

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-80
	Koncentraty ciast, deserów, napojów i przypraw do ciast	8133-03
	Pobieranie próbek i metody badań	Zamiast BN-69/8133-03
		Grupa katalogowa 1299

SPIS TREŚCI

1. WSTĘP

- 1.1. Przedmiot normy
- 1.2. Rodzaje metod badań
- 1.3. Zakres stosowania normy
- 1.4. Określenia

2. POBIERANIE I PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

- 2.1. Zasady ogólne
- 2.2. Pobieranie próbek pierwotnych
- 2.3. Przygotowanie próbek do badań

3. METODY BADAŃ

- 3.1. Sprawdzanie opakowania i znakowania
- 3.2. Badania organoleptyczne
- 3.3. Oznaczanie szkodników żywnościowych i ich pozostałości
- 3.4. Sprawdzanie średniej masy netto opakowań jednostkowych
- 3.5. Oznaczanie średniej zawartości bakalii
- 3.6. Sprawdzanie obecności zanieczyszczeń mechanicznych
- 3.7. Oznaczanie zawartości i wielkości cząstek zanieczyszczeń ferromagnetycznych (cząstki metalicznego żelaza lub tlenki żelaza)
- 3.8. Oznaczanie zawartości wody
- 3.9. Oznaczanie zawartości waniliny i etylowaniliny
- 3.10. Oznaczanie porowatości pieczywa
- 3.11. Oznaczanie czasu żelowania

- 3.12. Oznaczanie zdolności aromatyzowania przypraw do ciast
- 3.13. Oznaczanie stopnia spienienia
- 3.14. Oznaczanie kwasowości ogólnej
- 3.15. Oznaczanie wartości pH
- 3.16. Oznaczanie zawartości chlorku sodowego metodą Mohra
- 3.17. Oznaczanie zawartości witaminy C jako kwasu L-askorbinoowego
- 3.18. Oznaczanie zawartości popiołu ogólnego
- 3.19. Oznaczanie zawartości substancji mineralnych nierozpuszczalnych w 10-procentowym HCl
- 3.20. Oznaczanie zawartości dwutlenku węgla
- 3.21. Oznaczanie olejków eterycznych
- 3.22. Oznaczanie zawartości cukrów metodą Lane-Eynona
- 3.23. Oznaczanie zawartości cukrów metodą Schoorla-Regenboga
- 3.24. Oznaczanie sacharozy metodą refraktometryczną
- 3.25. Oznaczanie zawartości tłuszczu
- 3.26. Oznaczanie zawartości arsenu i małych zawartości arsenu
- 3.27. Oznaczanie zawartości cynku
- 3.28. Oznaczanie zawartości cyny
- 3.29. Oznaczanie zawartości miedzi
- 3.30. Oznaczanie zawartości ołowiu
- 3.31. Oznaczanie zawartości kwasu benzoowego
- 3.32. Oznaczanie zawartości kwasu sorbowego

INFORMACJE DODATKOWE

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Koncentratów Spożywczych
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Koncentratów Spożywczych
dnia 1 grudnia 1980 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1981 poz. 15)

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pobieranie próbek i metody badań koncentratów ciast, deserów, napojów i przypraw do ciast.

1.2. Rodzaje metod badań

- sprawdzanie opakowania i znakowania,
- badania organoleptyczne,
- badania na obecność szkodników żywnościowych i ich pozostałości,
- sprawdzanie średniej masy netto opakowań jednostkowych,
- oznaczanie średniej zawartości bakalii,
- sprawdzanie obecności zanieczyszczeń mechanicznych,
- oznaczanie zawartości i wielkości cząstek zanieczyszczeń ferromagnetycznych,
- oznaczanie zawartości wody,
- oznaczanie zawartości waniliny i etylwaniliny,
- oznaczanie porowatości pieczywa,
- oznaczanie czasu żelowania,
- oznaczanie zdolności aromatyzowania przypraw do ciast,
- oznaczanie stopnia spienienia,
- oznaczanie kwasowości ogólnej,
- oznaczanie wartości pH,
- oznaczanie zawartości chlorku sodowego,
- oznaczanie zawartości witaminy C jako kwasu *L*-askorbinowego,
- oznaczanie zawartości popiołu ogólnego,
- oznaczanie zawartości substancji mineralnych, nierozpuszczalnych w 10% HCl,
- oznaczanie zawartości dwutlenku węgla,
- oznaczanie zawartości olejków eterycznych,
- oznaczanie zawartości cukrów bezpośrednio redukujących — glukozy,
- oznaczanie zawartości cukrów inwertowanych ogółem,
- oznaczanie zawartości sacharozy,
- oznaczanie zawartości tłuszczu,
- oznaczanie zawartości arsenu,
- oznaczanie zawartości cynku,
- oznaczanie zawartości cyny,
- oznaczanie zawartości miedzi,
- oznaczanie zawartości ołowiu,
- oznaczanie zawartości kwasu benzoowego,
- oznaczanie zawartości kwasu sorbowego.

1.3. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie pobierania próbek, badań organoleptycznych i fizykochemicznych koncentratów ciast, deserów, napojów i przypraw do ciast znajdujących się w produkcji i obrocie.

1.4. Określenia

1.4.1. partia — określona liczba wyrobów o tej samej nazwie, w jednakowych opakowaniach jednostkowych, wyprodukowana przez ten sam zakład produkcyjny, oznaczona jedną datą produkcji i przedstawiona do jednorazowego odbioru.

1.4.2. opakowania jednostkowe — opakowanie zawierające bezpośrednio porcję produktu (np. torebka,

pudełko, torba papierowa), powtarzające się jako część partii.

1.4.3. opakowanie transportowe — opakowanie zawierające określoną liczbę opakowań jednostkowych (np. pudło tekturowe, pakiet).

1.4.4. próbka pierwotna — próbka pobrana jednorazowo z jednego miejsca opakowania transportowego, stanowiąca jedno opakowanie jednostkowe lub około 250 g produktu luzem.

1.4.5. próbka ogólna — próbka utworzona przez połączenie wszystkich próbek pierwotnych pobranych z jednej partii.

1.4.6. średnia próbka laboratoryjna — próbka przygotowana z próbki ogólnej w sposób podany w niniejszej normie, reprezentująca jakość towaru w określonej partii, przeznaczona do badań organoleptycznych i fizykochemicznych, przechowywana w sposób zapewniający jej niezmiennosc.

1.4.7. próbka do badań laboratoryjnych — próbka wydzielona ze średniej próbki laboratoryjnej przeznaczona do bezpośredniego badania cech jakościowych produktu.

1.4.8. Pozostałe określenia — wg PN-73/N-03009.

2. POBIERANIE I PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

2.1. Zasady ogólne

2.1.1. Miejsce pobierania próbek. Próbkę należy pobierać i sporządzać w miejscu zabezpieczającym produkt i sprzęt przed wpływem warunków atmosferycznych w taki sposób, aby jakość i skład próbek nie uległy zmianie.

2.1.2. Sprzęt i naczynia użyte do pobierania, sporządzania i pakowania próbek powinny być czyste, suche i bezwonne.

2.1.3. Tożsamość partii. Przed przystąpieniem do pobierania próbek należy ustalić na podstawie oględzin lub dokumentów tożsamość partii zgodną z 1.4.1.

2.1.4. Stan opakowań transportowych przeznaczonych do pobierania próbek. Próbkę należy pobierać tylko z oryginalnych i nie uszkodzonych opakowań.

2.1.5. Wybór opakowań transportowych do pobierania próbek z partii powinien być wykonany w sposób losowy i metodą na ślepo.

2.2. Pobieranie próbek pierwotnych

2.2.1. Wybór opakowań do pobierania próbek pierwotnych. Z partii koncentratów ciast, deserów, napojów i przypraw do ciast należy wybrać z różnych miejsc, zależnie od wielkości partii, liczbę opakowań transportowych i jednostkowych wg tabl. 1 na str. 3.

2.2.2. Sposób pobierania próbek pierwotnych

2.2.2.1. Koncentraty ciast, deserów, napojów i przypraw do ciast w opakowaniach jednostkowych poniżej 500 g. Z każdego pobranego wg 2.2.1 opakowania transportowego należy pobrać z różnych miejsc jednakową liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 1.

2.2.2.2. Koncentraty deserów w opakowaniach jednostkowych 500 ÷ 20000 g. Z każdego wybranego wg 2.2.1 opakowania transportowego (torby) należy pobrać zgłębnikiem odpowiednią liczbę próbek wg tabl. 1.

Tablica 1. Opakowania do pobierania próbek pierwotnych

Liczba opakowań transportowych w partii sztuk	Liczba opakowań transportowych do pobrania próbek sztuk	Ogólna liczba próbek pierwotnych, jaką należy pobrać z opakowań transportowych					
		opakowania jednostkowe					
		do 10 g	11 ÷ 50 g	51 ÷ 100 g	101 ÷ 500 g	501 ÷ 5000 g	5001 ÷ 20000 g
do 5	2	10	3	3	3	2	1
6 ÷ 10	3	15	8	5	4	3	2
11 ÷ 100	4	18	10	6	5	4	3
101 ÷ 150	6	21	12	7	6	5	4
251 ÷ 500	7	24	14	8	7	6	5
powyżej 500	7 + 1	24 + 1	14 + 1	8 + 1	7 + 1	6 + 1	5 + 1

z każdego następnego rozpoczęcia 500 sztuk opakowań transportowych

Zgłębnik wprowadzać do dna torby wzdłuż jednej przekątnej, a następnie również ukośnie wzdłuż drugiej przekątnej. Próbkę należy razem zsypać i wymieszać w celu uzyskania próbki ogólnej.

2.3. Przygotowanie próbek do badań

2.3.1. Próbkę do sprawdzenia jakości opakowania i znakowania opakowań jednostkowych i transportowych. Próbkę do sprawdzania jakości opakowania i znakowania stanowią wszystkie opakowania transportowe i opakowania jednostkowe pobrane wg 2.2.1.

2.3.2. Próbkę do sprawdzania obecności szkodników żywnościowych, ich pozostałości, oznaczania zawartości zanieczyszczeń ferromagnetycznych, zanieczyszczeń mechanicznych i oznaczania średniej zawartości bakalii. Próbkę do sprawdzania obecności szkodników żywnościowych, ich pozostałości zanieczyszczeń ferromagnetycznych, mechanicznych i oznaczania średniej zawartości bakalii stanowią wszystkie opakowania jednostkowe wydzielone z próbek pierwotnych pobranych wg 2.2.1.

2.3.3. Próbkę do sprawdzania średniej masy netto. Z partii produktu w opakowaniach jednostkowych do 500 g należy pobrać z próbki ogólnej 10 opakowań jednostkowych. Z partii produktu w opakowaniach jednostkowych 501 ÷ 20000 g z wybranych wg 2.2.1 opakowań transportowych pobrać co najmniej 3 opakowania jednostkowe.

2.3.4. Próbkę do badań organoleptycznych. Próbkę do badań organoleptycznych stanowią co najmniej trzy opakowania jednostkowe do 500 g, wydzielone z próbek pierwotnych pobranych wg 2.2.1. W przypadku komisyjnej oceny organoleptycznej liczbę opakowań jednostkowych należy odpowiednio zwiększyć.

Z partii produktu w opakowaniach jednostkowych powyżej 500 g, z próbki ogólnej należy odważyć odpowiednią ilość produktu potrzebną do sporządzenia jednej lub większej ilości porcji.

2.3.5. Przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2.3.5.1. Produkty sypkie (koncentraty ciast, deserów, napojów i przypraw do ciast). Średnią próbkę laboratoryjną przygotować z próbki ogólnej. Próbkę ogólną zsypać na gładką i czystą powierzchnię, usypać stożek, rozplaszczyc go w warstwę o zarysie kwadratu i podzielić dwiema listewkami wzdłuż przekątnych na cztery trójkąty, z których dwa przeciwległe odrzucić, a z pozostałych po przemieszaniu utworzyć warstwę jak poprzednio. Czynność mieszania i pomniejszania należy

powtarzać kilkakrotnie, tak aby pozostała ilość produktu zabezpieczała przygotowanie jednego, dwóch lub trzech egzemplarzy średnich próbek laboratoryjnych.

2.3.5.2. Produkty w postaci płynnej (aromaty). Średnią próbkę laboratoryjną przygotować z próbki ogólnej wydzielając co najmniej 10 opakowań jednostkowych. Z opakowań szklanych wylać zawartość płynu do suchego naczynia i dobrze wymieszać.

2.3.5.3. Wielkość średniej próbki laboratoryjnej dla poszczególnych asortymentów koncentratów wg tabl. 2.

Tablica 2. Wielkość średniej próbki laboratoryjnej

Rodzaj produktu	Wielkość średniej próbki laboratoryjnej g
Koncentraty ciast	1000
Koncentraty deserów	300
Koncentraty napojów	300
Przyprawy do ciast sypkie	200
Przyprawy do ciast w postaci płynnej	100

W przypadkach spornych należy przygotować 3 egzemplarze średniej próbki laboratoryjnej, z których jedną otrzymuje odbiorca, drugą producent, a trzecią należy przekazać do analizy rozjemczej.

2.3.5.4. Opakowanie i znakowanie średniej próbki laboratoryjnej. Każdą średnią próbkę laboratoryjną natychmiast po przygotowaniu należy umieścić w szklanych lub innych czystych, bezwonnych opakowaniach. Na każdym opakowaniu zawierającym średnią próbkę laboratoryjną oraz na etykiecie umieszczonej wewnątrz opakowania należy umieścić co najmniej następujące dane:

- nazwę produktu wg normy przedmiotowej,
- datę produkcji lub termin przydatności do spożycia,
- wielkość partii i sposób opakowania,
- datę i miejsce pobrania próbek,
- nazwę producenta.

W przypadku reklamacji, na etykiecie należy umieścić dodatkowo:

- imię, nazwisko, znak pobierającego próbkę,
- nazwę zlecniodawcy pobrania próbki,
- odciski pieczęci użytych do zabezpieczenia próbek,
- podpisaną deklarację o następującej treści: „Próbkę (pełna nazwa produktu) pobrano i przygotowano zgodnie z BN

2.3.5.5. Protokół pobrania próbek. W przypadku reklamacji, po zakończeniu czynności pobrania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej, należy sporządzić w dwóch egzemplarzach protokół pobrania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej. Protokół powinien zawierać dane wymienione w 2.3.5.4. Jeden egzemplarz protokołu należy pozostawić u dostawcy, a drugi powinien być dostarczony odbiorcy.

2.3.5.6. Przesyłanie próbek. Próbki powinny być przesyłane do badań natychmiast po ich pobraniu i przygotowaniu. Próbki należy odpowiednio zabezpieczyć przed niekorzystnymi warunkami wpływającymi na zmianę jakości produktu.

3. METODY BADAŃ

3.1. Sprawdzanie opakowania i znakowania

3.1.1. Sprawdzanie jakości opakowań transportowych.

Opakowania transportowe wydzielone wg 2.2.1 należy poddać ocenie jakościowej, sprawdzając sposób zabezpieczenia przed otwarciem, czytelność nadruku oraz zgodność wykonania opakowania z wymaganiami obowiązujących norm przedmiotowych na te wyroby. Równocześnie należy sprawdzić zgodność znakowania z wymaganiami obowiązującej BN-72/8130-01. Następnie przez oględziny sprawdzić stan i czystość opakowań. W przypadku występowania oprzędów moli, podać liczbę porażonych opakowań jednostkowych.

3.1.2. Sprawdzanie jakości opakowań jednostkowych.

Próbki pierwotne wydzielone wg 2.3.1 należy poddać ocenie jakościowej, sprawdzając rodzaj opakowania, czystość, sposób umieszczenia etykiety lub litografii na opakowaniu oraz zgodność jej treści z wymaganiami norm przedmiotowych. W przypadku występowania oprzędów moli podać liczbę porażonych opakowań.

3.2. Badania organoleptyczne

3.2.1. Warunki wykonywania badań. Badania organoleptyczne powinny być wykonane w pomieszczeniu czystym, bez obcych zapachów, łatwym do wietrzenia, oświetlonym rozproszonym światłem naturalnym lub sztucznym, wyposażonym w odpowiedni sprzęt i naczynia.

W przypadku przeprowadzania komisyjnej oceny organoleptycznej wyposażenie pomieszczeń, sprzęt i warunki przeprowadzania badań organoleptycznych powinny odpowiadać wymaganiom wg PN-66/A-04020. Badania organoleptyczne powinien wykonywać zespół o sprawdzonej wg PN-65/A-04021 wrażliwości sensorycznej w zakresie smaku i węchu. Komisyjna ocena organoleptyczna obowiązuje przy analizach arbitrażowych oraz przy konkursach jakościowych.

3.2.2. Temperatura próbek. Próbki koncentratów ciast, deserów, napojów i dodatków do ciast przyrządzone wg przepisu podanego na opakowaniu poddane badaniom organoleptycznym powinny mieć temperaturę odpowiednią dla danego rodzaju wyrobu.

3.2.3. Wykonywanie badań przed przyrządzeniem próbki. Próbkę produktu wydzieloną wg 2.3.4 należy wysypać na gładką, czystą powierzchnię i poddać oględzinom, sprawdzając: wygląd, barwę, zapach i konsysten-

cję (klarowność). Wygląd, barwę, konsystencję (klarowność) określić wzrokowo w świetle dziennym lub rozproszonym. Zapach — określić za pomocą węchu. Wyniki oceny określić słownie wg kryteriów jakości podanych w obowiązujących normach przedmiotowych na te produkty. W przypadku stwierdzenia odchylenia od wymagań obowiązujących norm przedmiotowych określić należy rodzaj zmian jakościowych.

3.2.4. Wykonanie badań po przyrządzeniu próbki

a) Koncentraty ciast. Ocenę organoleptyczną wykonać w okresie nie dłuższym niż 24 h od chwili wypieku. Badania powinny obejmować określenie barwy, zapachu, smaku, struktury (konsystencji) oraz porowatości.

Barwę określić wzrokowo w świetle dziennym lub rozproszonym.

Smak i zapach określić przez wachanie i smakowanie mięksiszu wykrojonego ze środka pieczywa.

Wygląd (strukturę) określić przez oględziny pieczywa przekrojonego przez środek. Porowatość określić przez wykonanie badań wg 3.10.

Wyniki oceny organoleptycznej określić słownie lub wg pięciopunktowej skali ocen zgodnie z tabl. 3.

b) Koncentraty deserów. Ocenę organoleptyczną wykonać po całkowitym ochłodzeniu produktu, a w przypadku galaretek, po całkowitym ich zżelowaniu w czasie nie dłuższym niż przewiduje norma przedmiotowa na te wyroby. Badania powinny obejmować: określenie barwy, zapachu, smaku, konsystencji i wyglądu.

Barwę określić wzrokowo w świetle dziennym lub rozproszonym.

Smak i zapach określić przez wachanie i smakowanie.

Konsystencję określić przez nacisk łyżeczką powierzchni deseru oraz próbę krojenia.

Wyniki oceny organoleptycznej określić słownie lub wg pięciopunktowej skali ocen wg tabl. 3 na str. 5.

c) Koncentraty napojów. Ocenę organoleptyczną wykonać natychmiast po przygotowaniu napoju. Badania powinny obejmować:

określenie siły musowania (napoje z udziałem kwaśnego węgla sodu),

zapachu, smaku i klarowności.

Siłę musowania określić wzrokowo przez obserwację intensywności wydzielania pęcherzyków dwutlenku węgla.

Barwę i klarowność określić wzrokowo w świetle dziennym lub rozproszonym.

Smak i zapach określić przez wachanie i smakowanie.

Wyniki oceny organoleptycznej określić słownie lub wg pięciopunktowej skali ocen wg tabl. 3.

d) Koncentraty przypraw do ciast (proszek do pieczenia, cukier wanilinowy aromaty w pyłnie). Ocenę organoleptyczną przypraw wykonać na podstawie wypieku ciasta.

Ciasto przygotować w następujący sposób: 100 g mąki pszennej wymieszać z 65 g mąki ziemniaczanej i 6,5 g proszku do pieczenia. 2 jaja utrzeć z 80 g cukru $\frac{1}{3}$ kostki tłuszczu (masło, margaryna). Składniki dokładnie wymieszać i dodać $\frac{1}{5}$ szklanki mleka i odpowiednią ilość cukru wanilinowego lub aromatu. Ciasto przełożyć do foremki wysmarowanej tłuszczem i piec

Tablica 3. Punktowa skala ocen dla koncentratów ciast, deserów, napojów i przypraw do ciast

Lp.	Wyróżniki jakościowe	Ocena punktowa				
		5	4	3	2	1
1	Zapach	pełny, intensywny zharmonizowany, charakterystyczny dla danego produktu	charakterystyczny dla danego produktu	słabo wyczuwalny	wyczuwalny zapach obcy, niepożądany	wyraźnie wyczuwalny zapach obcy, niepożądany
2	Smak	typowy, charakterystyczny, pełny, zharmonizowany	typowy, charakterystyczny dla danego produktu	mało intensywny, niepełny, nieco zmieniony	wyczuwalny obcy smak	wyraźnie wyczuwalny obcy smak, niepożądany
3	Barwa	charakterystyczna dla danego produktu	nieznacznie odbiegająca od wymagań normy	odbiegająca od wymagań normy	wyraźnie odbiegająca od wymagań normy	nietyпова
4	Konsystencja	prawidłowa, zgodna z normą	nieznacznie odbiegająca od wymagań normy		wyraźnie odbiegająca od wymagań normy	nieprawidłowa
5	Wygląd	właściwy, zgodny z wymaganiami normy	nieznacznie zmieniony	zmieniony	wyraźnie zmieniony	nietyповy

w średnio nagrzanym piekarniku (180°C) w ciągu 45 min.

Siłę aromatyzowania cukru wanilinowego lub aromatów w płynie sprawdzić dodając do ciasta odpowiednią ilość tych przypraw przewidzianych do zaromatyzowania 0,5 kg ciasta.

Ocenę organoleptyczną ciasta wykonać w czasie nie dłuższym niż 24 h od chwili wypieku.

Wygląd (strukturę ciasta), barwę określić wzrokowo w świetle dziennym.

Smak i zapach określić przez wąchanie i smakowanie.

Wyniki oceny organoleptycznej określić słownie wg pięciopunktowej skali ocen zgodnie z tabl. 3.

3.3. Oznaczanie szkodników żywnościowych i ich pozostałości

3.3.1. Oznaczanie rozkruszków. Z próbki pierwotnej wydzielonej wg 2.3.2 odważyć 100 g produktu z dokładnością do 0,1 g i rozsypać cienką warstwą o grubości 2 ÷ 3 mm na szklanej płytce umieszczonej na czarnym papierze. Rozsypany produkt dokładnie wygładzić za pomocą płytki szklanej lub wałka i lekko podgrzewać na kuchence elektrycznej lub za pomocą lampy do temperatury nieco wyższej od temperatury otoczenia. Obecność rozkruszków sprawdzić za pomocą lupy powiększającej co najmniej 25-krotnie.

3.3.2. Oznaczanie pozostałości szkodników. Próbkę wydzieloną wg 2.3.2 po oznaczeniu liczby rozkruszków wg 3.3.1 oglądać pod lupą powiększającą co najmniej 25-krotnie, powoli przesypując za pomocą łopatkę masę produktu. Wybrać grudki produktu spowitego oprędem oraz inne pozostałości szkodników, określić ich charakter i pochodzenie.

3.4. Sprawdzanie średniej masy netto opakowań jednostkowych

3.4.1. Wykonanie oznaczania. Próbkę wydzieloną wg 2.3.3 w zależności od masy netto opakowań jednostkowych zważyć:

a) co najmniej 10 opakowań o masie netto do 10 g z dokładnością do 0,01 g,

b) co najmniej 10 opakowań o masie netto 11 ÷ 50 g z dokładnością do 0,1 g,

c) co najmniej 10 opakowań o masie netto 51 ÷ 100 g z dokładnością do 1 g,

d) co najmniej 10 opakowań o masie netto 101 ÷ 500 g z dokładnością do 5 g,

e) co najmniej 10 opakowań o masie netto 501 ÷ 2000 g z dokładnością do 10 g,

f) co najmniej 3 opakowania o masie netto 2001 ÷ 20000 g z dokładnością do 50 g.

Po zważeniu, opakowania dokładnie opróżnić z produktu i ponownie zważyć.

W przypadku produktów w postaci płynnej (aromaty) opakowania dodatkowo oczyścić za pomocą mieszaniny alkoholu i benzenu lub alkoholu i eteru zmieszanych w stosunku (1:1), dokładnie wysuszyć i zważyć.

3.4.2. Obliczanie wyniku oznaczania. Średnią masę netto opakowania jednostkowego (x_1) wyrażoną w gramach obliczyć wg wzoru

$$x_1 = \frac{a - b}{c} \quad (1)$$

w którym:

a — masa produktu w opakowaniach, g,

b — masa pustych opakowań, g,

c — liczba opakowań jednostkowych.

3.5. Oznaczanie średniej zawartości bakalii

3.5.1. Przyrządy

a) Waga techniczna.

b) Zlewka pojemności 500 cm³.

3.5.2. Wykonanie oznaczania. Z 2 próbek pierwotnych pobranych wg 2.3.2 wydzielić 2 opakowania jednostkowe, zawartość wysypać do 2 wytarowanych zlewek pojemności 500 cm³ i zważyć. Następnie wybrać pincetą bakalie, oczyścić pędzelkiem i zważyć z dokładnością do 0,1 g.

3.5.3. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość bakalii (x_2) wyrażoną w procentach obliczyć wg wzoru

$$x_2 = \frac{a}{g} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

a — masa bakalii, g,

g — masa produktu łącznie z bakaliami, g.

3.5.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników z dwóch opakowań jednostkowych.

3.6. Sprawdzanie obecności zanieczyszczeń mechanicznych. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć około 50 g produktu, rozsypać na gładkiej czystej powierzchni i dokładnie obejrzyć mieszając lub rozgniatając produkt za pomocą łopatk. Zanieczyszczenia mechaniczne wybrać pincetą, przepłukać, wysuszyć, ustalić ich charakter oraz pochodzenie.

3.7. Oznaczanie zawartości i wielkości cząstek zanieczyszczeń ferromagnetycznych (cząstki metalicznego żelaza lub tlenki żelaza)

3.7.1. Zasada oznaczania polega na oddzieleniu magnezem cząstek żelaza lub tlenków żelaza i wagowym ustaleniu ich ilości.

3.7.2. Aparatura i przyrządy

a) Magnes o kształcie podkowy o odległości między biegunami około 35 mm oraz przekroju biegunów około 5 cm² i sile przyciągania co najmniej 5 kG.

b) Papier milimetry.

c) Waga analityczna.

3.7.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki pierwotnej wydzielonej wg 2.3.2 odważyć 100 g produktu z dokładnością do 0,1 g i rozsypać cienką warstwą o grubości 0,5 cm na szklanej płytce lub czystym białym papierze. Na bieguny magnesu nałożyć kapturki z cienkiej bibuły papierowej szczelnie przylegające do powierzchni biegunów. Magnes prowadzić po powierzchni produktu w ten sposób, aby pokryć całą jego powierzchnię bruzdami, nie pozostawiając wolnego miejsca. Przyciągnięte cząstki o własnościach ferromagnetycznych zdjąć ostrożnie z magnesu i przenieść ilościowo na wytarowany sączek, przemyć gorącą wodą i wysuszyć. Następnie sączek rozłożyć i za pomocą zaostrego drewnianka rozsypać zebrane cząstki na papierze milimetry. Wymiar liniowy cząstek określić przy użyciu lupy powiększającej 50-krotnie. Podać liczbę cząstek, których najdłuższa oś przekracza 0,3 mm, a masa jednostkowa jest wyższa od 0,4 mg.

W przypadku, gdy największy wymiar liniowy pojedynczych cząstek nie przekroczy 0,3 mm należy je zważyć z dokładnością odczytu na skali wagi do 0,0002 g.

3.7.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość zanieczyszczeń ferromagnetycznych (x_3) wyrażoną w mg/kg produktu obliczyć wg wzoru

$$x_3 = (a - b) \cdot 10 \quad (3)$$

w którym:

a — masa sączka z cząstkami ferromagnetycznymi, mg,

b — masa sączka, mg.

3.7.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną masy cząstek ferromagnetycznych z dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,002 g.

3.8. Oznaczanie zawartości wody

3.8.1. Metoda suszenia w temperaturze 105°C przez 4 h (metoda odwoławcza)

3.8.1.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów ciast i deserów.

3.8.1.2. Zasada metody polega na suszeniu próbki i wagowym ustaleniu ubytków w czasie suszenia.

3.8.1.3. Aparatura i przyrządy

a) Waga analityczna.

b) Suszarka elektryczna z termoregulacją.

c) Eksykator napełniony żelazem krzemionkowym lub chlorkiem wapniowym.

d) Szklane naczynka wagowe o średnicy nie mniejszej niż 50 mm z doszlifowanymi przykrywkami.

3.8.1.4. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do uprzednio wytarowanych naczynek około 5,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g (grubość warstwy suszonego produktu nie powinna być większa niż 0,5 cm). Naczynka z odważką wstawić do suszarki uprzednio nagrzaną do temperatury 105°C i suszyć 4 h, licząc od chwili ustalenia temperatury. Następnie wyjąć naczynka z suszarki, przenieść do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć.

3.8.1.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość wody (x_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_4 = \frac{b - c}{b - a} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

a — masa naczynka pustego, g,

b — masa naczynka z produktem przed suszeniem, g,

c — masa naczynka z produktem po suszeniu, g.

3.8.1.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2. Wynik podać z dokładnością do 0,01%, zaokrąglając do drugiego miejsca po przecinku wg PN-70/N-02120.

3.8.2. Metoda suszenia w temperaturze 105°C przez 2 h (metoda techniczna)

3.8.2.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla lodów w proszku i napojów herbacianych.

3.8.2.2. Aparatura i przyrządy — wg 3.8.1.3.

3.8.2.3. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do uprzednio wytarowanych naczynek około 5,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g (grubość warstwy suszonego produktu nie powinna być większa niż 0,5 cm). Naczynka z odważką wstawić do suszarki uprzednio nagrzaną do temperatury 105°C i suszyć 2 h, licząc od chwili ustalenia temperatury. Następnie wyjąć naczynka z suszarki, przenieść do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć.

3.8.2.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość wody (x_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_5 = \frac{b - c}{b - a} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

- a — masa naczynka pustego, g,
- b — masa naczynka z produktem przed suszeniem, g,
- c — masa naczynka z produktem po suszeniu, g.

3.8.2.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,3. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.8.3. Metoda suszenia w temperaturze 130°C przez 1 h (metoda techniczna)

3.8.3.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów ciast.

3.8.3.2. Aparatura i przyrządy

- a) Suszarka typu Fab-1.
- b) Naczynka aluminiowe o średnicy 60 mm i wysokości 25 mm.
- c) Pozostałe przyrządy wg 3.8.1.3.

3.8.3.3. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do uprzednio wytarowanych naczynek około 5,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g. Naczynka z odważką wstawić do suszarki uprzednio nagrzanej do temperatury 130°C i suszyć 1 h, licząc od chwili ustalenia temperatury. Naczynka szklane z wysuszonym produktem przenieść do eksykatora i po ochłodzeniu zważyć.

Do wytarowanych naczynek aluminiowych odważyć 10,0 g produktu z dokładnością do 0,01 g i suszyć w temperaturze 130°C 1 h, licząc czas od chwili ustalenia się temperatury.

3.8.3.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość wody (x_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_6 = \frac{b - c}{b - a} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

- a — masa naczynka pustego, g,
 - b — masa naczynka z produktem przed suszeniem, g,
 - c — masa naczynka z produktem po suszeniu, g.
- Przy zastosowaniu suszarki typu Fab-1 zawartość wody w procentach odczytać bezpośrednio ze skali wagi.

3.8.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,3. Wynik podać z dokładnością do 0,1%.

3.8.4. Metoda suszenia w suszarce próżniowej w temperaturze 70°C do stałej masy

3.8.4.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów z udziałem proszków owocowych.

3.8.4.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Waga analityczna.

b) Suszarka próżniowa o ciśnieniu roboczym nie wyższym niż 6670 Pa (50 mmHg) i temperaturze 70°C.

c) Pompa próżniowa.

d) Eksykator wg 3.8.1.3..

e) Szklane naczynka wagowe wg 3.8.1.3.

f) Piasek oczyszczony chemicznie.

Przygotowanie piasku. Piasek morski lub rzeczny przesiał przez sito o średnicy oczek 0,5 ÷ 1,0 mm, następnie zalać roztworem kwasu solnego (rozcieńczonym wodą 1:1) w takiej ilości, aby piasek był całkowicie zanurzony i gotować mieszając przez 0,5 h. Następnie zlać roztwór kwasu solnego z nad piasku, dodać kwasu i ponownie gotować 0,5 h. Czynność powtarzać tak długo, aż roztwór przestanie zabarwiać się na kolor żółty. Następnie piasek przemywać wodą destylowaną do zaniku reakcji na chlorki (próba z azotanem srebra). Przemyty i odsączony na sicie piasek przenieść do parownicy i suszyć w suszarce elektrycznej w ciągu 1,5 h w temperaturze 160°C. Po ochłodzeniu w eksykatorze piasek przechowywać w słoju zamkniętym na szlif.

3.8.4.3. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do wytarowanych naczynek z piaskiem i pręcikiem szklanym około 5,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g wymieszać próbkę z piaskiem i suszyć w suszarce próżniowej w temperaturze 70°C do stałej masy. Po zredukowaniu próżni naczynka wyjąć z suszarki, przenieść do eksykatora i po ochłodzeniu do temperatury otoczenia zważyć. Suszenie uznać za zakończone, gdy różnica między kolejnymi ważeniami nie przekracza 0,005 g.

3.8.4.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość wody (x_7) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_7 = \frac{b - c}{b - a} \cdot 100 \quad (7)$$

w którym:

- a — masa naczynka z piaskiem i pręcikiem szklanym, g,
- b — masa naczynka z piaskiem, pręcikiem szklanym i produktem przed suszeniem, g,
- c — masa naczynka z piaskiem, pręcikiem szklanym i produktem po suszeniu, g.

3.8.4.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.8.5. Metoda suszenia nad roztworem kwasu siarkowego

3.8.5.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla produktów spulchniających typu proszku do pieczenia.

3.8.5.2. Aparatury i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Eksykator napełniony kwasem siarkowym ($d = 1,84 \text{ g/cm}^3$).
- c) Szklane naczynka wagowe wg 3.8.1.3.

3.8.5.3. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do uprzednio wytarowanych naczynek około 3,0 ÷ 5,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g.

Naczynka z odważką wstawić do eksykatora napełnionego kwasem siarkowym i suszyć do stałej masy w ciągu około 26 h. Następnie naczynka wyjąć z eksykatora i zważyć.

3.8.5.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość wody (x_8) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_8 = \frac{b - c}{b - a} \cdot 100 \quad (8)$$

w którym:

- a — masa naczynka pustego, g,
- b — masa naczynka z produktem przed suszeniem, g,
- c — masa naczynka z produktem po suszeniu, g.

3.8.5.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.8.6. Metoda destylacyjna

3.8.6.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów przypraw korzennych w proszku.

3.8.6.2. Zasada metody polega na ustaleniu objętości wody w kalibrowanym odbieralniku przez destylację produktu z toluenem lub ksylenem.

3.8.6.3. Aparatura i przyrządy

a) Aparat do destylacji składający się z następujących części połączonych na szlif:

- kolba kulista o krótkiej szyjce pojemności 500 cm³,
- chłodnica zwrotna,
- nasadka destylacyjna zespolona z kalibrowanym odbieralnikiem wmontowana między kolbę i chłodnicę.

b) Waga analityczna.

c) Łaźnia olejowa lub grzejnik elektryczny.

Przygotowanie aparatu. Aparat przemyć mieszaniną chromową, tak aby zmniejszyć do minimum przyleganie kropeł wody do ścianek chłodnicy i odbieralnika. Następnie kilkakrotnie przemyć wodą destylowaną i przed użyciem wysuszyć.

3.8.6.4. Odczynniki. Toluen lub ksylen uprzednio przedestylowany i nasycony niewielką ilością wody.

3.8.6.5. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć około 20,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do kolby kulistej pojemności 500 cm³, dodać około 75 cm³ toluenu i wymieszać. Kolbę podłączyć do aparatu, uruchomić chłodzenie i ogrzewać na łaźni prowadząc destylację z szybkością skraplania 100 kropeł/min w ciągu 3 h. Po zakończeniu destylacji wyłączyć ogrzewanie, chłodnicę spłukać kilkoma cm³ toluenu, odbieralnik zanurzyć w wodzie o temperaturze pokojowej i po 15 min odczytać objętość wody (całkowite wyklarowanie toluenu lub krylenu).

3.8.6.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość wody (x_9) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_9 = \frac{v}{g} \cdot 100 \quad (9)$$

w którym:

- v — objętość oddestylowanej wody, cm³,
- g — masa próbki, g.

3.8.6.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2 cm³. Wynik podać z dokładnością do 0,1%.

3.9. Oznaczanie zawartości waniliny i etylowaniliny

3.9.1. Zasada metody. Oznaczanie polega na miareczkowaniu roztworem 0,1N NaOH wobec fenoloftaleiny do zmiany barwy.

3.9.2. Przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Cylindry pomiarowe pojemności 25 cm³.
- c) Biureta pojemności 10 cm³.
- d) Kolby stożkowe pojemności 100 cm³.

3.9.3. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
- b) Alkohol etylowy, 95-procentowy.
- c) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.

3.9.4. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć około 10,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g, przenieść do kolby stożkowej i dodać 50 cm³ mieszaniny alkoholowo-wodnej (25 cm³ alkoholu etylowego i 25 cm³ wody, zobojętnić roztworem 0,1N wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny). Po całkowitym rozpuszczeniu produktu w mieszaninie dodać 3 krople fenoloftaleiny, ponownie wymieszać i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do lekko różowego zabarwienia.

3.9.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość waniliny (x_{10}) lub etylowaniliny (x_{11}) wyrażoną w procentach obliczyć wg wzorów:

$$x_{10} = \frac{a \cdot 0,0152 \cdot 100}{b} \quad (10)$$

$$x_{11} = \frac{a \cdot 0,0166 \cdot 100}{b} \quad (11)$$

w których:

- a — objętość 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- b — masa produktu, g,
- 0,0152 — ilość g waniliny odpowiadająca 1 cm³ 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego,
- 0,0166 — ilość g etylowaniliny odpowiadająca 1 cm³ 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego.

3.9.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,02. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.10. Oznaczanie porowatości pieczywa

3.10.1. Zasada metody. Oznaczanie polega na określeniu objętości porów pieczywa.

3.10.2. Przyrządy i materiały

- a) Cylinder pomiarowy pojemności 50 cm³.
- b) Szkiełko zegarkowe.
- c) Olej jadalny.

3.10.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki koncentratu ciasta po wypieku i wykonaniu oceny organoleptycznej wg 3.2.4 wykroić z różnych miejsc co najmniej dwa sześciany o boku 3 cm. Wykrojone sześciany przenieść na szkiełko zegarkowe, podzielić na kilka części i każdą z nich ugnieść w palcach na małe kuleczki. Do cylindra pomiarowego ostrożnie wlać po ściance 30 cm³ oleju (olej nie powinien zawierać pęcherzyków powietrza). Odczytać górny menisk oleju i wrzucić przygotowane kuleczki mięksizu. Z różnicy poziomów oleju obliczyć objętość mięksizu bez porów.

3.10.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Porowatość pieczywa (x_{12}) wyrażoną w procentach obliczyć wg wzoru

$$x_{12} = \frac{a - b}{a} \cdot 100 \quad (12)$$

w którym:

- a — objętość sześcianu mięksizu z porami (27 cm³),
- b — objętość mięksizu bez porów odczytana z różnicy poziomu oleju, cm³.

3.10.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń. Wynik podać z dokładnością do 1%.

3.11. Oznaczanie czasu żelowania

3.11.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów deserów typu kremżeł i galaretek.

3.11.2. Przyrządy

- a) Termostat z termoregulacją.
- b) Termometr.

3.11.3. Wykonanie oznaczania. Próbkę pierwotną wydzieloną wg 2.2.1 rozpuścić w gorącej wodzie wg przepisu podanego na opakowaniu i przelać do szklanego naczynia (grubość warstwy roztworu powinna wynosić nie więcej niż 5 cm). Ochłodzić do temperatury 18°C, utrzymując stałą temperaturę w termostacie lub w naczyniu z wodą i zmierzyć czas żelowania.

3.12. Oznaczanie zdolności aromatyzowania przypraw do ciast

3.12.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do sprawdzania zdolności aromatyzowania aromatów w płynie, cukru wanilinowego itp.

3.12.2. Zasada metody polega na wypieku ciasta z dodatkiem przypraw i sprawdzeniu jego własności smakowo-zapachowych.

3.12.3. Przyrządy. Piecyk elektryczny lub gazowy.

3.12.4. Wykonanie oznaczania. Z próbki pierwotnej wydzielonej wg 2.2.1 pobrać odpowiednią ilość przypraw przewidzianych do zaromatyzowania 0,5 kg ciasta sporządzonego wg 3.2.4d). Ocenę organoleptyczną gotowego ciasta przeprowadzić w czasie nie dłuższym niż 24 h od wypieku.

3.13. Oznaczanie stopnia spienienia

3.13.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów deserów o konsystencji piankowej.

3.13.2. Zasada metody polega na określeniu przyrostu objętości.

3.13.3. Sprzęt. Znormalizowane naczynie (miscozka) wykonane z metalu lub szkła o określonej masie i objętości.

3.13.4. Wykonanie oznaczania. Próbkę pierwotną deseru wydzieloną wg 2.2.1 przygotować zgodnie z przepisem podanym na opakowaniu.

Znormalizowane naczynko wg 3.13.3 napęlnić deserm w taki sposób, aby nie wprowadzić dodatkowej objętości powietrza. Z górnej powierzchni naczynka zebrać nadmiar deseru za pomocą łopatki. Naczynko z produktem zważyć na wadze technicznej z dokładnością do 0,1 g.

3.13.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Pienistość (x_{13}) obliczyć w procentach obj. wg wzoru

$$x_{13} = \frac{v}{a - b} \cdot 100 \quad (13)$$

w którym:

- a — masa naczynka z produktem, g,
- b — masa naczynka, g,
- v — pojemność naczynka wyznaczona za pomocą wody destylowanej, g.

3.13.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż 5%.

3.14. Oznaczanie kwasowości ogólnej

3.14.1. Zasada oznaczania polega na zobojętnieniu wolnych kwasów roztworem 0,1N wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

3.14.2. Przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Biureta pojemności 10 cm³.
- c) Kolby stożkowe.

3.14.3. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,1N.
- b) Fenoloftaleina cz.d.a, roztwór alkoholowy 2-procentowy.

3.14.4. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć około 5,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do kolbki stożkowej, dodać 25 cm³ wody destylowanej, kilka kropel fenoloftaleiny, wymieszać, pozostawić na 3 min do całkowitego wydzielenia się CO₂ z próbki. Następnie miareczkować roztworem 0,1N wodorotlenku sodowego do zmiany barwy wskaźnika.

3.14.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Kwasowość (x_{14}) wyrażoną w cm³ 0,1N wodorotlenku sodowego na 1 g produktu obliczyć wg wzoru

$$x_{14} = \frac{a}{g} \quad (14)$$

w którym:

- a — objętość roztworu 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- g — masa produktu, g.

Kwasowość (x_{15}) wyrażoną w stopniach obliczyć wg wzoru

$$x_{15} = \frac{a}{g} \cdot 100 \quad (15)$$

Kwasowość (x_{16}) wyrażoną w procentach w przeliczeniu na kwas cytrynowy obliczyć wg wzoru

$$x_{16} = \frac{a \cdot 0,064 \cdot N}{g} \cdot 100 \quad (16)$$

w których:

a — objętość roztworu 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

g — masa produktu, g,

N — normalność roztworu wodorotlenku sodowego,

0,064 — współczynnik przeliczeniowy na kwas cytrynowy.

3.14.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2. Wynik podać z dokładnością do 0,01.

3.15. Oznaczanie wartości pH

3.15.1. Zasada metody. Oznaczanie polega na pomiarze różnicy potencjałów pomiędzy dwoma określonymi elektrodami zanurzonymi w badanym roztworze.

3.15.2. Przyrządy

a) Pehametr ze skalą w jednostkach pH.

b) Elektrody: wskaźnikowa — elektroda szklana, odniesienia — elektroda kalomelowa o stałym potencjale.

3.15.3. Odczynniki. Roztwór buforowy o znanym pH.

3.15.4. Kalibrowanie pehametru. Naczynka pomiarowe napełnić roztworem buforowym o znanym pH, zanurzyć elektrody. Po włączeniu aparatu wskazówka na skali pH powinna wykazać wartość użytego buforu. W przypadku odchylenia należy za pomocą przełącznika kalibracyjnego nastawić wskazówkę dokładnie odpowiadającą pH roztworu buforowego. Przy kalibrowaniu pehametru należy używać roztwór buforowy o pH zbliżonym do roztworu badanego.

3.15.5. Wykonanie oznaczania. Próbkę pierwotną wydzieloną wg 2.2.1 przyrządzić wg przepisu umieszczonego na opakowaniu, przelać do zlewki pojemności 50 cm^3 i zmierzyć pH roztworu, odczytując wynik bezpośrednio na skali aparatu.

3.16. Oznaczanie zawartości chlorku sodowego metodą Mohra

3.16.1. Zasada metody. Oznaczanie polega na miareczkowaniu wyciągu wodnego roztworem azotanu srebra wobec chromianu potasowego jako wskaźnika.

3.16.2. Przyrządy

a) Waga analityczna.

b) Biureta pojemności 10 cm^3 .

c) Kolby stożkowe pojemności 100 cm^3 .

3.16.3. Odczynniki

a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1N.

b) Chromian potasowy cz., roztwór 10-procentowy.

3.16.4. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć około $2,0 \text{ g}$ produktu z dokładnością do $0,001 \text{ g}$. Odważkę przenieść ilościowo do kolbki, dodać około 25 cm^3 wody destylowanej, wymieszać, dodać kilka kropli 10-procentowego roztworu chromianu potasowego i miareczkować 0,1N roztworem azotanu srebra do ceglastej zabarwienia.

3.16.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość chlorku sodowego (x_{17}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_{17} = \frac{a \cdot 0,00585}{g} \cdot 100 \quad (17)$$

w którym:

a — objętość roztworu 0,1N azotanu srebra zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

g — masa próbki, g,

0,00585 — ilość chlorku sodowego odpowiadająca 1 cm^3 0,1N roztworu azotanu srebra, g.

3.16.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2. Wynik podać z dokładnością do 0,1%.

3.17. Oznaczanie zawartości witaminy C jako kwasu L-askorbinowego

3.17.1. Oznaczanie zawartości kwasu L-askorbinowego metodą Tillmansa

3.17.1.1. Zasada metody. Metoda polega na redukcji roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu przez kwas L-askorbinowy do bezbarwnego leukozwiązku.

3.17.1.2. Przyrządy

a) Waga analityczna.

b) Mikrobiureta pojemności 5 cm^3 z dokładnością odczytu do $0,01 \text{ cm}^3$.

c) Pipeta pojemności 5 i 10 cm^3 .

3.17.1.3. Odczynniki, roztwory i materiały

a) Kwas szczawiowy cz., roztwór 2-procentowy.

b) Tiosiarczan sodowy cz., roztwór 0,01N.

c) Kwas siarkowy cz., roztwór 10-procentowy.

d) Jodek potasowy cz.d.a.

e) Barwnik 2,6-dwuchlorofenoloindofenol cz.d.a.

f) Kwaśny węgiel sodowy cz.

g) Aceton cz. lub chloroform cz.d.a.

h) Skrobia cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

i) Bibuła do sączenia.

3.17.1.4. Przygotowanie 0,001N roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu. Odważyć $0,250 \text{ g}$ 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu i $0,050 \text{ g}$ kwaśnego węgla sodowego z dokładnością do $0,001 \text{ g}$, rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić w kolbie do objętości 1000 cm^3 . Zawartość kolby dokładnie wymieszać i odstawić w ciemne miejsce na 24 h. Następnie roztwór przesączyć przez sączek z bibuły do sączenia do suchej butelki z ciemnego szkła. Roztwór przechowywać w lodówce w temperaturze $+5^\circ\text{C}$. Miano odczynnika sprawdzać co 14 dni.

3.17.1.5. Oznaczenie miana roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu. Odważyć 0,150 g jodku potasowego z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do kolbki stożkowej pojemności 200 cm³ i rozpuścić w 20 cm³ świeżo zagotowanej wody destylowanej. Następnie dodać 2 cm³ roztworu kwasu siarkowego, 25 cm³ roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu, kolbkę zamknąć i odstawić w ciemne miejsce na 15 min. Wydzielony jod miareczkować roztworem 0,01N tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi. Wykonać co najmniej trzy równoległe miareczkowania. Równoległe należy przygotować próbę odczynnikową (zerową) z roztworem jodku potasowego przy użyciu 25 cm³ wody destylowanej zamiast roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu. W przypadku powstania niebieskiego zabarwienia w obecności skrobi, należy wykonać miareczkowanie roztworem 0,01N tiosiarczanu sodowego.

Współczynnik miana roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{(a - c)}{b} \cdot 1000 \quad (18)$$

w którym:

- a* — objętość 0,01N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- b* — objętość 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu wzięta do miareczkowania, cm³,
- c* — objętość 0,01N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania próby odczynnikowej, cm³.

3.17.1.6. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć około 2,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ roztworu kwasu szczawowego w ilości 50 cm³, wymieszać i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Pobrać pipetą 5 ÷ 10 cm³ badanego roztworu do kolby stożkowej, dodać 10 cm³ wody destylowanej i miareczkować roztworem 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu do wystąpienia lekko różowego zabarwienia, utrzymującego się w ciągu 30 s. Wykonać co najmniej trzy równoległe miareczkowania pierwsze miareczkowanie potraktować jako orientacyjne.

Roztwory silnie zabarwione miareczkować w obecności 5 cm³ acetonu do zmiany jego zabarwienia (lekko różowe).

3.17.1.7. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość kwasu *L*-askorbinowego (*x*₁₈) wyrażoną w mg/100 g produktu obliczyć wg wzoru

$$x_{18} = \frac{0,088 \cdot f \cdot 100 \cdot a}{g \cdot b} \cdot 100 \quad (19)$$

w którym:

- a* — objętość 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu zużytego do miareczkowania, cm³,
- b* — objętość badanego roztworu wzięta do miareczkowania, cm³,
- g* — masa produktu, g,

f — współczynnik miana roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu,

0,088 — ilość kwasu *L*-askorbinowego odpowiadająca 1 cm³ 0,001N roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu, mg.

3.17.1.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10%. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.17.2. Oznaczenie zawartości kwasu *L*-askorbinowego (metoda jodometryczna)

3.17.2.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów deserów silnie zabarwionych (galaretki, kisiele, itp.).

3.17.2.2. Zasada metody polega na redukcji mianowanego roztworu jodu przez kwas *L*-askorbinowy i wystąpieniu niebieskiego zabarwienia w obecności skrobi.

3.17.2.3. Przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Mikrobiureta pojemności 5 cm³.
- c) Pipeta pojemności 1, 10 i 20 cm³.

3.17.2.4. Odczynniki i roztwory

- a) Jod cz.d.a., roztwór 0,01N.
- b) Kwas siarkowy, roztwór 16-procentowy.
- c) Skrobia cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

3.17.2.5. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do kolbki 2,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g, dodać 20 cm³ wody destylowanej, 10 cm³ kwasu siarkowego, 1 cm³ roztworu skrobi i wymieszać. Miareczkować 0,01N roztworem jodu do wystąpienia ciemnoniebieskiego zabarwienia.

3.17.2.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość kwasu *L*-askorbinowego (*x*₁₉) obliczyć w mg/100 g produktu wg wzoru

$$x_{19} = \frac{0,88 \cdot a}{g} \cdot 100 \quad (20)$$

w którym:

- a* — objętość roztworu jodu zużytego do miareczkowania, cm³,
- g* — masa produktu, g,
- 0,88 — ilość kwasu *L*-askorbinowego odpowiadająca 1 cm³ 0,01N roztworu jodu, mg.

3.17.2.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10%. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.18. Oznaczenie zawartości popiołu ogólnego

3.18.1. Zasada metody polega na spopieleniu próbki i wagowym określeniu ilości popiołu.

3.18.2. Aparatura i przyrządy

- a) Piec (spopielacz) elektryczny z termoregulacją.
- b) Waga analityczna.
- c) Grzejnik elektryczny.
- d) Eksykator wg 3.8.1.3.
- e) Tygły porcelanowe.

3.18.3. Przygotowanie tygli. Tygły dokładnie wymyć, wypłukać wodą destylowaną i wyprażyć w piecu elek-

trycznym w temperaturze 600°C do stałej masy. Następnie tygla wstawić do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.18.4. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do wytarowanych tygli około 2,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g. Zawartość tygli zwęglić na balkoniku otwartego pieca elektrycznego lub na grzejniku elektrycznym. Po zwęgleniu tygla wstawić do komory pieca i spopielać do uzyskania jednolitej szarej barwy. Następnie tygla wyjąć z pieca, przenieść do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.18.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość popiołu ogólnego (x_{20}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_{20} = \frac{c - a}{b - a} \cdot 100 \quad (21)$$

w którym:

- a — masa tygla pustego, g,
- b — masa tygla z produktem, g,
- c — masa tygla z popiołem, g.

3.18.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,03. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.19. Oznaczanie zawartości substancji mineralnych nierozpuszczalnych w 10-procentowym HCl

3.19.1. Zasada metody polega na traktowaniu popiołu ogólnego 10-procentowym roztworem kwasu solnego, ilościowym oddzieleniu substancji mineralnych i wagowym oznaczeniu ich ilości.

3.19.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Piec (spopielać) wg 3.18.2.
- b) Suszarka elektryczna z termoregulacją.
- c) Łaźnia wodna z termoregulacją.
- d) Eksykator wg 3.8.1.3
- e) Lejki szklane o średnicy około 5 cm.
- f) Sączki ilościowe do spalań.

3.19.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy lub 4N.
- b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

3.19.4. Wykonanie oznaczania. Do tygla z popiołem ogólnym, otrzymanym wg 3.18.4 dodać 5 cm³ kwasu solnego i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 15 min. Następnie zawartość tygla przesączyć przez sączek wypłukując ilościowo tygiel gorącą wodą destylowaną do zaniku reakcji na chlorki (próba z azotanem srebra). Przemyty osad wraz z sączkiem przenieść do ponownie wyżarzonego i wytarowanego tygla, podsuszyć w suszarce, zwęglić na grzejniku elektrycznym, a następnie wyżarzyć w piecu elektrycznym w ciągu 1 h. Tygla wstawić do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.19.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość substancji mineralnych nierozpuszczalnych w 10-procentowym HCl (x_{21}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_{21} = \frac{c - a}{b - a} \cdot 100 \quad (22)$$

w którym:

- a — masa tygla pustego, g,
- b — masa tygla z produktem, g,
- c — masa tygla z popiołem nierozpuszczalnym w 10-procentowym HCl, g.

3.19.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,05. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.20. Oznaczanie zawartości dwutlenku węgla

3.20.1. Oznaczanie zawartości dwutlenku węgla ogólnego

3.20.1.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla proszku do pieczenia.

3.20.1.2. Zasada metody polega na rozpuszczeniu produktu w roztworze kwasu solnego lub siarkowego i objętościowym oznaczeniu wypartego nasyconego roztworu soli kuchennej z aparatu Tillmansa.

3.20.1.3. Przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Aparat Tillmansa.
- c) Cylinder pomiarowy pojemności 50 cm³.

3.20.1.4. Odczynniki i roztwory

- a) Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- b) Kwas solny lub siarkowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

3.20.1.5. Wykonanie oznaczania. Do dolnej części aparatu Tillmansa dodać 50 cm³ roztworu kwasu solnego lub siarkowego, do górnej części aparatu wlać nasycony roztwór soli kuchennej w takiej ilości, aby poziom cieczy znajdował się na wysokości 3 cm poniżej zakończenia rurki wewnętrznej. Z próbki pierwotnej wydzielonej wg 2.2.1 odważyć w czółenku aparatu około 0,5 g produktu z dokładnością do 0,001 g. Czółenka z odważką wsunąć do aparatu, sprawdzić szczelność wszystkich szlifów i otworzyć kurek w celu wyrównania ciśnienia, odczekać aż roztwór przestanie wyciekać do podstawionej zlewki. Po zamknięciu kurka obrócić czółenka o 180° (wysypany produkt rozpuszcza się w roztworze kwasu), otworzyć kurek i podstawić cylinder pomiarowy. Przy powolnym wypływie roztworu (krople) zamknąć kurek i lekko poruszać aparat ruchem kołowym trzymając za szlif części środkowej aparatu (nie chwytać za górną lub dolną część aparatu). Czynność mieszania powtarzać tak długo, aż z kurka wypłyną zaledwie 2 krople. Dalsze poruszanie aparatem jest niecelowe. Objętość roztworu soli kuchennej wypartej z aparatu odczytać z cylindra.

3.20.1.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość CO₂ ogólnego (x_{22}) wyrażoną w gramach, odpowiadającą opakowaniu jednostkowemu obliczyć wg wzoru

$$x_{22} = \frac{a \cdot 0,001977 \cdot d}{g} \quad (23)$$

w którym:

- a — objętość roztworu soli kuchennej wyparta z aparatu Tillmansa, cm³,
- d — masa opakowania jednostkowego, g,

g — masa produktu, g,
0,001977 — ilość CO₂ odpowiadająca 1 cm³ nasyconego roztworu soli kuchennej, g.

3.20.1.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.20.2. Oznaczanie zawartości dwutlenku węgla nieczynnego

3.20.2.1. Przyrządy

- Waga analityczna.
- Aparat Tillmansa.
- Suszarka elektryczna z termoregulacją.
- Łaźnia wodna z termoregulacją.
- Grzejnik elektryczny.
- Cylinder pomiarowy pojemności 10 i 25 cm³.

3.20.2.2. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a, roztwór 10-procentowy.
- Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- Kwas solny lub siarkowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

3.20.2.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki pierwotnej wydzielonej wg 2.2.1 odważyć na szkiełku zegarkowym około 0,5 g produktu z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do parowniczkę porcelanowej i dodać 50 cm³ wody destylowanej. Parowniczkę umieścić na grzejniku elektrycznym i ostrożnie ogrzewać, a następnie doprowadzić do wrzenia w ciągu 15 min. Następnie parowniczkę umieścić na łaźni wodnej i odparować do sucha. Pozostałość w parowniczkę zalać 5 cm³ roztworu amoniaku, ponownie odparować do sucha i suszyć w suszarce w ciągu 30 min w temperaturze 120°C. Następnie do parowniczkę z suchą pozostałością dodać 25 cm³ wody destylowanej i ilościowo przenieść do dolnej części aparatu Tillmansa. Czółenko aparatu napełnić roztworem kwasu solnego lub siarkowego i ostrożnie wsunąć do aparatu. Sprawdzić szczelność szlifów, otworzyć kurek w celu wyrównania ciśnienia i odczekać, aż roztwór przestanie wyciekać do podstawionej zlewki. Po zamknięciu kurka obrócić czółenko o 180°, otworzyć kurek i podstawić cylinder pomiarowy. Dalej postępować z aparatem jak w 3.20.1.5. Objętość roztworu soli kuchennej wypartej z aparatu odczytać z cylindra.

3.20.2.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość CO₂ nieczynnego (x_{23}) wyrażoną w gramach, odpowiadającą opakowaniu jednostkowemu obliczyć wg wzoru

$$x_{23} = \frac{a_1 \cdot 0,001977 \cdot d}{g} \quad (24)$$

Zawartość CO₂ nieczynnego (x_{24}) w przeliczeniu na NaHCO₃ wyrażoną w gramach, odpowiadającą opakowaniu jednostkowemu obliczyć wg wzoru

$$x_{24} = \frac{a_1 \cdot 0,001977 \cdot d}{g} \cdot 1,909 \quad (25)$$

Zawartość CO₂ czynnego (x_{25}) wyrażoną w gramach, odpowiadającą opakowaniu jednostkowemu obliczyć wg wzoru

$$x_{25} = \frac{a \cdot 0,001977 \cdot d}{g} - \frac{a_1 \cdot 0,001977 \cdot d}{g} \quad (26)$$

w których:

- a — objętość nasyconego roztworu soli kuchennej wyparta z aparatu Tillmansa, cm³ (wg oznaczania 3.20.1.5.),
- a_1 — objętość nasyconego roztworu soli kuchennej wyparta z aparatu Tillmansa, cm³ (wg oznaczania 3.20.2.3),
- d — masa opakowania jednostkowego, g,
- g — masa produktu, g,
- 0,001977 — ilość CO₂ odpowiadająca 1 cm³ nasyconego roztworu soli kuchennej, g,
- 1,909 — przelicznik na NaHCO₃.

3.20.2.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń. Wynik podać z dokładnością do 0,1 g.

3.21. Oznaczanie olejków eterycznych

3.21.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów przypraw korzennych.

3.21.2. Zasada metody polega na destylacji próbki z ksylenem w aparacie Derynga i oddzieleniu olejków w kalibrowanym odbieralniku.

3.21.3. Aparaty, przyrządy i materiały

- Waga analityczna.
- Aparat Derynga.
- Kolba kulista pojemności 500 cm³.
- Grzejnik elektryczny.
- Pumeks lub porcelanka.
- Pipeta pojemności 1 cm³.

3.21.4. Odczynniki. M-ksylen cz.d.a.

3.21.5. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć około 20,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g. Odważkę przenieść ilościowo do kolby, dodać 250 cm³ wody destylowanej, 0,3 cm³ ksylenu i porcelankę, dokładnie wymieszać. Kolbę podłączyć do aparatu, następnie odbieralnik napełnić wodą destylowaną, włączyć chłodzenie i prowadzić destylację w ciągu 3 h, licząc od momentu wrzenia zawartości kolby. Po zakończeniu destylacji wyłączyć chłodzenie, sprowadzić warstwę ksylenu-olejkową do kalibrowanego odbieralnika i po 30 min odczytać objętość olejku, odejmując 0,27 cm³ (objętość dodanego ksylenu).

3.21.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość olejków eterycznych (x_{26}) wyrażoną w procentach obj. w przeliczeniu na suchą masę produktu obliczyć wg wzoru

$$x_{26} = \frac{a \cdot 10\,000}{g \cdot (100 - W)} \quad (27)$$

w którym:

- a — objętość olejku, cm³,
- g — masa próbki, g,
- W — wilgotność produktu, %.

3.21.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą o $0,2 \text{ cm}^3$.

3.22. Oznaczanie zawartości cukrów metodą Lane-Eynona

3.22.1. Oznaczanie zawartości cukrów bezpośrednio redukujących (glukoza)

3.22.1.1. Zasada metody polega na redukcji znanej ilości miedzianu sodowo-potasowego do tlenku miedziawego za pomocą badanego roztworu cukru.

3.22.1.2. Aparatura i przyrządy

- Waga analityczna.
- Grzejnik elektryczny z siatką azbestową.
- Łaźnia wodna z termoregulacją.
- Biureta z bocznym kranem pojemności 50 cm^3 .
- Eksykator wg 3.8.1.3.
- Kolby pomiarowe pojemności 250 cm^3 .
- Kolby stożkowe pojemności $250 \div 300 \text{ cm}^3$.
- Pipety pojemności 1, 5, 10, 25 i 50 cm^3 .

3.22.1.3. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór Carreza I: 15-procentowy roztwór żelazocyjanku potasowego ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), cz.d.a.

b) Roztwór Carreza II: 30-procentowy roztwór siarczanu cynkowego ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), cz.d.a.

c) Roztwór Fehlinga I: odważyć 69,280 g siarczanu miedziowego ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), cz.d.a. i rozpuścić wodą destylowaną w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm^3 .

d) Roztwór Fehlinga II: 346,0 g winianu sodowo-potasowego ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), cz.d.a. rozpuścić w około 700 cm^3 wody destylowanej, 100,0 g wodorotlenku sodowego (NaOH cz.d.a.), rozpuścić w około 200 cm^3 wody destylowanej. Roztwory przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm^3 , dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

- Kwas solny cz.d.a., ($d = 1,19 \text{ g/cm}^3$).
- Tiosiarczan sodowy, cz.d.a., roztwór 0,1N.
- Błękit metylenowy cz., roztwór 1-procentowy.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1N.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.
- Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1-procentowy.
- Sacharoza cz.d.a.

3.22.1.4. Sprawdzanie roztworów Fehlinga

Sprawdzanie roztworu Fehlinga I. Do kolby stożkowej pojemności 200 cm^3 odmierzyć pipetą 5 cm^3 Fehlinga I, dodać 50 cm^3 wody destylowanej, 1 cm^3 roztworu kwasu siarkowego, 20 cm^3 roztworu jodku potasowego i miareczkować 0,1N roztworem tiosiarczanu sodowego wobec kilku kropli skrobi do zaniku barwy niebieskiej. 1 cm^3 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego odpowiada 24,968 mg siarczanu miedziowego.

Ścisłe określona zawartość siarczanu miedziowego w roztworze Fehlinga I warunkuje prawidłowość wyników oznaczania.

Sprawdzanie roztworów Fehlinga I i II (5 + 5). Na wadze analitycznej odważyć 0,6045 g sacharozy z dokładnością do 0,001 g uprzednio wysuszonej w ciągu 3 dni w eksykatorze. Odważkę przenieść ilościowo do kolby pojemności 250 cm^3 i rozpuścić w wodzie destylowanej do objętości 75 cm^3 , dodać 5 cm^3 kwasu solnego i przeprowadzić inwersję. Kolbę umieścić w gorącej łaźni wodnej, wstawić termometr i ogrzewać w temperaturze $68 \div 70^\circ\text{C}$ przez 5 min. Następnie kolbę z zawartością szybko ochłodzić strumieniem zimnej wody do temperatury 20°C i wyjąć termometr popłukując go wodą destylowaną. Roztwór zobojętnić wodorotlenkiem sodowym wobec kilku kropli oranżu metylenowego, dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Przygotowanym roztworem wzorcowym cukrów inwertowanych napełnić biuretę. Do kolby stożkowej odmierzyć pipetą po 5 cm^3 roztworów Fehlinga I i II, dodać z biurety 19 cm^3 roztworu wzorcowego i ogrzać do wrzenia utrzymując w stanie łagodnego wrzenia 2 min. Następnie dodać 2 krople błękitu metylenowego i utrzymując w stanie łagodnego wrzenia miareczkować roztworem wzorcowym do zaniku barwy niebieskiej i wystąpienia ciemnoceglastego zabarwienia (próba orientacyjna). Następnie do drugiej kolby stożkowej zawierającej po 5 cm^3 roztworów Fehlinga I i II dodać z biurety roztworu wzorcowego cukrów w ilości o $0,5 \text{ cm}^3$ mniejszej od ustalonej w próbie orientacyjnej. Zawartość kolby ogrzać do wrzenia, gotować 2 min, a następnie dodać 2 krople błękitu metylenowego utrzymując w stanie łagodnego wrzenia, miareczkować roztworem wzorcowym cukrów do zaniku barwy niebieskiej i wystąpienia ciemnoceglastego zabarwienia.

Jeżeli do zmiareczkowania roztworów Fehlinga I i II zużyto mniej lub więcej niż 20 cm^3 roztworu wzorcowego cukrów, należy obliczyć poprawkę K wg wzoru

$$K = \frac{20}{n} \quad (28)$$

w którym n — objętość wzorcowego roztworu cukrów inwertowanych zużytego do miareczkowania płynów Fehlinga I i II (5 + 5) cm^3 .

Wielkość poprawki powinna się mieścić w granicach $0,9 \div 1,1$. Przez wartość K należy pomnożyć każdorazowo liczbę cm^3 badanego roztworu cukru użytą do miareczkowania roztworów Fehlinga I i II (5 + 5).

3.22.1.5. Przygotowanie roztworu podstawowego. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć w zlewce około 10,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g (w przypadku lodów w proszku należy zastosować naważkę około 2,0 g), dodać 25 cm^3 wody destylowanej, ogrzać do temperatury 60°C mieszając pręcikiem szklanym do całkowitego rozpuszczenia się produktu (przy produktach zawierających skrobię należy ogrzewać do temperatury 30°C). Następnie zawartość zlewki ochłodzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3 , przeprowadzić odbiałczanie dodając po 7 cm^3 roztworów Carreza I i II (najpierw dodać roztwór Carreza I, a po 5 min roztwór Carreza II),

dopełnić wodą destylowaną do kreski, wymieszać i po 15 min roztwór przesączyć przez fałdowany sącdek do suchej kolby stożkowej.

3.22.1.6. Wykonanie oznaczenia. Klarownym roztworem podstawowym napełnić biuretę. Do kolby stożkowej odmierzyć pipetą po 5 cm³ roztworów Fehlinga I i II, dodać 15 cm³ roztworu podstawowego z biurety i ogrzać do wrzenia, utrzymując w stanie łagodnego wrzenia 2 min. Następnie dodać 2 krople błękitu metylenowego i utrzymując zawartość kolby w stanie łagodnego wrzenia miareczkować roztworem podstawowym do zaniku barwy niebieskiej i wystąpienia ciemnoceglastego zabarwienia (próba orientacyjna). Następnie do drugiej kolby stożkowej zawierającej po 5 cm³ roztworów Fehlinga I i II dodać z biurety roztworu podstawowego w ilości o 0,5 cm³ mniejszej od ustalonej w próbie orientacyjnej. Zawartość kolby ogrzać do wrzenia, gotować 2 min, a następnie dodać 2 krople błękitu metylenowego, utrzymując w stanie łagodnego wrzenia, miareczkować roztworem podstawowym do zaniku barwy niebieskiej i wystąpienia ciemnoceglastego zabarwienia.

3.22.1.7. Obliczanie wyniku oznaczenia. Zawartość cukrów bezpośrednio redukujących (glukoza) (x_{27}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_{27} = \frac{a \cdot 250}{g \cdot b \cdot 1000} \cdot 100 \quad (29)$$

w którym:

- a — zawartość cukrów bezpośrednio redukujących odczytana z tabl. 4, odpowiadająca ilości cm³ badanego roztworu zużytego do miareczkowania, mg,
- b — objętość badanego roztworu podstawowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- g — masa próbki, g.

Tablica 4. Obliczanie ilości cukrów metodą Lane-Eynona

Objętość roztworu zużytego do miareczkowania cm ³	Glukoza mg	Cukier inwertowany mg
15	49,1	50,5
16	49,2	50,6
17	49,3	50,7
18	49,3	50,8
19	49,4	50,8
20	49,5	50,9
21	49,5	51,0
22	49,6	51,0
23	49,7	51,1
24	49,8	51,2
25	49,8	51,2
26	49,9	51,3
27	49,9	51,4
28	50,0	51,4
29	50,0	51,5
30	50,1	51,5
31	50,2	51,6
32	50,2	51,6
33	50,3	51,7
34	50,3	51,7

cd. tabl. 4

Objętość roztworu zużytego do miareczkowania cm ³	Glukoza mg	Cukier inwertowany mg
35	50,4	51,8
36	50,4	51,8
37	50,5	51,9
38	50,5	51,9
39	50,6	52,0
40	50,6	52,0
41	50,7	52,1
42	50,7	52,1
43	50,8	52,2
44	50,8	52,2
45	50,9	52,3
46	50,9	52,3
47	51,0	52,4
48	51,0	52,4
49	51,0	52,5
50	51,1	52,5

3.22.1.8. Wynik końcowy oznaczenia. Za wynik przyjmując średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,3 cm³. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.22.2. Oznaczanie zawartości cukrów inwertowanych (ogółem)

3.22.2.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do oznaczania cukrów inwertowanych (ogółem) i sacharozy w koncentraty ciast, deserach, napojach, kremach do tortów itp., w których zawartość cukrów waha się w granicach 27 ÷ 84%.

3.22.2.2. Zasada metody polega na inwersji dwucukrów na cukry proste i redukcji znanej ilości miedziowianu sodowo-potasowego do tlenku miedziowego za pomocą badanego roztworu cukru.

3.22.2.3. Aparatura i przyrządy — wg 3.22.1.2.

3.22.2.4. Odczynniki i roztwory — wg 3.22.1.3.

3.22.2.5. Sprawdzanie roztworów Fehlinga I i II — wg 3.22.1.4.

3.22.2.6. Przygotowanie roztworu podstawowego i przeprowadzanie inwersji. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć w zlewce około 4,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g, dodać 25 cm³ wody destylowanej i dalej postępować wg 3.22.1.5. Do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ odmierzyć pipetą 50 cm³ roztworu podstawowego, dodać 5 cm³ kwasu solnego i przeprowadzić inwersję. Do kolby z roztworem podstawowym i kwasem solnym wstawić termometr, kolbę umieścić w gorącej łaźni wodnej i ogrzewać w temperaturze 68 ÷ 70°C przez 5 min. Następnie zawartość kolby szybko ochłodzić do temperatury 20°C, roztwór zobojętnić wodorotlenkiem sodowym wobec kilku kropli oranżu metylenowego, wyjąć termometr, popłukać go wodą destylowaną, dopełnić do kreski, wymieszać i przesączyć.

W przypadku oznaczania cukrów inwertowanych w lodach w proszku należy do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ pobrać 50 cm³ roztworu podstawowego przygotowanego wg 3.22.1.5, dodać 5 cm³ kwasu solnego i przeprowadzić inwersję.

3.22.2.7. Wykonanie oznaczania. Klarownym roztworem cukrów inwertowanych napełnić biuretę. Do kolby stożkowej odmierzyć pipetą po 5 cm³ roztworów Fehlinga I i II i dalej postępować wg 3.22.1.6.

3.22.2.8. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość cukrów inwertowanych ogółem (x_{28}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_{28} = \frac{a_1 \cdot 250 \cdot v}{g \cdot 50 \cdot c \cdot 1000} \cdot 100 \quad (30)$$

w którym:

a_1 — zawartość cukrów inwertowanych odczytana z tabl. 4, odpowiadająca ilości cm³ badanego roztworu zużytego do miareczkowania, mg,

c — objętość badanego roztworu zużytego do miareczkowania, cm³,

g — masa próbki, g,

v — objętość kolby pomiarowej, cm³.

3.22.2.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjmując średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2 cm³. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.22.3. Obliczanie zawartości sacharozy w lodach w proszku. Zawartość sacharozy w lodach w proszku (x_{29}) obliczyć z różnicy zawartości cukrów inwertowanych (ogółem) i cukrów bezpośrednio redukujących przy zastosowaniu współczynnika 0,95.

$$x_{29} = (x_{28} - x_{27}) \cdot 0,95 \quad (31)$$

w której:

x_{27} — zawartość cukrów bezpośrednio redukujących oznaczonych wg 3.22.1,

x_{28} — zawartość cukrów inwertowanych (ogółem) oznaczonych wg 3.22.2,

0,95 — współczynnik przeliczeniowy na sacharozę.

3.23. Oznaczanie zawartości cukrów metodą Schoorla—Regenboga

3.23.1. Oznaczanie zawartości cukrów bezpośrednio redukujących (glukoza)

3.23.1.1. Zasada metody polega na redukcji siarczanu miedziowego do siarczanu miedziawego, i odmiareczkowaniu nadmiaru 0,1N tiosiarczanem sodowym.

3.23.1.2. Aparatura i przyrządy — wg 3.22.1.2.

3.23.1.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

b) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy (świeżo przyrządzony).

c) Pozostałe odczynniki i roztwory wg 3.22.1.3.

3.23.1.4. Sprawdzanie roztworów Fehlinga I i II — wg 3.22.1.4.

3.23.1.5. Przygotowanie roztworu podstawowego. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć w zlewce około 3,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g, dodać 25 cm³ wody destylowanej, ogrzać do temperatury 60°C mieszając pręcikiem szklanym do całkowitego rozpuszczenia się produktu (przy produktach zawierających skrobię należy ogrzać do temperatury 30°C). Następnie zawartość zlewki ochłodzić, prze-

nieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ i przeprowadzić odbiałczanie. Dalej postępować wg 3.22.1.5.

3.23.1.6. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej odmierzyć pipetą 10 cm³ klarownego roztworu podstawowego przygotowanego wg 3.23.1.5, dodać po 10 cm³ roztworów Fehlinga I i II i 20 cm³ wody destylowanej. Ogrzać do wrzenia, utrzymując w stanie łagodnego wrzenia 2 min. Następnie zawartość kolby szybko ochłodzić do temperatury około 20°C i dodać 10 cm³ roztworu jodku potasowego, 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego i miareczkować wydzielony jod 0,1N roztworem tiosiarczanu sodowego do zmiany zabarwienia, następnie dodać 3 cm³ roztworu skrobi i nadal miareczkować do zaniku niebieskiego zabarwienia.

W tych samych warunkach bez dodatku roztworu cukru wykonać próbę odczynnikową.

Od końcowego wyniku miareczkowania próby odczynnikowej należy odjąć ilość cm³ 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytą do miareczkowania próbki badanej.

3.23.1.7. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość cukrów bezpośrednio redukujących — glukozy (x_{30}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_{30} = \frac{a \cdot 250}{g \cdot 10 \cdot 1000} \cdot 100 \quad (32)$$

w którym:

a — zawartość cukrów bezpośrednio redukujących odczytana z tabl. 5, mg,

g — masa produktu, g.

Tablica 5. Obliczanie ilości cukrów metodą Schoorla—Regenboga

Ilość 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego cm ³	Ilość glukozy mg	Ilość sacharozy mg
1	3,2	3,1
2	6,3	6,2
3	9,4	9,7
4	12,6	12,4
5	15,9	15,6
6	19,2	18,6
7	22,4	22,0
8	25,6	25,2
9	28,9	28,4
10	32,3	31,7
11	35,7	35,0
12	39,0	38,3
13	42,4	41,6
14	45,8	44,9
15	49,3	48,2
16	52,8	51,6
17	56,3	55,1
18	59,8	58,7
19	63,3	62,3
20	66,9	65,9
21	70,7	69,6
22	74,5	73,3
23	78,5	77,1
24	82,6	80,9
25	86,6	84,7

3.23.1.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5 cm³. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.23.2. Oznaczanie zawartości sacharozy metodą Schoorla-Regenboga

3.23.2.1. Zasada oznaczania polega na inwersji dwucukrów na cukry proste, redukcji siarczanu miedziowego do siarczanu miedziawego i odmiareczkowaniu nadmiaru 0,1N tiosiarczanem sodowym.

3.23.2.2. Aparatura i przyrządy — wg 3.22.1.2.

3.23.2.3. Odczynniki i roztwory

- a) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.
- b) Pozostałe odczynniki i roztwory wg 3.22.1.3.

3.23.2.4. Sprawdzanie roztworów Fehlinga I i II — wg 3.22.1.4.

3.23.2.5. Przygotowanie roztworu podstawowego i przeprowadzanie inwersji. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć w zlewce około 3,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g, dodać 25 cm³ wody destylowanej i dalej postępować wg 3.23.1.5. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć pipetą 50 cm³ roztworu podstawowego, dodać 5 cm³ kwasu solnego i przeprowadzić inwersję. Do kolby z roztworem podstawowym i kwasem solnym wstawić termometr. Kolbę umieścić w gorącej łaźni wodnej i ogrzewać w temperaturze 68 ÷ 70°C przez 5 min. Następnie zawartość kolby szybko ochłodzić do temperatury 20°C, zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego wobec kilku kropli fenoloftaleiny, wyjąć termometr, dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

3.23.2.6. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pobrać pipetą 10 cm³ roztworu cukrów inwertowanych, dodać po 10 cm³ roztworów Fehlinga I i II, 20 cm³ wody destylowanej, ogrzać do wrzenia i dalej postępować wg 3.23.1.5. W tych samych warunkach bez dodatku roztworu cukru wykonać próbę odczynnikową. Od końcowego wyniku miareczkowania próby odczynnikowej odjąć ilość cm³ 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytą do miareczkowania próby badanej.

3.23.2.7. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość sacharozy (x_{31}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_{31} = \frac{a \cdot 250 \cdot 100}{g \cdot 50 \cdot 10 \cdot 1000} \cdot 100 \quad (33)$$

w którym:

- a — zawartość sacharozy odczytana z tabl. 5, mg,
 g — masa produktu, g.

3.23.2.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5 cm³. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.24. Oznaczanie sacharozy metodą refraktometryczną

3.24.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów napojów w postaci syropów.

3.24.2. Zasada oznaczania polega na bezpośrednim odczycie procentowej zawartości sacharozy na podziałce pomiarowej refraktometru.

3.24.3. Aparatura

- a) Refraktometr o skali cukrowej typu RL lub Abbego.
- b) Ultratermostat.
- c) Płytką wzorcowa ze szkła optycznego.

3.24.4. Ciecze wzorcowe. Do sprawdzania prawidłowości wskazań oraz do regulacji refraktometru zgodnie z Zarządzeniem Prezesa Polskiego Komitetu Normalizacji i Miar z dnia 22 grudnia 1976 r. należy stosować:

- a) Toluen cz.d.a.
- b) 2,2,4-trójmetylopentan.

3.24.5. Wykonanie oznaczania. Refraktometr sprawdzić za pomocą cieczy wzorcowej wg 3.23.3.4, wyregulować zgodnie z instrukcją i podłączyć do ultratermostatu. Powierzchnię pryzmatów oczyścić miękką i czystą ściereczką.

Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 nanieść na ustawioną poziomo płaszczyznę pryzmatu pomiarowego 2 ÷ 3 krople badanego roztworu, zamknąć pryzmat i ustawić obraz podziałki na wyraźne widzenie linii granicznej pola jasnego i ciemnego. Odczyt wykonać w temperaturze 20°C.

3.24.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość sacharozy (x_{32}) odczytać w procentach bezpośrednio z podziałki refraktometru.

3.24.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2%. Wynik podać z dokładnością do 0,1%.

3.25. Oznaczanie zawartości tłuszczu

3.25.1. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Weibulla Stoldta (metoda odwoławcza)

3.25.1.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do lodów w proszku jako metodę odwoławczą przy zastosowaniu do ekstrakcji aparatu Soxhleta oraz jako metodę techniczną przy zastosowaniu do ekstrakcji zestawu wg Gräfe'go lub Butta.

3.25.1.2. Zasada metody polega na uwolnieniu tłuszczu poprzez hydrolizę białek i węglowodanów za pomocą kwasu solnego, ekstrakcji eterem naftowym i wagowym oznaczeniu wyciągu eterowego.

3.25.1.3. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Waga analityczna.
- b) Aparaty ekstrakcyjne — wg Soxhleta z kolbami pojemności 250 cm³, wg Gräfe'go lub Butta z kolbami pojemności 100 ÷ 250 cm³.
- c) Łaźnia wodna z termoregulacją.
- d) Grzejnik elektryczny.
- e) Suszarka elektryczna z termoregulacją wg 3.8.1.3.
- f) Suszarka próżniowa wg 3.8.4.2.
- g) Eksykator wg 3.8.1.3.
- h) Kolba stożkowa ze szlifem pojemności 250 cm³.
- i) Chłodnica zwrotna kulkowa.
- j) Wata i gilza.
- k) Szkiełko zegarkowe.
- l) Pumeks lub porcelanka.

Wagę i gilzę wyekstrahować eterem naftowym w ciągu 6 h, wysuszyć w suszarce i przechowywać w szczelnie zamkniętym słoiku.

3.25.1.4. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz., roztwór 4N.
- b) Eter naftowy świeżo przedestylowany (frakcja 40 ÷ 60°C).
- c) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

3.25.1.5. Wykonanie oznaczania

a) Hydroliza. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do kolby stożkowej około 5,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g. Próbkę zalać 100 cm³ roztworu kwasu solnego i dodać kilka granulki pumeksu lub porcelanki. Kolbę połączyć z chłodnicą i ogrzewać na grzejniku utrzymując w stanie łagodnego wrzenia przez 15 min. Następnie przemyć chłodnicę 100 cm³ gorącej wody destylowanej i wlać do kolby z próbką. Po ochłodzeniu zawartość kolby przenieść ilościowo na karbowany sączonek uprzednio zwilżony wodą destylowaną. Pozostałość na sączku przemywać ciepłą wodą do zaniku reakcji na chlorki. Następnie sączonek wraz z zawartością umieścić na szkiełku zegarkowym i suszyć przez 2 h w suszarce o temperaturze 105°C. Wysuszony sączonek przenieść do gilzy wykonanej z bibuły, szkiełko zegarkowe wytrzeć watą zwilżoną eterem i włożyć do gilzy.

b) Ekstrakcja. Gilzę po szczelnym zamknięciu umieścić w aparacie Soxhleta połączonym z wytarowaną kolbą. Do kolby nalać około 100 cm³ eteru naftowego, ekstrakt połączyć z chłodnicą i ekstrahować na wrzącej łaźni wodnej przez 6 h przy szybkości przelewów co 10 min. Przy zastosowaniu do ekstrakcji aparatu Puzanova lub Butta ekstrakcję prowadzić przez 4 h przy szybkości skraplania 5 ÷ 7 kropli/min. Po zakończeniu ekstrakcji eter naftowy oddestylować, a kolbę z wyekstrahowanym tłuszczem wstępnie wysuszyć w suszarce próżniowej w temperaturze 70°C (ciśnienie około 6670 Pa), a następnie suszyć w suszarce w temperaturze 105°C przez 1 h. Po ochłodzeniu kolby w eksykatorze zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.25.1.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu (x_{33}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_{33} = \frac{b - a}{g} \cdot 100 \quad (34)$$

w którym:

- a — masa pustej kolby, g,
- b — masa kolby z wyekstrahowanym tłuszczem, g,
- g — masa próbki, g.

3.25.1.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjmując średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2 przy metodzie odwoławczej, oraz nie więcej niż o 0,3 przy metodzie technicznej. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

3.25.2. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Grebera (metoda techniczna)

3.25.2.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do lodów w proszku.

3.25.2.2. Zasada metody polega na rozpuszczeniu substancji tłuszczowych w kwasie siarkowym, wydzieleniu tłuszczu przez wirowanie i określeniu jego zawartości ze skali tłuszczomierza.

3.25.2.3. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Wirówka Gerbera.
- c) Łaźnia wodna z termoregulacją.
- d) Tłuszczomierz Gerbera.

3.25.2.4. Odczynniki

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. ($d = 1,84 \text{ g/cm}^3$).
- b) Alkohol izoamyłowy cz.d.a. ($d = 0,815 \text{ g/cm}^3$).

3.25.2.5. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć około 2,5 g produktu z dokładnością do 0,001 g i przenieść ilościowo do tłuszczomierza, do którego uprzednio odmierzyć: 10 cm³ kwasu siarkowego, 8 cm³ wody destylowanej, 1 cm³ alkoholu izoamyłowego. Tłuszczomierz szczelnie zamknąć gumowym korkiem i dokładnie wymieszać w celu rozpuszczenia próbki w warstwie wodno-alkoholowej. Następnie tłuszczomierz wstawić do łaźni wodnej i ogrzewać w temperaturze 65 ÷ 70°C w ciągu 30 min (zawartość tłuszczomierza powinna znajdować się poniżej poziomu wody). W czasie ogrzewania tłuszczomierz kilkakrotnie wstrząsnąć do całkowitego rozpuszczenia się produktu. Następnie tłuszczomierz wyjąć z łaźni wodnej, umieścić w wirówce Gerbera i wirować w ciągu 5 min przy obrotach 1000/min. Po zakończeniu wirowania tłuszczomierz ponownie wstawić do łaźni wodnej na 5 min i następnie regulując poziom podziałki zerowej za pomocą korka, odczytać ze skali zawartość tłuszczu.

3.25.2.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu (x_{34}) w procentach odczytać na skali tłuszczomierza wg menisku dolnego.

3.25.2.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjmując średnią arytmetyczną odczytów dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5. Wynik podać z dokładnością do 0,1%.

3.26. Oznaczanie zawartości arsenu i małych zawartości arsenu. Oznaczanie zawartości arsenu — wg PN-59/A-04010, a oznaczanie małych zawartości arsenu — wg PN-81/C-04511.

3.27. Oznaczanie zawartości cynku — wg PN-59/A-04013.

3.28. Oznaczanie zawartości cyny — wg PN-80/A-04014.

3.29. Oznaczanie zawartości miedzi — wg PN-80/A-04012.

3.30. Oznaczanie zawartości ołowiu — wg PN-80/A-04011.

3.31. Oznaczanie zawartości kwasu benzoowego — wg PN-62/A-04016.

3.32. Oznaczanie zawartości kwasu sorbowego — wg PN-64/A-04017.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zjednoczenie Przemysłu Koncentratów Spożywczych, Poznań.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/8133-03

Wprowadzono:

- a) oznaczanie zanieczyszczeń ferromagnetycznych,
- b) oznaczanie zawartości wody w temperaturze 130°C w ciągu 1 h,
- c) oznaczanie zawartości wody w temperaturze 105°C w ciągu 2 h,
- d) oznaczanie wartości pH,
- e) oznaczanie stopnia spienienia,
- f) oznaczanie zawartości chlorku sodowego,
- g) oznaczanie zawartości sacharozy metodą refraktometryczną,
- h) oznaczania zawartości tłuszczu,
- i) wzór na obliczanie etylowaniliny,
- j) wzór na obliczanie cukrów inwertowanych (ogółem),
- k) wzory na obliczanie kwasowości.

3. Normy i dokumenty związane

PN-59/A-04010 Artykuły żywnościowe. Oznaczanie zawartości arsenu
PN-80/A-04011 Produkty spożywcze. Oznaczanie zawartości ołowiu
PN-80/A-04012 Produkty spożywcze. Oznaczanie zawartości miedzi
PN-59/A-04013 Artykuły żywnościowe. Oznaczanie zawartości cynku

PN-80/A-04014 Produkty spożywcze. Oznaczanie zawartości cyny

PN-62/A-04016 Oznaczanie zawartości kwasu benzoowego

PN-64/A-04017 Oznaczanie zawartości kwasu sorbowego

PN-66/A-04020 Analiza sensoryczna. Zasady ogólne

PN-65/A-04021 Artykuły żywnościowe. Metody sprawdzania wrażliwości sensorycznej w zakresie smaku i wężu

PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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

PN-73/N-03009 Statystyczna kontrola jakości. Metoda wyznaczania liczby próbek jednostkowych i pierwotnych

BN-72/8130-01 Koncentraty spożywcze. Pakowanie, przechowywanie, transport. Wymagania podstawowe

Zarządzenie Prezesa Polskiego Komitetu Normalizacji i Miar z dnia 22 grudnia 1976 r. (Dz. Norm. i Miar nr 28)

4. Autorzy projektu normy — dr inż. Janina Sułkowska, mgr inż. Lidia Chałampowicz — Centralne Laboratorium Przemysłu Koncentratów Spożywczych, Poznań.

5. Wydanie 2 stan aktualny: październik 1983 — uaktualniono normy związane oraz zmieniono grupę katalogową.