

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-81
	Koncentraty obiadowe	8131-03
	Pobieranie próbek i metody badań	Zamiast BN-70/8131-03
		Grupa katalogowa 1259

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. Sprawdzanie obecności szkodników żywnościowych i ich pozostałości
- 3.4. Sprawdzanie średniej masy netto opakowań jednostkowych
- 3.5. Sprawdzanie obecności zanieczyszczeń mechanicznych
- 3.6. Oznaczanie zawartości wody
- 3.7. Oznaczanie zawartości chlorku sodowego metodą Mohra
- 3.8. Oznaczanie zawartości tłuszczu
- 3.9. Oznaczanie zawartości azotu metodą Kjeldahla
- 3.10. Oznaczanie wartości kalorycznej
- 3.11. Oznaczanie zawartości popiołu ogólnego
- 3.12. Oznaczanie zawartości substancji mineralnych nierozpuszczalnych w 10-procentowym HCl
- 3.13. Oznaczanie zawartości arsenu
- 3.14. Oznaczanie zawartości ołowiu
- 3.15. Oznaczanie zawartości miedzi
- 3.16. Oznaczanie zawartości cynku
- 3.17. Oznaczanie zawartości cyny

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pobieranie próbek i metody badań koncentratów obiadowych.

1.2. Rodzaje metod badań

- sprawdzanie opakowania i znakowania,
- badania organoleptyczne,
- sprawdzanie obecności szkodników żywnościowych i ich pozostałości,
- sprawdzanie średniej masy netto opakowań jednostkowych,
- sprawdzanie obecności zanieczyszczeń mechanicznych,
- oznaczanie zawartości wody,
- oznaczanie zawartości chlorku sodowego,
- oznaczanie zawartości tłuszczu,
- oznaczanie zawartości azotu i białka,

- oznaczanie wartości kalorycznej,
- oznaczanie zawartości popiołu ogólnego,
- oznaczanie zawartości substancji mineralnych nierozpuszczalnych w 10 % HCl,
- oznaczanie zawartości arsenu,
- oznaczanie zawartości cynku,
- oznaczanie zawartości cyny,
- oznaczanie zawartości miedzi,
- oznaczanie zawartości ołowiu.

1.3. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie pobierania próbek, badań organoleptycznych i fizykochemicznych koncentratów obiadowych znajdujących się w produkcji i obrocie.

1.4. Określenia

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

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Koncentratów Spożywczych
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Koncentratów Spożywczych dnia 12 czerwca 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar 15/1981 poz. 64)

1.4.2. opakowanie jednostkowe — opakowanie zawierające bezpośrednio porcje produktu (np. kostka, pudełko, torba papierowa), powtarzające się jako część partii.

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

1.4.4. próbka pierwotna — próbka pobierana jednocześnie 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 przeciętną jakość partii koncentratu obiadowego, przeznaczona do badań organoleptycznych i fizykochemicznych, opakowana i przechowywana w sposób zapewniający jej niezmienność.

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 PRZECHOWYWANIE 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 przez oględziny lub na podstawie dokumentów tożsamość partii zgodną z określeniem wg 1.4.1.

2.1.4. Stan opakowań transportowych przeznaczonych do pobierania próbek. Próbkę należy pobierać tylko z oryginalnych i nieuszkodzonych 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 obiadowych należy wybrać z różnych miejsc, zależnie od wielkości partii, liczbę opakowań transportowych i jednostkowych wg tabl. 1.

2.2.2. Sposób pobierania próbek pierwotnych

2.2.2.1. Koncentraty obiadowe w opakowaniach jednostkowych poniżej 500 g. Z każdego wybranego wg 2.2.1 opakowania transportowego należy pobrać z różnych miejsc jednakową liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 1.

2.2.2.2. Koncentraty w opakowaniach jednostkowych 501 ÷ 20000 g. Z każdego wybranego wg 2.2.1 opakowania transportowego (torby) należy pobrać szufelką lub zgłębnikiem odpowiednią liczbę próbek wg tabl. 1. Zgłębnik wprowadzić ukośnie do dna torby wzdłuż jednej przekątnej, a następnie również ukośnie, lecz na krzyż wzdłuż drugiej przekątnej. Uzyskane próbki zsytać i wymieszać w celu uzyskania próbki ogólnej.

Przy badaniach na obecność żywych roztoczy (rozkuszki), próbki należy pobrać z warstwy górnej o grubości nie przekraczającej 5 cm, licząc od powierzchni torby.

Próbki umieścić w oddzielnych, czystych, szczelnych naczynkach i badać każdą próbkę oddzielnie.

2.3. Przygotowanie próbek do badań

2.3.1. Próbka do sprawdzenia jakości opakowania, znakowania opakowań jednostkowych i transportowych oraz próbka do sprawdzenia obecności oprzędów moli. Próbkę do sprawdzenia opakowania i znakowania stanowią wszystkie opakowania transportowe i opakowania jednostkowe pobrane wg 2.2.1. Próbkę do sprawdzenia obecności oprzędów moli stanowią wszystkie pobrane wg 2.2.1 opakowania jednostkowe.

2.3.2. Próbka do sprawdzania obecności szkodników żywnościowych, ich pozostałości oraz zanieczyszczeń mechanicznych. Próbkę do sprawdzenia obecności szkodników żywnościowych, ich pozostałości oraz zanieczyszczeń mechanicznych stanowią wszystkie opakowania transportowe i opakowania jednostkowe wydzielone wg 2.2.1. jako próbki pierwotne.

2.3.3. Próbka do sprawdzenia masy netto. Z partii produktu w opakowaniach jednostkowych do 200 g należy pobrać z próbki ogólnej 10 opakowań jednostkowych. Z partii produktu w opakowaniach jednostkowych 201 ÷ 5000 g pobrać co najmniej 5 opakowań jednostkowych, a z partii produktu w opakowaniach jednostkowych 5001 ÷ 20000 g pobrać co najmniej 2 opakowania jednostkowe.

Tablica 1

Liczba opakowań transportowych w partii sztuk	Liczba opakowań transportowych do pobierania próbek sztuk	Ogólna liczba próbek pierwotnych jaką należy pobrać z opakowań transportowych				
		Opakowania jednostkowe				
		do 50 g	51 ÷ 200 g	201 ÷ 500 g	501 ÷ 5000 g	5001 ÷ 20000 g
do 10	3	15	12	7	3	2
11 ÷ 100	4	20	16	10	4	3
101 ÷ 250	6	24	18	12	6	4
251 ÷ 500	7	28	21	15	7	5
powyżej 500	7+1	28+1	21+1	15+1	7+1	5+1

z każdego następnego rozpoczętych 500 sztuk opakowań transportowych

2.3.4. Próbką do badań organoleptycznych. Próbkę do badań organoleptycznych stanowią co najmniej 2 opakowania jednostkowe do 200 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 200 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 i w postaci kostek. Próbki pierwotne pobrane wg 2.2.1 rozpakować, a kostki rozkruszyć, zsypać na gładką i czystą powierzchnię, dokładnie wymieszać, usypać stożek, rozpląszyć 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 o konsystencji past. Próbki pierwotne, pobrane wg 2.2.1, po rozpakowaniu umieścić w czystym moździerzu porcelanowym, dokładnie rozetrzeć i wymieszać. Podobnie należy postępować w przypadku koncentratów składających się z dwóch składników (pastowatych i sypkich). Tak przygotowaną próbkę wyłożyć na gładką i czystą powierzchnię, wymieszać za pomocą czystej łopaty, podzielić na cztery części i dalej postępować jak w 2.3.5.1.

2.3.5.3. Wielkość średniej próbki laboratoryjnej. Wielkość średniej próbki laboratoryjnej dla koncentratów w postaci sypkiej i pastowatej powinna wynosić co najmniej 200 g.

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 czystych i bezwonnych opakowaniach. Na każdym opakowaniu zawierającym średnią próbkę laboratoryjną 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 zleceniodawcy pobrania próbki,
- odciski pieczęci użytych do zabezpieczenia próbki,
- 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 do 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 przez oględziny sposób zabezpieczenia przed otwarciem, czytelność nadruku oraz zgodność wykonania i znakowania opakowania z wymaganiami obowiązujących norm przedmiotowych na te wyroby. Następnie przez oględziny sprawdzić stan i czystość opakowań.

3.1.2. Sprawdzanie jakości opakowań jednostkowych. Próbki pierwotne wydzielone wg 2.3.1 należy poddać ocenie jakościowej sprawdzając stan opakowania, czystość, sposób umieszczenia etykiety lub litografii na opakowaniu oraz zgodność jej treści z wymaganiami norm przedmiotowych.

3.2. Badania organoleptyczne

3.2.1. Wytyczne ogólne

3.2.1.1. Warunki wykonania 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 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.

3.2.1.2. Temperatura próbek. Próbki koncentratów obiadowych poddane badaniom organoleptycznym, po przyrządzeniu wg przepisu podanego na opakowaniu, powinny mieć temperaturę 55 ± 60 °C.

3.2.1.3. Wykonanie 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 konsystencję. Wygląd, barwę, konsystencję określić wzrokowo w świetle dziennym lub rozproszonym. Zapach należy określić przez wąchanie. Wyniki oceny określić słownie wg kryteriów jakości podanych w obowiąz-

jących normach przedmiotowych na te produkty. W przypadku stwierdzenia odchylenia od wymagań obowiązujących norm przedmiotowych należy określić rodzaj zmian jakościowych.

3.2.1.4. Wykonanie badań po przyrządzeniu próbki. Próbkę produktu wydzieloną wg 2.3.4, po uprzednim zbadaniu wg 3.2.1.3, przyrządzić wg przepisu podanego na opakowaniu jednostkowym i poddać badaniom organoleptycznym poszczególne wyróżniki jakości.

Barwę należy określić wzrokowo w świetle dziennym lub rozproszonym.

Smak i zapach należy określić przez smakowanie i wąchanie.

Konsystencję i wygląd należy określić przez oględziny mieszając i przelewając przyrządzoną zupę, sos lub potrawę za pomocą łyżki. Wyniki oceny organoleptycznej określić słownie wg wymagań obowiązujących norm przedmiotowych.

3.3. Sprawdzanie obecności szkodników żywnościowych i ich pozostałości

3.3.1. Sprawdzanie obecności rozkruszków metodą flotacyjną (metoda odwoławcza)

3.3.1.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować w przypadkach spornych i przy wykonywaniu analiz rozjemczych.

3.3.1.2. Przyrządy i materiały

a) Lupa stereoskopowa powiększająca co najmniej 25-krotnie.

b) Sączek miękki o średnicy około 150 mm.

3.3.1.3. Odczynniki i roztwory

a) Płyn flotacyjny ($d = 1,223 \div 1,225 \text{ g/cm}^3$) o składzie: tróchloroetylen 100 cm³, denaturat 40 cm³,

b) Fluoresceina, alkoholowy roztwór 0,5-procentowy.

3.3.1.4. Wykonanie oznaczania. Z próbki pierwotnej wydzielonej wg 2.2.2.1 (opakowanie jednostkowe poniżej 500 g) lub wg 2.2.2.2 (opakowanie jednostkowe powyżej 501 g) odważyć 25 g produktu, wsypać do wysokiej zlewki pojemności 1000 cm³, zalać 400 cm³ płynu flotacyjnego i dokładnie wymieszać pręcikiem szklanym. Po sklarowaniu roztworu, płyn znad osadu zlać ostrożnie na miękki sączek umieszczony w lejku szklanym. Osad zalać ponownie 100 cm³ płynu flotacyjnego, dokładnie wymieszać i po sklarowaniu roztwór przesączyć. Czynność powtarzać jeszcze czterokrotnie. Następnie po ostatnim zlanii płynu znad powierzchni osadu, ściany zlewki opłukać dokładnie płynem flotacyjnym za pomocą tryskawki bezpośrednio nad sączkiem (płyn flotacyjny po przesączeniu można użyć do ponownej flotacji). Sączek na lejku opłukać dokładnie roztworem fluoresceiny przez ostrożne wkraplanie za pomocą pipety. Wilgotny sączek zdjąć z lejka, rozłożyć na płytce szklanej i sprawdzić obecność rozkruszków za pomocą lupy stereoskopowej powiększającej co najmniej 25-krotnie.

3.3.2. Sprawdzanie obecności rozkruszków żywych (metoda przemysłowa). Z próbki pierwotnej wydzielonej wg 2.2.1 lub 2.2.2.1 odważyć 100 g produktu z dokładnością do 0,1 g i rozsypać cienką warstwą o grubości 2 ÷ 3 cm na szklanej płytce umieszczonej na czarnym

papierze, rozsypany produkt dokładnie wygładzić za pomocą płytki szklanej lub wałka i lekko podgrzewać na kuchence elektrycznej lub pod lampą biurową do temperatury nieco wyższej od temperatury otoczenia. Obecność rozkruszków sprawdzić za pomocą lupy powiększającej co najmniej 25-krotnie.

3.3.3. Sprawdzanie obecności pozostałości szkodników

3.3.3.1. Sprawdzanie obecności oprzędu moli. Próbkę pierwotną wydzieloną wg 2.2.1 lub 2.2.2.1 rozsypać cienką warstwą o grubości 1 ÷ 2 cm na gładkiej powierzchni. Wybrać grudki produktu spowite oprzędem, powoli przesypując za pomocą łopatką masę produktu.

3.3.3.2. Sprawdzanie obecności innych pozostałości szkodników zbożowo-mącznych (włosy gryzoni, części owadów itp.). Próbkę pierwotną wydzieloną wg 2.2.1 lub 2.2.2.1 rozsypać cienką warstwą na gładkiej powierzchni i przesypując łopatką masę produktu oglądać przy zastosowaniu lupy powiększającej co najmniej 25-krotnie. W przypadkach spornych zastosować metodę flotacyjną wg 3.3.1.

3.4. Sprawdzanie średniej masy netto opakowań jednostkowych

3.4.1. Wykonanie oznaczania. Próbki wydzielone wg 2.3.3 w zależności od masy netto opakowań jednostkowych zważyć:

a) z dokładnością do 1 g co najmniej 10 opakowań o masie netto do 50 g,

b) z dokładnością do 10 g co najmniej 10 opakowań o masie netto od 51 ÷ 200 g,

c) z dokładnością do 20 g co najmniej 5 opakowań o masie netto od 201 ÷ 500 g,

d) z dokładnością do 100 g co najmniej 2 opakowania o masie netto od 501 g do 5000 g,

e) z dokładnością do 200 g co najmniej 2 opakowania o masie netto od 5001 g do 2000 g,

Po zważeniu opakowania dokładnie opróżnić z produktu i ponownie zważyć. W przypadku produktów w postaci pasty, opakowania dodatkowo oczyścić za pomocą tamponu z waty lub gazy i ponownie 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 ważonych opakowań jednostkowych.

3.4.3. Wynik końcowy oznaczania. Uzyskany wynik powinien mieścić się w granicach ustalonych dla masy netto opakowań jednostkowych i odpowiadać wymaganiom obowiązujących norm przedmiotowych.

3.5. 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 rozniciając produkt za pomocą łopatką.

Zanieczyszczenia mechaniczne wybrać pęsetą, przepłukać wodą, wysuszyć, ustalić ich charakter i pochodzenie.

3.6. Oznaczanie zawartości wody

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

3.6.1.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów obiadowych w postaci sypkiej.

3.6.1.2. Zasada metody polega na suszeniu próbki i wagowym oznaczaniu ubytków w czasie suszenia.

3.6.1.3. Aparatura i przyrządy

- Waga analityczna.
- Suszarka elektryczna z termoregulacją.
- Eksykator napełniony żelazem krzemionkowym lub chlorkiem wapniowym.
- Naczynka wagowe z przykrywką o średnicy około 50 mm (szklane lub metalowe).

3.6.1.4. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do uprzednio wysuszonego i zważonego naczynka około 3 g produktu z dokładnością do 0,001 g (grubość warstwy suszonego produktu nie powinna być większa niż 3 mm). Naczynka z odważką wstawić do suszarki uprzednio nagrzanej do temperatury 105 ± 2 °C i suszyć przez 4 h, licząc czas od chwili osiągnięcia temperatury. Następnie wyjąć naczynko z suszarki, przenieść do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.6.1.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość wody X_2 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{b - c}{b - a} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- masa naczynka pustego, g,
- masa naczynka z produktem przed suszeniem, g,
- masa naczynka z produktem po suszeniu, g.

3.6.1.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2. Wynik podać z dokładnością do 0,1 % zaokrąglając do drugiego miejsca po przecinku wg PN-70/N-02120.

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

3.6.2.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów obiadowych w postaci sypkiej.

3.6.2.2. Aparatura i przyrządy

- Suszarka typ Fab-1.
- Naczynko aluminiowe o średnicy około 80 mm i wysokości około 20 mm.
- Pozostałe przyrządy wg 3.6.1.3.

3.6.2.3. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do uprzednio wysuszonego i zważonego naczynka około 3 g produktu z dokładnością do 0,001 g (grubość warstwy suszonego produktu nie powinna być większa

niż 3 mm). Naczynko z odważką wstawić do suszarki uprzednio nagrzanej do temperatury 130 ± 2 °C i suszyć przez 1 h, licząc czas od chwili osiągnięcia temperatury 130 °C, co nie powinno przekraczać 15 min. Następnie wyjąć naczynko z suszarki, przenieść do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

W przypadku stosowania suszarki Fab-1 odważyć do uprzednio wysuszonego i zważonego naczynka aluminiowego 10 g produktu z dokładnością do 0,01 g i suszyć w temperaturze 130 ± 2 °C przez 1 h, licząc czas od chwili osiągnięcia wymaganej temperatury.

3.6.2.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość wody X_3 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{b - c}{b - a} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

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

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

3.6.3. Metoda suszenia w temperaturze 105 °C z piaskiem do stałej masy

3.6.3.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów obiadowych w postaci pasty (rosół).

3.6.3.2. Aparatura i przyrządy — wg 3.6.1.3.

3.6.3.3. Odczynniki, roztwory i materiały

- Kwas solny cz.d.a. ($d = 1,19 \text{ g/cm}^3$).
- Azotan srebra cz.d.a., roztwór 1-procentowy.
- Piasek oczyszczony chemicznie.

Piasek morski lub rzeczny przesiał przez sito o średnicy oczek 0,5 ÷ 1,0 mm, następnie zalać kwasem solnym rozcieńczonym wodą (1:1) w takiej ilości, aby piasek był całkowicie zanurzony, wymieszać pręciem szklanym i gotować pod wyciągiem przez 1 h. Następnie zlać roztwór kwasu solnego z nad piasku, dodać kwas i ponownie gotować przez 0,5 h. Czynność powtarzać tak długo, aż roztwór przestanie zabarwiać się na kolor żółty. Następnie piasek przemywać gorącą 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 temperaturze 160 °C często mieszając. Następnie prażyć w temperaturze około 600 °C w ciągu 2 h. Po ochłodzeniu w eksykatorze piasek przechowywać w słoju zamkniętym na szlif.

3.6.3.4. Wykonanie oznaczania. Do naczynka odważyć na wadze analitycznej około 20 g piasku przygotowanego wg 3.6.3.3, włożyć pręć szklany i suszyć w temperaturze 105 ± 2 °C przez 1 h. Następnie ze

średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5. odważyć, do uprzednio zważonego naczynka z piaskiem i pręcikiem szklanym, około 2 g produktu z dokładnością do 0,001 g, wymieszać starannie z piaskiem za pomocą pręcika i suszyć w suszarce nagrzonej do temperatury $105 \pm 2^\circ\text{C}$ przez 4 h. Naczynko z wysuszonym produktem przenieść do eksykatora i po ochłodzeniu do temperatury otoczenia zważyć z dokładnością do 0,001 g. Następnie naczynko ponownie wstawić do suszarki i suszyć przez 0,5 h. Suszenie uznać za zakończone, gdy dwa kolejne ważenia nie różnią się więcej niż o 0,005 g.

3.6.3.5. 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 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.

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

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

3.6.4.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów obiadowych z udziałem warzyw liofilizowanych, proszków warzywnych i owocowych.

3.6.4.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Suszarka próżniowa.
- b) Pompa próżniowa.
- c) Piasek oczyszczony chemicznie wg 3.6.3.3.
- d) Pozostałe przyrządy wg 3.6.1.3.

3.6.4.3. Wykonanie oznaczania. Do naczynka odważyć na wadze analitycznej około 20 g piasku przygotowanego wg 3.6.3.3, włożyć pręcik szklany i suszyć w temperaturze $105 \pm 2^\circ\text{C}$ przez 1 h. Następnie ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć, do uprzednio zważonego naczynka z piaskiem i pręcikiem szklanym, około 2 g produktu z dokładnością do 0,001 g, wymieszać starannie z piaskiem za pomocą pręcika. Naczynko z odważką wstawić do suszarki próżniowej o ciśnieniu roboczym nie większym niż 6670 Pa (50 mm Hg) i suszyć w temperaturze $70 \pm 2^\circ\text{C}$ przez 4 h. Po zredukowaniu próżni naczynko wyjąć z suszarki, przenieść do eksykatora i po ochłodzeniu do temperatury otoczenia zważyć z dokładnością do 0,001 g. Następnie naczynko ponownie wstawić do suszarki próżniowej i suszyć przez 1 h. Suszenie uznać za zakończone, gdy oba kolejne ważenia nie różnią się więcej niż o 0,005 g.

3.6.4.4. 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 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.

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

3.7. Oznaczanie zawartości chlorku sodowego metodą Mohra

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

3.7.2. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Biureta pojemności 25 cm³.
- c) Kolby pomiarowe pojemności 250 cm³.
- d) Kolby stożkowe pojemności 100 cm³.
- e) Pipeta pojemności 25 cm³.

3.7.3. Odczynniki, roztwory i materiały

- a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1N.
- b) Chromian potasowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy,
- c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.
- d) Papierek wskaźnikowy.

3.7.4. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć około 2 g produktu z dokładnością do 0,001 g. Odważkę przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, dodać 50 cm³ gorącej wody destylowanej, wymieszać, ochłodzić do temperatury otoczenia i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

W przypadku koncentratów zup o smaku kwaśnym (barszcze, żurki) roztwór po ochłodzeniu zobojętnić wodorotlenkiem sodowym wobec papierka wskaźnikowego, wymieszać i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Do kolby stożkowej pobrać pipetą z nad osadu 25 cm³ roztworu, dodać kilka kropli chromianu potasowego i miareczkować 0,1N roztworem azotanu srebra do wystąpienia ceglanopomarańczowego zabarwienia. W przypadku roztworów silnie zabarwionych do odpietowanych 25 cm³ roztworu dodać 50 cm³ wody destylowanej i miareczkować do zmiany zabarwienia w odniesieniu do próby niemiarcejkowanej.

W koncentratkach obiadowych o niskiej zawartości soli (około 5 %) miareczkowanie 0,1N roztworem azotanu srebra wykonać bezpośrednio w kolbie stożkowej po uprzednim rozproszczeniu próby w 50 cm³ gorącej wody destylowanej i ochłodzeniu badanego roztworu do temperatury otoczenia.

3.7.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość chlorku sodowego X_6 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{a \cdot v \cdot 0,00585}{g \cdot b} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

- a — ilość zużytego 0,1N roztworu azotanu srebra, cm^3 ,
- b — ilość badanego roztworu wzięta do miareczkowania, cm^3 ,
- g — masa próbki, g,
- v — objętość kolby pomiarowej, cm^3 ,
- 0,00585 — ilość chlorku sodowego odpowiadająca 1 cm^3 0,1N azotanu srebra, g.

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

3.8. Oznaczanie zawartości tłuszczu

3.8.1. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Soxhletha (metoda odwoławcza)

3.8.1.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów obiadowych sypkich.

3.8.1.2. Zasada metody polega na ekstrakcji substancji tłuszczowych eterem naftowym przez 1 h i wagowym oznaczaniu pozostałości po całkowitym odparowaniu rozpuszczalnika.

3.8.1.3. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Aparat Soxhletha z kolbami o pojemności 100 cm^3 .
- c) Łaźnia wodna z termoregulacją lub piec elektryczny przeciwybuchowy.
- d) Suszarka elektryczna z termoregulacją.
- e) Eksykator wg 3.6.1.3.

3.8.1.4. Odczynniki i materiały

- a) Eter naftowy cz., świeżo przedestylowany (frakcja 40 ÷ 60°) lub inny rozpuszczalnik organiczny.
- b) Piasek oczyszczony chemicznie wg 3.6.3.3.
- c) Gilza lub bibuła filtracyjna (odtłuszczone).
- d) Wata odtłuszczone.
- e) Porcelanowe lub szklane szamotki (substancje ułatwiające wrzenie).

3.8.1.5. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do gilzy wykonanej z bibuły filtracyjnej z watą około 5 g produktu z dokładnością do 0,001 g. W przypadku koncentratów o zawartości wody powyżej 10 % lub o konsystencji lekko pastowatej, odważkę wstępnie podsuszyć z piaskiem w suszarce o temperaturze około 90 °C przez 2 h i przenieść ilościowo do gilzy. Gilzę po szczelnym zamknięciu umieścić w aparacie Soxhletha połączonym z uprzednio wysuszoną i zważoną kolbą zawierającą porcelanowe szamotki. Do kolby dodać około 75 cm^3 eteru naftowego, ekstraktor połączyć z chłodnicą i ekstrahować na wrzącej łaźni wodnej przez 6 h przy szybkości kroplenia około 160 kropli na minutę. Po zakończeniu ekstrakcji eter naftowy oddestylować, kolbę odłączyć od ekstraktora i odparować resztki rozpuszczalnika na gorącej łaźni wodnej.

Kolbę z tłuszczem suszyć w suszarce w temperaturze około 90 °C przez 1 h, ochłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,001 g. Następnie kolbę ponownie suszyć przez 0,5 h. Różnica między kolejnymi ważeniami nie powinna przekraczać 0,001 g.

3.8.1.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu X_7 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{b - a}{g} \cdot 100 \quad (7)$$

w którym:

- a — masa kolby z szamotkami, g,
- b — masa kolby z szamotkami i tłuszczem, g,
- c — masa próbki, g.

3.8.1.7. 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 0,1 %.

3.8.2. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Puzanowa (metoda techniczna)

3.8.2.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów obiadowych sypkich.

3.8.2.2. Zasada metody polega na ekstrakcji substancji tłuszczowych eterem naftowym przez 4 h i wagowym oznaczaniu pozostałości po całkowitym odparowaniu rozpuszczalnika.

3.8.2.3. Aparatura i przyrządy

- a) Aparat ekstrakcyjny Puzanowa lub Butta z kolbami o pojemności 100 cm^3 .
- b) Pozostałe przyrządy wg 3.8.1.3.

3.8.2.4. Odczynniki i materiały — wg 3.8.1.4.

3.8.2.5. Wykonanie oznaczania — wg 3.8.1.5. Ekstrakcję substancji tłuszczowych eterem naftowym wykonać w aparacie Puzanowa lub Butta przez 4 h przy szybkości kroplenia 160 kropli na minutę.

3.8.2.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu X_8 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_8 = \frac{b - a}{g} \cdot 100 \quad (8)$$

w którym:

- a — masa kolby z szamotkami, g,
- b — masa kolby z szamotkami i tłuszczem, g,
- g — masa próbki, g.

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

3.8.3. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Grosfelda (metoda techniczna)

3.8.3.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów obiadowych o konsystencji pasty.

3.8.3.2. Zasada metody polega na hydrolizie próbki kwasem solnym, ekstrakcji rozpuszczalnikiem organicznym i wagowym oznaczaniu pozostałości po całkowitym odparowaniu rozpuszczalnika.

3.8.3.3. Aparatura i przyrządy

- Waga analityczna.
- Łaźnia wodna z termoregulacją.
- Suszarka elektryczna z termoregulacją.
- Zestaw do ekstrakcji, aparat Puzanova lub Butta.
- Eksykator wg 3.8.1.3.
- Kolba stożkowa z korkiem na szlif pojemności 100 cm³.
- Cylinder pomiarowy pojemności 25 cm³.

3.8.3.4. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Eter naftowy wg 3.8.1.4 lub trójchloroetylen cz.d.a.

3.8.3.5. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć w kolbie stożkowej około 5 g produktu z dokładnością do 0,001 g i dodać 25 cm³ kwasu solnego. Kolbę umieścić na wrzącej łaźni wodnej i ogrzewać do całkowitego rozpuszczenia się produktu. Następnie kolbę ochłodzić do temperatury otoczenia, dodać 50 cm³ rozpuszczalnika, zamknąć korkiem, wytrząsać przez 3 min i pozostawić do całkowitego rozdzielenia się warstw. Warstwę rozpuszczalnika ostrożnie zdekantować do cylindra. Do kolby uprzednio wysuszonej i zważonej przenieść ilościowo 25 cm³ rozpuszczalnika. Kolbę podłączyć do aparatu destylacyjnego, umieścić na wrzącej łaźni wodnej i oddestylować rozpuszczalnik. Następnie kolbę odłączyć od ekstraktora i odparować resztki rozpuszczalnika na gorącej łaźni wodnej. Kolbę z tłuszczem suszyć w suszarce w temperaturze około 90 °C przez 1 h, ochłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.8.3.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu X_9 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_9 = \frac{(b - a) \cdot v}{g \cdot c} \cdot 100 \quad (9)$$

w którym:

- masa pustej kolby, g,
- masa kolby z tłuszczem, g,
- masa próbki, g,
- objętość dodanego rozpuszczalnika, cm³,
- objętość rozpuszczalnika wzięta do oddestylowania, cm³.

3.8.3.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5. Wynik podać z dokładnością do 0,1 %.

3.8.4. Oznaczanie tłuszczu metodą refraktometryczną (szybka metoda techniczna)

3.8.4.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów obiadowych sypkich.

3.8.4.2. Zasada metody polega na ekstrakcji substancji tłuszczowych za pomocą ściśle określonej ilości α -bromonaftalenu i pomiarze współczynnika załamania światła w temperaturze 20 °C.

3.8.4.3. Aparatura i przyrządy

- Waga analityczna.
- Refraktometr Abbego lub RL o zakresie pomiarowym $n_D = 1,3 \div 1,7$.
- Ultratermostat.
- Płytką wzorcowa ze szkła optycznego.

3.8.4.4. Odczynniki i materiały

- Bromonaftalen cz.d.a. ($n_D^{20} = 1,6575 \pm 0,005$).
- Ciecze wzorcowe: toluen cz.d.a. lub 2,2,4-trójmetrylopentan.
- Piasek oczyszczony chemicznie wg 3.6.3.3.
- Sączek miękki o średnicy 30 mm.
- Wata odtłuszczona.
- Moździerz porcelanowy o średnicy 60 mm.
- Lejek szklany o średnicy około 50 mm.
- Szkiełko zegarkowe.
- Pipeta skalibrowana na wylew 2 cm³ α -bromonaftalenu.

Pipetę należy tak skalibrować, aby masa odmierzzonego w temperaturze 20 °C bromonaftalenu podzielona przez jego gęstość wynosiła 2 cm³ α -bromonaftalenu. Pipetę należy cechować w temperaturze 20 °C na wylew swobodny z otarciem końca o ścianę naczynia.

3.8.4.5. Sprawdzenie refraktometru. Refraktometr sprawdzić za pomocą cieczy wzorcowej, wyregulować zgodnie z instrukcją, podłączyć do ultratermostatu i wykonać pomiar w temperaturze 20 °C.

3.8.4.6. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.6 odważyć na szkiełku zegarkowym 2 g produktu z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do moździerza, dodać 1 g piasku i dokładnie rozcierać przez 2 min. Następnie dodać pipetą 2 cm³ α -bromonaftalenu i próbkę energicznie rozcierać przez 2 min. Zawartość moździerza przesączyć przez karbowany sączek odrzucając pierwsze 3 krople ekstraktu. Następnie przenieść za pomocą precyzyjnego szklanego 2 ÷ 3 krople klarownego ekstraktu na pryzmaty refraktometru podłączonego uprzednio do ultratermostatu i odczytać współczynnik załamania światła w temperaturze 20 °C. Następnie wytrzeć pryzmaty refraktometru odtłuszczoną watą, ponownie nanieść badany ekstrakt na pryzmaty i wykonać odczyt. W tej samej temperaturze wykonać pomiar współczynnika załamania światła α -bromonaftalenu.

3.8.4.7. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu X_{10} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{10} = z \cdot (n_e - n) \quad (10)$$

w którym:

- współczynnik załamania światła α -bromonaftalenu ($n_D^{20} = 1,675 \pm 0,0005$),
- współczynnik załamania światła badanego ekstraktu tłuszczowego,
- współczynnik przeliczeniowy wyznaczony doświadczalnie.

Współczynnik z należy wyznaczyć doświadczalnie dla każdego asortymentu koncentratu przy zastosowaniu odwoławczej metody oznaczania zawartości tłuszczu. Współczynnik z obliczyć wg wzorów

$$z = \frac{a}{(n_e - z) \cdot 10^4} \quad (11)$$

$$a = \frac{d \cdot 100}{c} \quad (12)$$

$$d = \frac{g \cdot K}{100} \quad (13)$$

w których:

- a — zawartość tłuszczu w roztworze α -bromonaftalenu, g,
- c — masa α -bromonaftalenu, g, ustalona na podstawie 10 równoległych oznaczeń masy 2 cm³ odpipetowanego α -bromonaftalenu (2 cm³ = 2,964 g),
- d — zawartość tłuszczu w naważce, g,
- g — masa badanego koncentratu, g,
- K — procentowa zawartość tłuszczu w danej próbce koncentratu oznaczona metodą odwoławczą wg 3.8.1.

3.8.4.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,25. Wynik podać z dokładnością do 0,1 %.

3.8.5. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Weibulla-Stoldta

3.8.5.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów obiadowych na bazie mleka w proszku.

3.8.5.2. Zasada metody polega na hydrolizie próbki kwasem solnym, ekstrakcji substancji tłuszczowych eterem naftowym i wagowym oznaczeniu pozostałości po całkowitym odparowaniu rozpuszczalnika.

3.8.5.3. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Waga analityczna.
- b) Aparat ekstrakcyjny Puzanova lub Butta z kolbami o pojemności 100 cm³.
- c) Łaźnia wodna z termoregulacją.
- d) Grzejnik elektryczny.
- e) Suszarka elektryczna wg 3.6.1.3.
- f) Eksykator wg 3.6.1.3.
- g) Kolba stożkowa ze szlifem pojemności 250 cm³.
- h) Porcelanowe lub szklane szmatki.
- i) Chłodnica zwrotna kulkowa.
- j) Sączek miękki o średnicy około 100 mm.
- k) Szkiełko zegarkowe.
- l) Wata, gilza lub bibuła filtracyjna (odtłuszczone).

3.8.5.4. Odczynniki i roztwory

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

3.8.5.5. Wykonanie oznaczania

a) Hydroliza. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do kolby stożkowej około 5 g produktu z dokładnością do 0,001 g. Próbkę zalać 100 cm³ kwasu solnego i wrzucić szmatki. 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 sączek uprzednio zwilżony wodą destylowaną. Pozostałość na sączku przemywać ciepłą wodą do zaniku reakcji na chlorki (próba z azotanem srebra). Następnie sączek wraz z zawartością umieścić na szkiełku zegarkowym i suszyć przez 2 h w suszarce w temperaturze 105 °C. Wysuszony sączek przenieść do gilzy, szkiełko zegarkowe wytrzeć watą zwilżoną eterem i włożyć do gilzy.

b) Ekstrakcja. Gilzę po szczelnym zamknięciu umieścić w aparacie ekstrakcyjnym połączonym z wysuszoną i wytarowaną kolbą. Do kolby nalać około 75 cm³ eteru naftowego, ekstraktor połączyć z chłodnicą i ekstrahować na wrzącej łaźni wodnej przez 4 h przy szybkości skraplania około 160 kropli na minutę.

Po zakończeniu ekstrakcji eter oddestylować, kolbę odłączyć od ekstraktora i odparować resztki eteru na gorącej łaźni. Następnie kolbę suszyć w suszarce w temperaturze 90 °C przez 1 h. Po ochłodzeniu kolby w eksykatorze do temperatury otoczenia zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.8.5.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu X_{14} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{14} = \frac{b - a}{g} \cdot 100 \quad (14)$$

w którym:

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

3.8.5.7. 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 0,1 %.

3.8.6. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Gerbera (metoda techniczna)

3.8.6.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować dla koncentratów obiadowych na bazie mleka w proszku (metoda techniczna).

3.8.6.2. Zasada metody polega na uwolnieniu tłuszczu za pomocą kwasu siarkowego, odwirowaniu i określeniu jego zawartości na skali tłuszczomierza.

3.8.6.3. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Wirówka Gerbera.
- c) Łaźnia wodna z termoregulacją.
- d) Tłuszczomierz o skali 0 ÷ 30 %.

3.8.6.4. Odczynniki

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. ($d = 1,84$ g/cm³).
- b) Alkohol izoamyłowy cz.d.a. ($d = 0,815$ g/cm³).

3.8.6.5. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć 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 $65 \div 70^\circ\text{C}$ przez 0,5 h (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 i regulując poziom podziałki zerowej za pomocą korka odczytać na skali zawartość tłuszczu.

3.8.6.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu w procentach odczytać ze skali tłuszczomierza wg menisku dolnego.

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

3.9. Oznaczanie zawartości azotu metodą Kjeldahla

3.9.1. Zasada metody polega na przeprowadzeniu organicznych substancji azotowych w sole amonowe za pomocą kwasu siarkowego, oddestylowaniu amoniaku do roztworu kwasu borowego i zmiareczkowaniu kwasem solnym.

3.9.2. Aparatura i przyrządy

- Waga analityczna.
- Kolba Kjeldahla pojemności $250 \div 500$ ml z chłodnicą.
- Aparat Parnasa-Wagnera lub inny zestaw do destylacji zapewniający całkowitą szczelność.
- Zestaw do spalań elektryczny lub gazowy o regulowanej intensywności grzania, pozwalającej na doprowadzenie do wrzenia 250 cm^3 wody o temperaturze pokojowej w kolbie Kjeldahla pojemności 500 cm^3 w ciągu 5 min.

- Mikrobiureta o pojemności $5 \div 10\text{ cm}^3$.
- Kolby stożkowe o pojemności $250 \div 300\text{ cm}^3$.
- Pipeta pomiarowa o pojemności $20 \div 25\text{ cm}^3$.

3.9.3. Odczynniki, roztwory i materiały

- Kwas siarkowy cz. ($d = 1,84\text{ g/cm}^3$).
- Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 30-procentowy.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1N.
- Kwas borowy cz. (H_3BO_3), roztwór 2-procentowy.
- Siarczan potasowy cz. (K_2SO_4).
- Siarczan miedziowy cz. ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) lub mieszanina katalizatora (siarczan potasowy i siarczan miedziowy w stosunku 24 : 1), utarta w moździerzu i przechowywana w szczelnie zamkniętym słoiku.
- Czerwień metylowa cz.
- Błękit metylenowy cz.
- Alkohol etylowy, roztwór 96-procentowy i 50-procentowy.

j) Wskaźnik Tashiro. Odważyć na wadze analitycznej 0,2 g czerwieni metylowej, rozpuścić w zlewce w 50 cm^3 96-procentowego alkoholu etylowego i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 65°C do całkowitego rozpuszczenia czerwieni. Odważyć 0,1 g błękitu metylenowego i rozpuścić w zlewce w 150 cm^3 50-procentowego alkoholu etylowego. Obydwa roztwory zmieszać i przesączyć do butelki z ciemnego szkła.

k) Porcelanowe lub szklane szamotki (substancje zapobiegające przegrzewaniu).

l) Bibułka bezazotowa.

ł) Sączki filtracyjne karbowane.

3.9.4. Wykonanie oznaczania

3.9.4.1. Mineralizacja. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć na bibułce lub łódeczce szklanej około 1,0 g produktu z dokładnością do 0,001 g i umieścić w kolbie Kjeldahla. Następnie dodać 7,5 g siarczanu potasowego i 0,31 g siarczanu miedziowego (7,81 g mieszaniny katalizatora), 15 cm^3 stężonego kwasu siarkowego, ostrożnie wymieszać, wrzucić perełki szklane i kolbę umieścić pod wyciągiem w zestawie do spalań. Zawartość kolby ostrożnie ogrzewać, zwiększając stopniowo intensywność grzania aż do uzyskania 360°C . Spalanie prowadzić do momentu uzyskania klarownej cieczy o zabarwieniu zielonym, po czym ogrzewać jeszcze przez 1 h. W przypadku stosowania gazowego zestawu do spalań, należy stosować siatki azbestowe z otworem o średnicy mniejszej niż średnica kolby na wysokości menisku cieczy. Po zakończeniu mineralizacji kolbę pozostawić do ochłodzenia.

3.9.4.2. Dodawanie wodorotlenku sodowego. Do kolby Kjeldahla dodać około 250 cm^3 wody destylowanej i 40 cm^3 wodorotlenku sodowego. Dodawanie wodorotlenku sodowego powinno odbywać się bardzo ostrożnie w celu uniknięcia przegrzewania mieszaniny oraz ewentualnych strat amoniaku.

W przypadku stosowania do destylacji aparatu Parnasa-Wagnera lub innego zestawu, zawartość kolby Kjeldahla przenieść ilościowo wodą destylowaną do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3 , ochłodzić i dopełnić wodą do kreski.

3.9.4.3. Destylacja. Do kolby stożkowej służącej jako odbieralnik odmierzyć $25 \div 50\text{ cm}^3$ kwasu borowego i 8 kropli wskaźnika Tashiro. Odbieralnik umieścić pod chłodnicą aparatu destylacyjnego zanurzając rurkę chłodnicy w kwasie borowym. Destylację amoniaku przeprowadzić z parą wodną przez 20 min lub 30 min bez pary wodnej. Objętość destylatu powinna wynosić $\frac{2}{3}$ początkowej objętości płynu zawartego w kolbie destylacyjnej.

W przypadku stosowania aparatu Parnasa-Wagnera pobrać pipetą 25 cm^3 zmineralizowanego roztworu, przenieść do kolby destylacyjnej, dodać około 15 cm^3 wodorotlenku sodowego. Destylację amoniaku przeprowadzić z parą wodną przez 15 min do zmiany barwy kwasu borowego w odbieralniku. Po zakończeniu destylacji obniżyć odbieralnik i spłukać zewnętrzne ścianki rurki niewielką ilością wody destylowanej do odbieralnika.

3.9.4.4. Miareczkowanie. Destylat miareczkować mianowanym roztworem kwasu solnego do barwy różowofioletowej.

3.9.5. Próba odczynnikowa (zerowa). W celu kontroli odczynników należy wykonać próbę zerową przeprowadzając oznaczanie bez badanego produktu wg 3.9.4. Wynik próby zerowej powinien zawierać się w granicach od 0,0 do $0,2\text{ cm}^3$ użytego mianowanego roztworu kwasu solnego. Jeżeli wynik próby zerowej jest większy

niż 0,2 cm³, to należy zmienić zestaw stosowanych odczynników. Wynik próby zerowej należy odejmować od ilości cm³ zużytych do miareczkowania próby właściwej. Próbę zerową wykonać każdorazowo przy zmianie odczynników.

3.9.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość azotu obliczyć w procentach wg wzorów

— przy bezpośredniej destylacji z kolby Kjeldahla

$$X_{15} = \frac{(a - b) \cdot 0,0014}{g} \cdot 100 \quad (15)$$

— przy destylacji w aparacie Parnasa-Wagnera

$$X_{16} = \frac{(a - b) \cdot 0,0014 \cdot v}{g \cdot c} \cdot 100 \quad (16)$$

w których:

- a* — objętość 0,1N kwasu solnego zużyta do miareczkowania próby właściwej, cm³,
- b* — objętość 0,1N kwasu solnego zużyta do miareczkowania próby zerowej, cm³,
- c* — ilość badanego roztworu wzięta do destylacji, cm³,
- g* — masa próbki, g,
- v* — objętość kolby pomiarowej, cm³,
- 0,0014 — ilość azotu odpowiadająca 1 cm³ 0,1N kwasu solnego, g.

3.9.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,1.

3.9.8. Obliczanie zawartości białka. Zawartość białka X_{17} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{17} = X_{15} \cdot 6,25 \quad (17)$$

w którym:

- X_{15} — zawartość azotu, %,
- 6,25 — współczynnik przeliczeniowy na białko.

3.10. Oznaczanie wartości kalorycznej

3.10.1. Oznaczanie wartości kalorycznej (brutto) na podstawie ciepła spalania

3.10.1.1. Zasada metody polega na całkowitym spalaniu próbki w atmosferze tlenu pod ciśnieniem w bombie kalorymetrycznej i pomiarze przyrostu temperatury wody w naczyniu kalorymetrycznym.

3.10.1.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Bomba kalorymetryczna składająca się z korpusu i głowicy.
- b) Naczynie kalorymetryczne.
- c) Termostat.
- d) Mieszadło mechaniczne.
- e) Termometr rtęciowy z zakresem temperatur od +15 °C do +25 °C o działce elementarnej 0,01 °C, umożliwiający odczytanie temperatury za pomocą lupy z dokładnością co najmniej do 0,002 °C lub termometr Beckmana.
- f) Lupa z podświetlaczem powiększająca co najmniej 5-krotnie.
- g) Pulpit sterowniczy.

h) Prasa do formowania pastylek.

i) Statyw do bomby kalorymetrycznej.

j) Butla ze sprężonym tlenem.

k) Reduktor butlowy.

l) Kapilara łącząca reduktor z bombą kalorymetryczną.

m) Tygiel kwarcowy lub ze stali kwasoodpornej.

n) Waga analityczna.

o) Pipeta o pojemności 2 ÷ 5 cm³.

p) Eksykator napełniony P₂O₅ lub inną substancją osuszającą.

r) Woreczek kolodionowy, wykonany w następujący sposób: do próbki wlać niewielką ilość 6-procentowego eterowego roztworu kolodiu i rozprowadzić roztwór po ściankach. Utworzony po kilku godzinach woreczek wyjąć z próbki, wysuszyć na powietrzu, a następnie w eksykatorze.

3.10.1.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas benzoesowy lub inna substancja wzorcowa o znanym cieple spalania.
- b) Wodorotlenek sodowy lub potasowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
- c) Kolodium cz., roztwór eterowy 4-procentowy.
- d) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 0,1-procentowy.
- e) Pięciotlenek fosforu cz. lub inna substancja osuszająca.

3.10.1.4. Przygotowanie próbki do spalań. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć około 1 g produktu z dokładnością do 0,001 g i umieścić w uprzednio wyprażonym tyglu w postaci:

a) Uformowanej pastylki — pastylkę uformować w prasie wraz ze środkowym odcinkiem uprzednio zważonego drutu oporowego o długości 12 cm. Sprasowaną pastylkę po oczyszczeniu pędzelkiem zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,001 g.

b) W woreczku kolodionowym — w wytarowanym woreczku kolodionowym odważyć próbkę i owinąć go 12 cm zważonego drutu oporowego.

3.10.1.5. Przygotowanie kalorymetru do pomiaru.

Płaszcz kalorymetru wypełnić wodą destylowaną i regulować jej temperaturę względem temperatury otoczenia za pomocą wężownicy. Różnica między temperaturą otoczenia, a temperaturą wody w płaszczu nie powinna przekraczać 0,5 °C. Do naczynia kalorymetrycznego wlać 2700 cm³ wody destylowanej i zważyć z dokładnością do 0,5 g (ilość użytej wody powinna być zawsze taka sama). Zmierzyć temperaturę wody i porównać ze wskazaniem termometru umieszczonego w obudowie kalorymetru. Temperatura wody w naczyniu kalorymetrycznym przed pomiarem powinna być niższa o 1 ÷ 1,5 °C od temperatury wody w płaszczu kalorymetru. Do kolejnych oznaczeń wystarczy tylko częściowa wymiana wody w naczyniu kalorymetrycznym w celu uzyskania właściwej temperatury wody. Naczynie kalorymetryczne napełnione wodą wstawić do płaszcza kalorymetru.

3.10.1.6. Napełnianie bomby kalorymetrycznej. Masę próbki przygotowaną wg 3.10.1.4 umieścić w tyglu na rurze wlotowej w głowicy bomby. Końce drutu oporowego umocować na elektrodach bomby. Do bomby

wlać za pomocą pipety 2 cm³ wody destylowanej. Głowicę bomby wraz z tygłem zawieszonym w uchwycie elektrody połączyć szczelnie z korpusem bomby. Następnie bombę połączyć z butlą tlenową i napełnić ostrożnie tlenem do ciśnienia 25 ÷ 30 kG/cm². Bombę wstawić do naczynia kalorymetrycznego. Do wody znajdującej się w naczyniu kalorymetrycznym wprowadzić mieszadło i po jego ręcznym uruchomieniu sprawdzić, czy nie uderza w bombę lub w naczynie kalorymetryczne. Do naczynia kalorymetrycznego wstawić ostrożnie termometr tak, aby nie dotykał żadnej części aparatury, a zbiornik rtęci był zanurzony całkowicie w wodzie, lecz nie dotykał dna naczynia kalorymetrycznego. Po zestawieniu aparatury płaszcz kalorymetru zamknąć pokrywą.

3.10.1.7. Wykonanie pomiaru kalorymetrycznego. Uruchomić mieszadło i po upływie 5 ÷ 10 min rozpocząć odczytywanie temperatury w jednominutowych odstępach czasu. Temperaturę odczytywać przez lupę z dokładnością co najmniej 0,002 °C. Lupa powinna znajdować się dokładnie na wysokości słupa rtęci. Właściwy pomiar kalorymetru składa się z trzech okresów: początkowego, głównego i końcowego.

a) Okres początkowy. W okresie początkowym trwającym około 5 min wykonać 6 odczytów temperatury w jednominutowych odstępach czasu. Bezpośrednio po szóstym odczycie zapalić odważkę w bombie przez włączenie prądu (nacisk na przycisk zapłonowy). Lampa kontrolna powinna zaświecić się i zgasnąć przed wyłączeniem prądu. Jeżeli lampka nie zgaśnie pomiar należy uznać za nieudany i zestawić od nowa aparaturę.

b) Okres główny. W okresie głównym zaczynającym się z chwilą zapalenia próbki należy wykonać co najmniej 10 odczytów temperatury w odstępach jednominutowych. Początkowe odczyty można wykonać z dokładnością do 0,1 °C bez użycia lupy. Jako ostatni odczyt tego okresu przyjąć pierwszy z dwóch jednakowych odczytów.

c) Okres końcowy. W okresie końcowym trwającym 5 min należy wykonać 5 odczytów temperatury w odstępach jednominutowych, począwszy od pierwszej minuty po ostatnim odczycie okresu głównego. Po ostatnim odczycie temperatury zatrzymać mieszadło, zdjąć pokrywę płaszcza, wyjąć termometr, odłączyć od bomby przewody elektryczne i wyjąć mieszadło. Następnie wyjąć bombę z naczynia kalorymetrycznego i utrzymując ją w pozycji pionowej wytrzeć ją do sucha. Z bomby wypuścić gazy spalinowe, zdjąć głowicę i sprawdzić, czy nastąpiło całkowite spalanie próbki. Jeżeli w tyglu pozostały części niespalone, oznaczanie należy powtórzyć. Następnie wewnątrz bomby i tygiel dokładnie opłukać wodą destylowaną, popłuczyny zebrać w kolbce stożkowej pojemności 250 cm³. Zawartość kolby zmiareczkować 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego wobec kilku kropel fenoloftaleiny. Przed obliczeniem wyniku zważyć pozostałą nie spaloną część drucika oporowego.

3.10.1.8. Oznaczanie pojemności cieplnej kalorymetru K. Pojemność cieplną kalorymetru oznaczyć w sposób identyczny jak ciepło spalania próbki. Kwas benzoeso-

wy lub inną substancję o znanym cieple spalania suszyć w ciągu co najmniej 72 h w eksykatorze w obecności substancji osuszającej wg 3.10.1.2. Następnie odważyć około 1,0 ÷ 1,2 g substancji wzorcowej, uformować pastylkę wprowadzając w nią środkowy odcinek uprzednio zważonego drutu oporowego o długości 10 ÷ 12 cm. Sprasowaną pastylkę po oczyszczeniu pędzelkiem zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,001 g. Dalej postępować wg 3.10.1.7 z tym, że roztwór otrzymany po wypłukaniu bomby należy ogrzać, utrzymać w stanie wrzenia przez 5 min i po ochłodzeniu zmiareczkować 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny. Pojemność cieplną kalorymetru K obliczyć w cal/°C lub J/°C wg wzoru

$$K = \frac{Q \cdot n_o \cdot \Sigma_e}{(t_1 - t) \cdot \Sigma_v} \quad (18)$$

w którym:

- Q — ciepło spalania kwasu benzoesowego lub innej substancji wzorcowej, cal/g,
- n_o — naważka kwasu benzoesowego, g,
- t — ostatni odczyt temperatury okresu początkowego bezpośrednio przed włączeniem prądu, °C,
- t_1 — najwyższa temperatura okresu głównego, °C,
- Σ_v — poprawka na wymianę ciepła z otoczeniem, °C,
- Σ_e — poprawka na dodatkowe efekty cieplne, cal/°C.

a) Poprawkę na wymianę ciepła z otoczeniem Σ_v w °C obliczyć wg wzoru

$$\Sigma_v = n \cdot v_o + \frac{v_k - v_o}{2} (m + 2r) \quad (19)$$

w którym:

- n — liczba minut okresu głównego,
- v_o — średnia różnica temperatury w ciągu 1 min okresu początkowego, °C,
- v_k — średnia różnica temperatury w ciągu 1 min okresu końcowego, °C,
- m — liczba minut w okresie głównym, w którym przyrost temperatury był wyższy od 1/3 °C,
- r — liczba minut okresu głównego, w którym przyrost temperatury był niższy od 1/3 °C,
- Σ_v — ma znak dodatni, gdy kalorymetr ma wyższą temperaturę od otoczenia i traci ciepło przez promieniowanie,
- Σ_v — ma znak ujemny, gdy kalorymetr ma niższą temperaturę od otoczenia i pobiera ciepło.

b) Poprawkę na dodatkowe efekty cieplne Σ_e w kaloriach (J) obliczyć wg wzoru

$$\Sigma_e = Q_1 (n_1 - n_2) + Q_2 \cdot n_3 + 1,43 \cdot V \quad (20)$$

w którym:

- Q_1 — ciepło spalania drucika oporowego (1600), cal/g,
 n_1 — masa drucika oporowego przed spalaniem, g,
 n_2 — masa drucika oporowego pozostałego po spalaniu, g,
 Q_2 — ciepło spalania kolodionu użytego do sporządzenia woreczka kolodionowego (2250), cal/g,
 n_3 — masa woreczka kolodionowego, g,
 V — objętość 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego zużyta do zobojętnienia kwasu azotowego, cm³,
 1,43 — ciepło tworzenia 1 cm³ 0,1N kwasu azotowego, cal/cm³.

Za pojemność cieplną kalorymetru przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 3 oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10 cal (41,9 J). Wynik zaokrąglić do liczby całkowitej. Pojemność cieplną kalorymetru sprawdzać co najmniej raz na 6 miesięcy i w przypadku zmiany warunków pracy kalorymetru (wymiana części, naprawa itp.).

3.10.1.9. Obliczanie wyniku oznaczania. Wartość kalorymetru (brutto) produktu X_{21} wyznaczoną na podstawie ciepła spalania obliczyć w kcal/100 g wg wzoru

$$X_{21} = \frac{K(t_1 - t - \Sigma_v) - \Sigma_e}{g} \cdot 100 \quad (21)$$

w którym:

- K — pojemność cieplna kalorymetru wyznaczona wg 3.10.1.8, cal,
 t_1 — najwyższa temperatura okresu głównego, °C,
 t — ostatni odczyt temperatury okresu początkowego bezpośrednio przed włączeniem prądu, °C,
 Σ_v — poprawka na wymianę ciepła z otoczeniem, °C,
 Σ_e — poprawka na dodatkowe efekty cieplne, cal,
 g — masa próbki wzięta do spalań, g.

3.10.1.10. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 20 kcal. Wynik zaokrąglić do liczby całkowitej zgodnie z PN-70/N-02120.

Przykład. W bombie kalorymetrycznej o pojemności cieplnej $K = 3170$ spalono próbkę wysuszonego mięsa wieprzowego (1,1187 g) w woreczku kolodionowym (0,0216 g), zawieszonym na elektrodach przy użyciu drucika oporowego o ciężarze 0,0064 g. Dla zobojętnienia powstałego kwasu azotowego zużyto 12,0 cm³ 0,1N wodorotlenku potasowego. W czasie oznaczania na termometrze odczytano temperatury w kolejnych okresach.

Okres początkowy	Okres główny	Okres końcowy
0 — 17,360	10 — 17,393	26 — 19,490
1 — 17,365	11 — 17,900	27 — 19,492
2 — 17,369	12 — 18,600	28 — 19,496
3 — 17,370	13 — 18,930	29 — 19,499
4 — 17,375	14 — 19,120	30 — 19,500
5 — 17,376	15 — 19,223	31 — 19,502
6 — 17,380	16 — 19,300	32 — 19,504
7 — 17,384	17 — 19,345	33 — 19,504
8 — 17,387	18 — 19,385	34 — 19,505
9 — 17,391	19 — 19,410	35 — 19,505
10 — 17,393	20 — 19,432	36 — 19,505
	21 — 19,439	
	22 — 19,469	
	23 — 19,475	
	24 — 19,481	
	25 — 19,485	
	26 — 19,490	

Obliczenie poprawki na promieniowanie (wymiana ciepła z otoczeniem)

$$\Sigma_v = n \cdot v_o + \frac{v_k - v_o}{2} \cdot (m + 2r)$$

W podanym przykładzie $n = 16$; $m = 2$; $r = 14$; $v_o = -0,0033$; $v_k = -0,0015$. v_k i v_o ma znaki ujemne, gdyż temperatura wzrasta, tzn. kalorymetr zyskuje ciepło.

$$\Sigma_v = 16(-0,0033) + \frac{-0,0015 + 0,0033}{2} (2 + 2 \cdot 14) = -0,026^\circ\text{C}$$

Obliczanie ciepła spalania

Pozorny przyrost temperatury ($t_1 - t$) =	2,097 °C
= 19,490 - 17,393 =	
Poprawka na promieniowanie Σ_v	-0,026 °C
Rzeczywisty przyrost temperatury ($t_1 - t - \Sigma_v$)	2,123 °C
Wartość (pojemność) cieplna kalorymetru K	3170 cal
Całkowita ilość wywiązanego ciepła ($2,123 \cdot 3170$) =	6730 cal
Ciepło spalania drucika ($0,0064 \cdot 1600$) =	10,24 cal
Poprawka na wytworzony HNO ₃ ($1,43 \cdot 12$) =	17,16 cal
Ciepło spalania kolodionu ($0,0216 \cdot 2250$) =	48,60 cal

$$\Sigma_e = Q_1(n_1 - n_2) + Q_2 \cdot n_3 + 1,43 \cdot v$$

$$\Sigma_e = 1600 \cdot 0,0064 + 2250 \cdot 0,0216 + 1,43 \cdot 12 = 76 \text{ cal}$$

Wartość kaloryczna produktu kcal/100 g

$$Q = \frac{K(t_1 - t - \Sigma_v) - \Sigma_e}{g} \cdot 100$$

$$Q = \frac{3170(19,490 - 17,393 + 0,026) - 76,00 \cdot 100}{1,1187} = 595$$

3.10.2. Obliczanie wartości kalorycznej na podstawie składu chemicznego przy zastosowaniu średnich współczynników Atwatera

3.10.2.1. Obliczanie poszczególnych wskaźników chemicznych

a) Zawartość suchej masy obliczyć w oparciu o oznaczoną wodę wg 3.6.1 na podstawie wzoru: sucha masa = 100 - w.

b) Zawartość sumy węglowodanów obliczyć na podstawie wzoru: węglowodany = 100 — (woda + popiół ogólny + białko + tłuszcz).

c) Zawartość popiołu ogólnego oznaczyć wg 3.12.

d) Zawartość białka oznaczyć wg 3.9.

e) Zawartość tłuszczu oznaczyć wg 3.8.1.

3.10.2.2. Obliczanie wyniku oznaczania. Wartość kaloryczną X_{22} obliczyć w kcal/100 g wg wzoru

$$X_{22} = 4 \cdot (\text{węglowodany} + \text{białko}) + \text{tłuszcz} \cdot 9 \quad (22)$$

3.10.2.3. Wartość kaloryczną wyrażoną w kJ/100 g obliczyć wg wzoru $X = X_{22} \cdot 4,1868$, w którym 4,1868 — współczynnik przeliczeniowy kcal/kJ.

3.10.2.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń wskaźników chemicznych (woda, białko, popiół ogólny, tłuszcz). Wynik zaokrąglić do liczby całkowitej.

3.11. Oznaczanie zawartości popiołu ogólnego

3.11.1. Zasada metody polega na spopieleniu próbki i wagowym oznaczaniu zawartości popiołu.

3.11.2. Aparatura i przyrządy

a) Waga analityczna.

b) Piec elektryczny z termoregulacją.

c) Kuchenka elektryczna.

d) Eksykator wg 3.6.1.3.

e) Tygłe porcelanowe.

3.11.3. Przygotowanie tygli. Tygłe dokładnie umyć, wypłukać wodą destylowaną i wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 600 °C do stałej masy. Następnie tygłe wstawić do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.11.4. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć do uprzednio wyprażonego i wytarowanego tygla około 2 g produktu z dokładnością do 0,001 g. Zawartość tygla zwęglić na kuchence elektrycznej. Następnie tygiel wstawić do komory pieca i spopielać w temperaturze około 600 °C do uzyskania jednolitej szarej barwy. Tygiel wyjąć z pieca, przenieść do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.11.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość popiołu ogólnego X_{23} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{23} = \frac{c - a}{b - a} \cdot 100 \quad (23)$$

w którym:

a — masa tygla pustego, g,

b — masa tygla z próbką, g,

c — masa tygla z popiołem, g.

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

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

3.12.1. Zasada metody polega na traktowaniu popiołu ogólnego 10-procentowym kwasem solnym, ilościowym oddzieleniu substancji mineralnych i wagowym oznaczaniu ich ilości.

3.12.2. Aparatura, przyrządy i materiały

a) Waga analityczna.

b) Piec elektryczny z termoregulacją.

c) Kuchenka elektryczna.

d) Łaźnia wodna z termoregulacją.

e) Eksykator wg 3.6.1.3.

f) Lejki szklane o średnicy około 5 cm.

g) Sączki ilościowe do spalań.

h) Tygłe przygotowane wg 3.11.3.

3.12.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

3.12.4. Wykonanie oznaczania. Do tygla z popiołem ogólnym otrzymanym wg 3.11.4 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 włożyć do ponownie wyżarzonego i wytarowanego tygla, suszyć w suszarce, zwęglić na kuchence elektrycznej i wyprażyć w piecu elektrycznym przez 1 h. Tygiel przenieść do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.12.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość substancji mineralnych nierozpuszczalnych w 10-procentowym HCl X_{24} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{24} = \frac{c - a}{b - a} \cdot 100 \quad (24)$$

w którym:

a — masa tygla pustego, g,

b — masa tygla z próbką, g,

c — masa tygla z popiołem nierozpuszczalnym w 10-procentowym HCl, g.

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

3.13. Oznaczanie zawartości arsenu — wg PN-59/A-04010.

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

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

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

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

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/8131-03 — wprowadzono:
a) oznaczanie zawartości chlorku sodowego metodą bezpośredniego miareczkowania,

b) oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Weibulla-Stoldta,

c) oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Gerbera,

d) oznaczanie zawartości azotu metodą Kjeldahla,

e) oznaczanie wartości kalorycznej brutto na podstawie ciepła spalania w bombie kalorymetrycznej wraz z przykładem obliczania,

f) obliczanie wartości kalorycznej na podstawie współczynnika Atwatera.

3. Normy 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-66/A-04020 Analiza sensoryczna. Zasady ogólne

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

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

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

4. Autorzy projektu normy — dr inż. Janina Sułkowska, mgr inż. Lidia Chałampowicz, inż. Maria Białas — Centralne Laboratorium Przemysłu Koncentratów Spożywczych w Poznaniu.

5. Wydanie 2 — stan aktualny: luty 1987 — bez zmian.