

|                                    |  |                       |
|------------------------------------|--|-----------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>SPOŻYWCZEGO | N O R M A   B R A N Ż O W A  | BN-82                 |
|                                    | Wyroby cukiernicze trwałe<br>Oznaczanie zawartości<br>łuski kakaowej | 8090-14               |
|                                    |  |                       |
|                                    |  | Grupa katalogowa 1242 |

## 1. WSTĘP

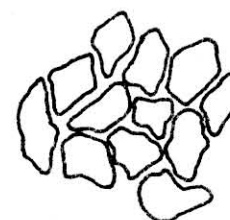
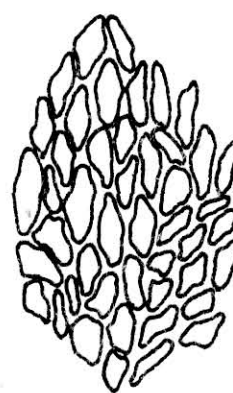
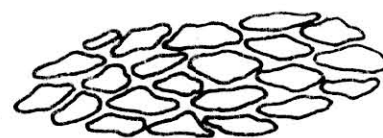
**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest metoda mikroskopowa oznaczania zawartości łuski w produktach z ziarna kakaowego.

**1.2. Zakres stosowania metody.** Metodę należy stosować do określania zawartości łuski w ziarnie kakaowym, śrucie kakaowej, miazdze kakaowej, półproduktach przerobu ziarna kakaowego.

### 1.3. Określenia

**1.3.1. Łuska kakaowa.** Nieprzydatna do celów spożywczych część ziarna kakaowego, otaczająca jądro ziarna.

**1.3.2. Komórki kamienne.** Charakterystyczne dla łuski kakaowej komórki nie występujące w pozostałych częściach ziarna. Występują zwykle w ugrupowaniach składających się z dwu lub więcej komórek. Kształt komórek jest wielokątny, przeważnie czworokątny, ogólnie nieregularny. Wielkość ich waha się w granicach  $10 \div 40 \mu\text{m}$ . Ścianki zewnętrzne komórek mają grubość  $2 \div 3,5 \mu\text{m}$  (rysunek).



BN-82/8090-14

## 2. METODA BADANIA

**2.1. Zasada metody** polega na liczeniu komórek kamiennych w próbce metodą mikroskopową i przeliczeniu na zawartość łuski.

### 2.2. Aparatura i przyrządy

- Moździerz.
- Sito o średnicy oczek 0,25 mm.
- Wirówka elektryczna o 5000 obr/min.
- Sito o średnicy 120 mm i średnicy oczek 60  $\mu\text{m}$ .
- Pędzel płaski do przesiewania przez sito.
- Waga analityczna.
- Kolby Philipsa pojemności 200 cm<sup>3</sup> z doszlifowaną powietrzną chłodnicą zwrotną o długości minimum 1 m.
- Waga techniczna.
- Buteleczki ze szlifowanym korkiem.
- Eksykator.
- Aparat Soxleta pojemności 200  $\div$  300 cm<sup>3</sup>.
- Suszarka elektryczna z termoregulacją.

Najczęściej spotykane kształty komórek kamiennych

m) Mikroskop.

n) Mieszadło magnetyczne.

o) Szkiełka podstawowe o wymiarach 75  $\times$  38 mm liniowane w odstępach 0,5 mm wzdłuż krawędzi 75 mm na całej długości i szkiełka nakrywkowe o wymiarach 33  $\times$  33  $\times$  0,2 mm lub szkiełka podstawowe o wymiarach 76  $\times$  26 mm i szkiełka nakrywkowe o wymiarach 18  $\times$  18  $\times$  0,2 mm.

### 2.3. Odczynniki

a) Eter naftowy.

b) Odczynnik Belluciego: kwas octowy 36 cz.obj., kwas azotowy (1,4) 5 cz. obj., woda 9 cz.obj.

c) Wodny roztwór gliceryny: gliceryna 3 cz.obj., woda 2 cz.obj.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przedsiębiorstw Przemysłu Cukierniczego  
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przedsiębiorstw Przemysłu Cukierniczego dnia 27 maja 1982 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 grudnia 1982 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1982 poz. 29)

## 2.4. Pobieranie i przygotowanie próbki do analizy

**2.4.1. Pobieranie próbki do analizy.** Próbki ziarna kakaowego należy pobierać wg BN-78/8191-07, pozostałych — wg PN-73/A-74858.

**2.4.2. Przygotowanie próbki do analizy.** Pobraną próbkę należy rozdrobnić. Ziarno kakaowe i śrutę kakaową należy zemleć i przesiać przez sito o średnicy oczek 0,25 mm. Masę czekoladową, kuwerturę, miążgę kakaową i kuch kakaowy należy utrzyć na tarce lub zeszkrobać nożem w postaci wiórków. Następnie próbkę należy odtłuścić metodą Soxhleta wg PN-71/A-88021. Odtłuszczoną próbkę wysuszyć do stałej masy i rozdrobnić poprzez ucieranie w moździerzu i przesiewanie przez sito o prześwicie oczek równym 60 μm do momentu, aż cała ilość przejdzie przez sito. Przesiewać za pomocą płaskiego pędzla.

## 2.5. Wykonanie oznaczania

**2.5.1. Przygotowanie preparatu mikroskopowego.** Do czystej i suchej kolby Philipsa odważyć 0,5 g odtłuszczonej, wysuszonej próbki z dokładnością do 0,0001 g. Odmierzyć 50 cm<sup>3</sup> odczynnika Belluciego z czego 30 cm<sup>3</sup> dodać do kolby z badaną próbką i wymieszać pręcikiem szklanym do uzyskania jednorodnej mieszaniny. Pozostałą ilością odczynnika Belluciego spłukać ścianki kolby i pręcik. Zawartość kolby utrzymywać przez 10 min w stanie łagodnego wrzenia pod chłodnicą powietrzną często mieszając poprzez ostrożne poruszanie kolbą ruchem kulistym. Przenieść ilościowo zawartość kolby do uprzednio zważonej z dokładnością do 0,01 g probówki wirówkowej. Odwirowanie przeprowadzić w ciągu 10 min przy 5000 obr/min. Ciecz z nad osadu ostrożnie dekantować i odrzucić. Probówkę napełnić do <sup>3</sup>/<sub>4</sub> wysokości wodą, dokładnie wymieszać pręcikiem szklanym zawartość probówki, spłukać pręcik, odwirować i dekantować jak poprzednio. Przemycanie osadu wodą wykonać trzykrotnie. Następnie dodać pipetą wodny roztwór gliceryny w takiej ilości, aby masa osadu wraz z roztworem gliceryny wynosiła 20 ± 0,03 g i dokładnie wymieszać. Zawartość probówki przenieść całkowicie do suchej buteleczki ze szlifowanym korkiem i pozostawić na 5 ÷ 10 min, aż przestaną wydzielać się pęcherzyki powietrza.

**2.5.2. Wykonanie pomiaru.** Zważyć szkiełko podstawowe i nakrywkowe razem z dokładnością do 0,0001 g. Preparat w buteleczce dokładnie wymieszać mieszadłem magnetycznym przy najwyższych obrotach. Na środek szkiełka podstawowego przenieść kroplę preparatu za pomocą pręcika szklanego, na kroplę nałożyć szkiełko nakrywkowe i całość zważyć z dokładnością do 0,0001 g. Masa kropli powinna wynosić 0,0020 ÷ 0,0050 g. Preparat umieścić pod mikroskopem i prze-

glądać przy powiększeniu 100×, a przy powiększeniu 500-krotnym liczyć komórki kamienne całe, pojedyncze i w grupach oraz części większe lub równe połowie komórki. Liczenie komórek należy wykonać 6 razy, za każdym razem naważając nową kroplę.

## 2.6. Obliczenie wyniku oznaczania

a) ilość próbki ( $Z$ ) jako suchej masy beztłuszczowej znajdującej się w jednej kropli obliczyć w mg wg wzoru

$$Z = \frac{W \cdot D}{L} \quad (1)$$

w którym:

$W$  — naważka próbki odtłuszczonej i wysuszonej,

$D$  — masa kropli,

$L$  — masa całego preparatu,

b) liczbę komórek ( $X$ ) w 1 mg próbki odtłuszczonej i wysuszonej obliczyć w szt/mg wg wzoru

$$X = \frac{C}{Z} \quad (2)$$

w którym:  $C$  — liczba komórek kamiennych w jednej kropli preparatu,

c) średnią liczbę komórek kamiennych ( $X$ ) w 1 mg próbki odtłuszczonej i wysuszonej obliczyć w sztukach na 1 mg wg wzoru

$$X = \frac{\sum X}{6} \quad (3)$$

d) ilość łuski ( $S$ ) w próbce odtłuszczonej i wysuszonej obliczyć w procentach wg wzoru

$$S = \frac{X}{128} \quad (4)$$

w którym  $\frac{1}{128}$  współczynnik empiryczny,

e) ilość łuski ( $Sn$ ) w próbce pierwotnej obliczyć w procentach wg wzoru

$$Sn = S \cdot \frac{G}{100} \quad (5)$$

w którym:  $G$  — zawartość substancji bezwodnej i beztłuszczowej w próbce, %.

**2.7. Dopuszczalna różnica między wynikami.** Wyniki dwóch równoległych oznaczeń nie mogą się różnić między sobą więcej niż o 0,6 % przy zawartości łuski od 0 do 20 %. Przy wyższych zawartościach łuski dokładność metody maleje i należy sporządzać preparaty o większym rozcieńczeniu.

**2.8. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń w równoległe sporządzonych preparatach mikroskopowych.

K O N I E C

## INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zjednoczenie Przedsiębiorstw Przemysłu Cukierniczego.

### 2. Normy i dokumenty związane

PN-73/A-74858 Wyroby cukiernicze trwałe. Pobieranie próbek

PN-71/A-88021 Wyroby cukiernicze trwałe. Oznaczanie zawartości tłuszczu

BN-78/8191-07 Ziarno kakaowe. Pobieranie próbek. Metody badań. Łukaszewicz A. Madej M. Kwiatkowska M.: Opracowanie metody oznaczania łuski kakaowej w miążdze kakaowej, masach czekoladowych i proszku kakaowym, Gdańsk: 1976.

3. Autor projektu normy — mgr inż. Danuta Kwapińska-Koronowicz.