia

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe