

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-81
	Osłonka białkowa do wędlin Metody badań fizykochemicznych	8012-16
		Grupa katalogowa 1219

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy są metody pobierania próbek oraz metody badań fizykochemicznych sztucznej osłonki białkowej przeznaczonej do stosowania w produkcji wyrobów wędliniarskich.

## 2. POBIERANIE PRÓBEK

**2.1. Sposób pobierania próbek.** Z każdej partii osłonki białkowej lub, gdy partia składa się z osłonek o różnych średnicach — dla każdej ze średnic należy pobrać dowolnie liczbę opakowań wg tablicy.

Liczba opakowań w partii	Liczba wybranych opakowań
sztuk	
do 4	wszystkie
od 5 do 15	4
od 16 do 63	5
powyżej 63	6

Z każdego z wybranych opakowań pobrać dowolnie jeden rulon lub wiązkę i odciąć z jego końca około 5 m osłonki białkowej. Próbkę osłonki białkowej zwinąć, umieścić w torebce polietylenowej, którą należy szczelnie zawiązać.

W czasie przygotowywania próbek arbitrażowych, z każdego z wybranych opakowań odciąć po 5 m osłonki białkowej z trzech dowolnie wybranych rulonów lub wiązek. Badaniom podlegają wszystkie próbki.

**2.2. Opakowanie próbek.** Próbki wybrane z jednej partii należy zapakować do wspólnego opakowania, na którym należy umieścić następujące dane:

- rodzaj osłonki białkowej,
- średnicę,
- numer partii,
- wielkość partii,
- liczbę próbek,
- datę pobrania próbek.

**2.3. Przechowywanie próbek.** Próbki osłonki białkowej przeznaczone do badań należy przechowywać

w temperaturze nie wyższej niż  $20 \pm 5^\circ\text{C}$  i wilgotności względnej  $65 \div 75\%$ .

## 3. METODY BADAŃ

**3.1. Czystość odczynników.** Do przeprowadzania badań należy stosować odczynniki chemiczne czyste do analizy oraz wodę destylowaną.

### 3.2. Oznaczanie suchej substancji

#### 3.2.1. Aparatura i przyrządy

- Naczynko wagowe.
- Suszarka szafkowa.
- Aparat do suszenia.
- Waga techniczna.

**3.2.2. Wykonanie oznaczania.** Próbkę osłonki białkowej o masie 10 g zważyć z dokładnością do 0,01 g w naczynku wagowym i wysuszyć do stałej masy w suszarce szafkowej w temperaturze  $105^\circ\text{C}$ .

**3.2.3. Obliczanie wyniku oznaczania.** Zawartość suchej substancji w osłonce białkowej ( $X$ ) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{M_2}{M_1} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- $M_1$  — masa próbki osłonki białkowej przed suszeniem, g,  
 $M_2$  — masa próbki osłonki białkowej po suszeniu, g.

**3.2.4. Wynik końcowy oznaczania.** Jako wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Wynik podać z dokładnością do 0,1%.

### 3.3. Oznaczanie zawartości substancji garbnikowych — metanalu

#### 3.3.1. Metoda jodometryczna

**3.3.1.1. Zasada metody** polega na rozkładzie garbników związanych z białkami osłonki 28-procentowym roztworem kwasu fosforowego, destylacji z parą wodną i określeniu w destylacie ilości garbników metodą jodometryczną.

Zgłoszona przez Centralę Przemysłu Mięsnego  
 Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Centrali Przemysłu Mięsnego dnia 30 listopada 1981 r.  
 jako norma obowiązująca od dnia 31 marca 1982 roku.  
 (Dz. Norm. i Miar nr 5/1982 poz. 11)

**3.3.1.2. Aparatura i przyrządy**

- Waga analityczna.
- Zlewka pojemności 800 cm<sup>3</sup>.
- Kolba do wytwarzania pary wodnej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>.
- Kolba stożkowa pojemności 1000 cm<sup>3</sup>.
- Kolba kulista pojemności 500 cm<sup>3</sup>.
- Chłodnica prosta.

**3.3.1.3. Odczynniki i roztwory**

- Kwas siarkowy, 1N roztwór.
- Kwas fosforowy, 25-procentowy roztwór.
- Wodorotlenek sodowy, 1N roztwór.
- Jod, 0,1N roztwór.
- Tiosiarczan sodowy, 0,1N roztwór.
- Skrobia rozpuszczalna, 0,25-procentowy roztwór.

**3.3.1.4. Przygotowanie próbki.** 10 g osłonki białkowej zważyć z dokładnością do 0,1 g, przenieść do zlewki, wlać 800 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i przetrzymać w tym stanie w celu wymycia i napęcznienia przez 5 min dla osłonki białkowej do parówek, natomiast dla osłonki białkowej do kiełbas — przez 30 min. Następnie próbkę wyjąć, odstawić w celu ocieknięcia wody, rozciąć na kawałki o wymiarach około 1 × 1 cm, umieścić w kolbie kulistej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, do której dodać 300 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i 20 cm<sup>3</sup> 28-procentowego roztworu kwasu fosforowego.

**3.3.1.5. Wykonanie oznaczania.** Kolbę z przygotowaną próbką zakryć korkiem z dwiema rurkami. Jedną długą podłączyć do kolby-wytwornika pary, a drugą krótką — do chłodnicy. Kolbę-wytwornik pary podgrzewać do wrzenia.

Przed każdym kolejnym oznaczaniem kolbę-wytwornik pary uzupełnić wodą destylowaną. Na dnie wytwornika pary, w celu uzyskania równomiernego wrzenia, powinny znajdować się kawałeczki szkła i porcelany lub też kamyczki.

Wytwarzająca się w kolbie destylacyjnej para przedostaje się do chłodnicy, gdzie jest chłodzona do takiego stopnia, aby przedostające się jednocześnie cząstki ulegały kondensacji po przebyciu co najmniej połowy długości chłodnicy. Destylat zebrać w kolbie stożkowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>. Ilość destylatu powinna wynosić 400 cm<sup>3</sup>.

Pod koniec destylacji kolbę z destylatorem odstawić, odłączyć dopływ wody do chłodnicy i przepuszczając dalej parę z wytwornika pary, gorącym strumieniem pary usuwać nalot tłuszczu z chłodnicy.

Do kolby z destylatem wlać 30 cm<sup>3</sup> 1N roztworu wodorotlenku sodowego, a następnie 25 cm<sup>3</sup> 0,1N roztworu jodu, przetrzymać w ciemności przez 30 min, dodać 40 cm<sup>3</sup> 1N roztworu kwasu siarkowego. Po pięciu minutach roztwór miareczkować 0,1N roztworem tiosiarczanu sodowego dodając 0,25-procentowego roztworu krochmalu jako indykatora (wskaźnika).

**3.3.1.6. Obliczanie wyniku oznaczania.** Zawartość substancji garbnikowych, w absolutnie suchej substancji, w przeliczeniu na formaldehyd obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 15 \cdot 10 \cdot 100}{M \cdot 1000 \cdot C} \quad (2)$$

w którym:

- $V_2$  — objętość zużytego 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego, cm<sup>3</sup>,  
 $V_1$  — objętość dodanego 0,1N roztworu jodu, cm<sup>3</sup>,  
 $C$  — zawartość suchej substancji w osłonce, %,  
 $M$  — masa odważki, g.

**3.3.1.7. Wynik końcowy oznaczania.** Jako wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Wynik podać z dokładnością do 0,1%.

**3.3.2. Metoda fotometryczna**

**3.3.2.1. Zasada metody** polega na pomiarze wielkości absorpcji światła o długości fali 550 nm w badanym roztworze i porównaniu jej z krzywą wzorcową. Metanal (HCHO) kondensuje w środowisku 72-procentowego roztworu kwasu siarkowego z kwasem chromotropowym, dając barwne połączenie, którego maksimum ekstynkcji leży przy długości fali 550 nm.

**3.3.2.2. Aparatura i przyrządy**

- Fotokalorymetr KF-5 lub spektrofotometr.
- Aparat do destylacji z parą wodną.
- Kolby pomiarowe pojemności 100, 500, 1000 cm<sup>3</sup>.

**3.3.2.3. Odczynniki i roztwory**

- Kwas chromotropowy (C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>) roztwór 0,25-procentowy: 0,25 g dobrze utartej soli sodowej kwasu chromotropowego (C<sub>10</sub>H<sub>6</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>) rozpuścić w 37,6 cm<sup>3</sup> wody i dodawać kroplami 62,4 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego. W przypadku stosowania kwasu chromotropowego rozpuścić go w 72-procentowym H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Przygotowany roztwór powinien mieć jasnośłomkowe zabarwienie, można go przechowywać w ciemnym i chłodnym miejscu przez 2 ÷ 3 tygodni.
- Kwas siarkowy (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), cz.d.a. roztwór 72-procentowy.
- Woda destylowana.
- Metanal (HCHO), cz.d.a., roztwór 40-procentowy.
- Kwas fosforowy (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>), cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

**3.3.2.4. Przygotowanie wzorców i ustalanie krzywej wzorcowej.** Wzorcowy roztwór metanal: z formaliny, w której oznaczono procentową zawartość metanal metodą jodometryczną wg Farmakopei Polskiej t. III z 1934 r. s. 267, przygotować roztwór wzorcowy A zawierający 1 mg metanal w 1 cm<sup>3</sup>. 10 cm<sup>3</sup> roztworu A rozcieńczyć w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, otrzymując w ten sposób roztwór roboczy B, którego 1 cm<sup>3</sup> zawiera 100 μg metanal. Roztwór roboczy C zawierający w 1 cm<sup>3</sup> 10 μg metanal należy sporządzić przez rozcieńczenie 5 cm<sup>3</sup> roztworu B w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm<sup>3</sup>. Roztwór C należy przygotować w dniu oznaczania.

Do 10 kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup> dać kolejno: 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5; 4; 4,5; 5 cm<sup>3</sup> roztworu C. Następnie dodać do każdej z kolb 5 cm<sup>3</sup> 0,25-procentowego roztworu kwasu chromotropowego i uzupełnić 72-procentowym kwasem siarkowym do kreski. Kolby ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 60°C



przez 10 min, w celu wywołania barwy. Wykonać pomiar na fotometrze przy długości fali 550 nm stosując jako „ślepią próbę“ roztwór kwasu chromotropowego (w kolbie pojemności 100 cm<sup>3</sup> 5 cm<sup>3</sup> roztworu 0,25-procentowego kwasu chromotropowego, uzupełnić do kreski 72-procentowym kwasem siarkowym i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 60°C przez 10 min). Wykreślić krzywą wzorcową.

Analizy muszą być wykonane najpóźniej w ciągu 24 h od sporządzenia roztworu A ze względu na polimeryzację metanalu. Krzywą wzorcową należy sprawdzać raz na trzy miesiące.

**3.3.2.5. Wykonanie oznaczania.** Destylacja z parą wodną. Z pobranych wg 2.1 próbek odciąć odcinki po 20 m osłonki, osłonkę pociąć ręcznie (np. nożyczkami) na kawałki o powierzchni max 5 mm<sup>2</sup> do zlewki pojemności 800 cm<sup>3</sup>. Następnie bagietką szklaną wymieszać kawałki osłonek w celu uśrednienia próby. Z uśrednionej próbki odważyć 10 g osłonki i umieścić w zlewce pojemności 800 cm<sup>3</sup> napełnionej wodą destylowaną. Po 0,5 h osłonkę odcedzić i umieścić w pojemniku aparatu destylacyjnego, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i 100 cm<sup>3</sup> 25-procentowego kwasu fosforowego. Destylować aż do uzyskania 500 cm<sup>3</sup> destylatu. Destylat przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup> i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

**3.3.2.6. Przeprowadzenie badań pomiaru.** Z destylatu pobrać po 5 cm<sup>3</sup> roztworu, przenieść do 2 kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać po 5 cm<sup>3</sup> 0,25-procentowego roztworu kwasu chromotropowego i uzupełnić do kreski 72-procentowym kwasem siarkowym. Kolby ogrzewać przez 10 min na łaźni wodnej w temperaturze 60°C, ostudzić i wykonać pomiar na fotokolorymetrze przy długości fali 550 nm stosując „ślepią próbę“, jak przy wykreślaniu krzywej wzorcowej.

Oznaczanie należy wykonać w ciągu 24 h.

**3.3.2.7. Obliczanie wyniku oznaczania.** Wyniki należy odczytać z krzywej wzorcowej wyskalowanej w procentach metanalu.

**3.3.2.8. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników 2 pomiarów nie różniących się więcej niż o 0,3%.

**3.4. Oznaczanie zawartości dwualdehydów metodą utleniania powierzchniowego**

**3.4.1. Zasada oznaczania** polega na reakcji chlorowodoru hydroksyloaminy z wolnym gliksalem z oddzieleniem kwasu solnego. Ilość wyzwolonego kwasu solnego jest równoważna związanej ilości gliksalu.

**3.4.2. Aparatura i przyrządy**

- Waga analityczna.
- Zlewka pojemności 500 cm<sup>3</sup>.
- Biurety.
- Lejki.
- pH-metr z podziałką co 0,1 pH.
- Mieszadło laboratoryjne.

**3.4.3. Odczynniki, roztwory i materiały**

- Chlorowodorek hydroksyloaminy, roztwór 0,04N.
- Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,01 i 0,05N.

c) Kwas solny, roztwór 0,01N.

d) Bibuła do sączenia — szybko działająca.

**3.4.4. Przygotowanie próbki.** 5 g próbki osłonki białkowej zważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce, dodać 400 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i przetrzymać w celu przemycia i napęcznienia. Czas ten dla osłonki białkowej do parówek wynosi 5 min, natomiast dla osłonki białkowej do kiełbas 30 min.

Następnie próbkę wyjąć pozostawić do ścięknienia, rozciąć na kawałeczki o wymiarach około 1 × 1 cm, które należy umieścić w kolbie pojemności 1000 cm<sup>3</sup>.

**3.4.5. Wykonanie oznaczania.** Do kolby z przygotowaną próbką dodać 400 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i ekstrahować w ciągu doby. Następnie ekstrakt przesączyć przez bibułę do sączenia i doprowadzić do pH=4,1.

Doprowadzenie pH przesączu i roztworu hydroksyloaminy do wartości 4,1 uzyskuje się przy użyciu 0,01N roztworu wodorotlenku sodowego i kwasu solnego.

20 cm<sup>3</sup> 0,04N roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, doprowadzonego do pH=4,1, dodać do ekstraktu i mieszaninę pozostawić na 4 h w temperaturze pokojowej. Następnie do mieszaniny tej dodać wody destylowanej do objętości 500 cm<sup>3</sup> i otrzymany w ten sposób roztwór miareczkować 0,05N roztworem wodorotlenku sodowego do pH=4,1 przy indykacji potencjometrycznej.

**3.4.6. Obliczanie wyniku oznaczania.** Zawartość gliksalu w suchej substancji próbki ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 29 \cdot 10 \cdot 100 \cdot 5}{100 \cdot 100 \cdot M \cdot C} \quad (3)$$

w którym:

$V$  — objętość zużytego 0,05N roztworu wodorotlenku sodowego, cm<sup>3</sup>,

$M$  — masa odważki próbki, g,

$C$  — zawartość suchej substancji w osłonce, %.

**3.4.7. Wynik końcowy oznaczania.** Jako wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Wynik podać z dokładnością do 0,1%.

**3.5. Oznaczanie zawartości popiołu**

**3.5.1. Aparatura i przyrządy**

- Tygiel porcelanowy.
- Maszynka elektryczna lub palnik gazowy.
- Piecyk elektryczny do spalania (retorta).
- Eksykator.
- Waga analityczna.

**3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 2 g próbki osłonki białkowej zważyć z dokładnością do 0,0001 g, rozciąć na drobne kawałeczki, umieścić w uprzednio zważonym tyglu porcelanowym i spalić początkowo na maszynie elektrycznej lub palniku gazowym, a następnie w piecu retortowym w temperaturze 550°C w ciągu 2 h.

**3.5.3. Obliczanie wyniku oznaczania.** Zawartość popiołu w suchej substancji osłonki ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(\delta - a) \cdot 100 \cdot 100}{M \cdot c} \quad (4)$$

w którym:

- $a$  — masa pustego tygla, g.
- $\delta$  — masa tygla z odważką po spaleniu, g.
- $M$  — masa odważki osłonki białkowej, g.
- $C$  — zawartość suchej substancji osłonki białkowej, %.

### 3.6. Pomiar szerokości osłonki złożonej we dwoje.

Badaną osłonkę białkową moczyć w ciągu 5 min w wodzie wodociągowej o temperaturze 20°C i w stanie mokrym wykonać pomiar szerokości złożonej osłonki. Uzyskany wymiar stanowi połowę długości obwodu osłonki białkowej w stanie wygładzonym. Wychodząc z tej wielkości wyliczyć średnicę osłonki białkowej.

### 3.7. Określanie wytrzymałości osłonki białkowej do parówek (na przebicie)

**3.7.1. Zasada metody** polega na pomiarze odporności jej powierzchni na pionowe ciśnienie w momencie rozerwania i wyrażane jest w KPa.

**3.7.2. Przyrząd do badania.** Przyrząd Schopper-Dalen, przekazujący ciśnienie na powierzchnię badaną poprzez gumową membranę lub inny przyrząd o odpowiednich parametrach.

Zakres pomiarowy przyrządu od 0 do 200 KPa powinien odpowiadać klasie dokładności 2,5.

Rozmiar pola powierzchni zaciskowej 10 lub 7,3 cm<sup>3</sup>, w zależności od średnicy osłonki białkowej. Mechanizm zaciskowy powinien ściśle utrzymywać badaną próbkę osłonki bez poślizgu i uszkodzenia. Membrana przenosząca na próbkę ciśnienie powinna być całkowicie elastyczna i nieodkształcona. Elastyczność membrany uważa się za normalną wtedy, gdy maksymalne nadciśnienie 5 KPa powoduje ugięcie membrany o 5 mm.

**3.7.3. Przygotowanie próbki.** Z próbki badanej osłonki białkowej do parówek odciąć 5 odcinków o długości 20 cm. Odcinki te rozciąć na próbki w kierunku osi podłużnej w taki sposób, aby cały obrys osłonki został objęty. Próbkę namoczyć (w celu napęcznienia) w ciągu 5 min. Temperatura wody powinna wynosić 20°C. Następnie próbki zakładać między podwójne arkusze bibuły do sączenia a szybki szklane. Na szybki położyć ciężar o masie 5 kG lub 0,4 KPa w celu usunięcia wilgoci. Po 5 min próbki wykorzystać do przeprowadzenia pomiaru.

**3.7.4. Wykonanie pomiaru.** Strzałkę manometru ustawić w położeniu zerowym i próbkę umocować w przyrządzie. Ciśnienie działające na badaną osłonkę białkową do parówek podwyższyć do momentu jej rozerwania.

Wyniki pomiarów, przy których nastąpił poślizg próbki w polu powierzchni chwytających lub między nimi, nie brane są pod uwagę. Próbkę zamienia się na nowe — z kompletu wzorców.

**3.7.5. Obliczanie wyniku pomiaru.** Wytrzymałość osłonki białkowej obliczyć w kPa jako średnią arytmetyczną wyników pięciu pomiarów.

### 3.8. Określanie siły rozrywającej

**3.8.1. Zasada metody** polega na określaniu obciążenia skierowanego wzdłuż próbki o określonych wymiarach, przy którym próbka ulegnie zniszczeniu.

#### 3.8.2. Przyrządy i warunki badania

- a) Zrywarka o klasie dokładności 1.
- b) Długość robocza osłonki białkowej (między zaciskami) powinna wynosić 100 ±0,5 mm na regulację.
- c) Zakres skali obciążeń przyrządu należy dostroić tak, aby można było wykorzystać ją począwszy od 1/5 obciążenia wartości maksymalnej.
- d) Do badań osłonki białkowej przyrząd należy wyposażyć w szczęki do zacisku i zamocowania próbek o szerokości 5 mm.

e) Przeciwległe krawędzie próbki osłonki białkowej muszą być równoległe i nie mogą mieć uszkodzeń.

**3.8.3. Przygotowanie próbek do badania.** Z próbki osłonki białkowej wyciąć w kierunku podłużnym, z całego obrysu, 10 pasków o długości 200 mm i szerokości 15 ±0,1 mm. Wycięte paski zanurzyć na 5 min w wodzie o temperaturze 20°C, po czym usunąć nadmiar wilgoci w sposób podany w 3.7.3. Po 5 min próbki używać do określenia obciążeń rozrywających.

**3.8.4. Wykonanie pomiaru.** Badaną próbkę osłonki białkowej umocować naciągami 30 ±2 g w zaciskach zrywarki, nie dotykając rękami roboczej (rozciągniętej) powierzchni wzorca. Następnie uruchomić dolny zacisk z taką prędkością, aby próbka uległa zniszczeniu po 20 ±5 s (średnia prędkość rozsuwania się zacisków wynosi 60 mm/min).

**3.8.5. Obliczanie wyniku pomiaru.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dziesięciu równoległych pomiarów.

### 3.9. Pomiar długości osłonki białkowej

**3.9.1. Zasada metody** polega na pomiarze długościomierzem tarowanym.

#### 3.9.2. Przyrządy

- a) Długościomierz tarowany o podziałce co 1 mm.
- b) Tarowany licznik metrów z kołem pomiarowym, wyposażony w licznik cyfrowy z podziałką nie mniejszą niż 10 cm.

**3.9.3. Wykonanie pomiaru.** Osłonki w wiązkach w stanie suchym rozwinąć, pomiar wykonać przykładając je do długościomierza tarowanego. Marszczone osłonki białkowe do parówek wygładzić i mierzyć całą ich długość jak wyżej. Osłonki w rulonach mierzyć za pomocą licznika metrów z kołem pomiarowym, w czasie przewijania rulonu.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego, Warszawa.
2. Zgodność z dokumentami międzynarodowymi. Niniejsza norma jest adaptacją standardu RWPG 1738-79.
3. Wydanie 2 — stan aktualny: wrzesień 1983 — bez zmian.