

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-85
	Bobo-Vita	8130-06
	Konserwy warzywno-mięsne dla dzieci	
	Pobieranie próbek i metody badań	Grupa katalogowa 1259

SPIS TREŚCI

1. WSTĘP

- 1.1. Przedmiot normy
- 1.2. Zakres stosowania normy
- 1.3. Określenia

2. POBIERANIE I PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK

- 2.1. Przygotowanie partii do pobierania próbek
 2. Sposób pobierania próbek
- 2.3. Pobieranie opakowań transportowych z konserwami do oceny stanu opakowań
- 2.4. Pobieranie opakowań jednostkowych do oceny jakości konserw
- 2.5. Zabezpieczenie, pakowanie i przesyłanie próbek
- 2.6. Protokół pobrania próbek
- 2.7. Przygotowanie próbek do badań

3. METODY BADAŃ

- 3.1. Wytyczne ogólne przeprowadzania badań
- 3.2. Sprawdzanie opakowania i znakowania
- 3.3. Sprawdzanie występowania bombażu
- 3.4. Wykrywanie puszek szeleszczących
- 3.5. Badania organoleptyczne
- 3.6. Badania fizyczne
 - 3.6.1. Sprawdzanie masy netto
 - 3.6.2. Sprawdzanie zawartości składników stałych (klopsików)
 - 3.6.3. Sprawdzanie obecności zanieczyszczeń mechanicznych

- 3.6.4. Badanie szczelności konserw
- 3.6.5. Badanie trwałości konserw metodą termostatową
- 3.7. Badania chemiczne
 - 3.7.1. Oznaczanie zawartości wody metodą suszenia w temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$ — metoda odwoławcza
 - 3.7.2. Oznaczanie zawartości wody metodą suszenia w temperaturze 130°C przez 1 h — metoda techniczna
 - 3.7.3. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Soxhleta - metoda odwoławcza
 - 3.7.4. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Gerbera — metoda techniczna
 - 3.7.5. Oznaczanie zawartości chlorku sodowego (soli kuchennej) metodą Mohra
 - 3.7.6. Oznaczanie kaloryczności
 - 3.7.7. Oznaczanie zawartości azotanów i azotynów
 - 3.7.8. Oznaczanie zawartości białka
 - 3.7.9. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń technicznych (metali szkodliwych dla zdrowia)
 - 3.7.10. Oznaczanie zawartości pozostałości pestycydów
- 3.8. Badania mikrobiologiczne

ZAŁĄCZNIKI

1. Układ skali 5-punktowej oceny organoleptycznej konserw Bobo-Vita
2. Wzór karty oceny

INFORMACJE DODATKOWE

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pobieranie próbek i metody badań konserw warzywno-mięsnych Bobo-Vita przeznaczonych do żywienia niemowląt i dzieci starszych.

1.2. Zakres stosowania normy. Norma obowiązuje w zakresie badań jakościowych w produkcji i obrocie.

1.3. Określenia

1.3.1. partia produkcyjna konserw Bobo-Vita — określona liczba konserw jednego asortymentu, w jed-

nakowym opakowaniu, jednakowo oznakowana, wyprodukowana w czasie jednego cyklu sterylizacyjnego (waru).

1.3.2. partia kontrolowana (dostawcza lub wysyłkowa) konserw Bobo-Vita — określona liczba konserw jednego asortymentu, w jednakowym opakowaniu, wyprodukowana przez jeden zakład produkcyjny, przechowywana i przewożona w takich samych warunkach i przedstawiona jednorazowo do odbioru.

Partia kontrolowana może się składać z jednej lub kilku partii produkcyjnych.

Zgłoszona przez Centralne Laboratorium Przemysłu Koncentratów Spożywczych
 Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Laboratorium Przemysłu Koncentratów Spożywczych dnia 1 lutego 1985 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1986 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 7/1985 poz. 12)

2. POBIERANIE I PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK

2.1. Przygotowanie partii do pobierania próbek. Przed przystąpieniem do pobrania próbek należy stwierdzić na podstawie dokumentów i oględzin, czy przedstawione do badań (kontroli) konserwy stanowią partię wg 1.3.1 lub 1.3.2.

W przypadku stwierdzenia niezgodności, przedstawione do badań (kontroli) konserwy należy podzielić na partie zgodnie z 1.3.1.

2.2. Sposób pobierania próbek. Próbkę należy pobierać sposobem losowym na ślepo wg PN-83/N-03010.

2.3. Pobieranie opakowań transportowych z konserwami do oceny stanu opakowań — wg tabl. 1.

Tablica 1

Liczba opakowań transportowych w partii	do 150	151 ÷ 1200	powyżej 1200
Liczba opakowań transportowych, które należy pobrać	3	5	8

2.4. Pobieranie opakowań jednostkowych do oceny jakości konserw

2.4.1. Liczba opakowań jednostkowych do badań organoleptycznych i fizycznych — wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań jednostkowych, które należy pobrać do badań organoleptycznych i fizycznych
do 150	3
151 ÷ 500	5
501 ÷ 1200	8
1201 ÷ 10000	13

2.4.2. Liczba opakowań jednostkowych do badań chemicznych trwałościowych i mikrobiologicznych — wg tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań jednostkowych, które należy pobrać do badań	
	chemicznych	trwałościowych i mikrobiologicznych
do 63	5	8
64 ÷ 160	6	9
161 ÷ 250	6	10
powyżej 250	6	10

W przypadkach uzasadnionych, np:

— w przypadku konieczności powtórzenia badań, np. przy uzyskaniu w badaniach trwałościowych jednej próbki z wynikiem dodatnim, należy pobrać na powyższej zasadzie podwójną liczbę próbek w stosunku do ilości próbek do badania pierwszego;

— w przypadku stwierdzenia u producenta niestabilności produkcji próbki do badań należy pobierać z każdej partii produkcyjnej wg 1.3.1, tzn. z każdego kotła gotowania (waru);

— w przypadku utrzymującej się stabilności jakości produkcji u producenta, z partii produkcyjnej można pobierać mniejszą liczbę opakowań niż to wynika z tabl. 2 i 3 z tym, że do badań mikrobiologicznych

należy pobierać nie mniej niż 5 opakowań jednostkowych.

Przy wykonywaniu badań każdej partii produkcyjnej i utrzymującej się stabilności jakości produkcji konserw, poza oceną prawidłowości pakowania i oznakowania oraz estetyki opakowań, producent zwolniony jest od badania każdej partii wysyłkowej w zakresie pozostałych cech jakościowych.

2.4.3. Pobieranie wspólnej próbki do różnych badań. Jeżeli przewiduje się przeprowadzenie różnych badań w jednym laboratorium, można ze względu na oszczędność materiału pobraną próbkę wykorzystać do różnych badań po uprzednim uzgodnieniu z laboratorium mającym prowadzić te badania.

2.4.4. Pobieranie opakowań jednostkowych z opakowań transportowych. Z partii konserw w opakowaniach transportowych (pudła, pakiety, skrzynie) próbki z opakowań transportowych w ilości wg tabl. 2 i 3, w zależności od liczby opakowań jednostkowych w opakowaniu transportowym, należy pobierać wg tabl. 4.

Tablica 4

Liczba opakowań jednostkowych w opakowaniu transportowym	Liczba opakowań jednostkowych, które należy pobrać z każdego opakowania transportowego
do 100	1
101 ÷ 400	2
powyżej 400	3

2.5. Zabezpieczenie, pakowanie i przesyłanie próbek

2.5.1. Zabezpieczenie pobranych próbek. Pobrane próbki powinny być zabezpieczone przed zmianą własności produktu oraz przed możliwością wymiany.

2.5.2. Pakowanie i przesyłanie próbek. Próbkę należy pakować jedynie w przypadku próbek rozjemczych oraz przekazywania próbek do badania w laboratorium na terenie innego województwa np. przesyłką pocztową. Wówczas próbki umieszczone w skrzynce, pudle lub innym pojemniku należy zabezpieczyć w sposób uniemożliwiający ich uszkodzenie lub otwarcie.

2.6. Protokół pobrania próbek. W przypadku reklamacji, po zakończeniu czynności pobrania próbek należy sporządzić w dwóch egzemplarzach protokół pobrania próbek, który powinien zawierać:

- a) nazwę konserwy zgodnie z normą przedmiotową,
- b) dane o partii konserwy, z której pobrano próbki np. rodzaj partii wg 1.3, wielkość partii, termin przydatności do spożycia, rodzaj opakowania jednostkowego i transportowego, nazwę producenta,
- c) liczbę opakowań transportowych oraz liczbę opakowań jednostkowych w opakowaniu transportowym,
- d) datę i miejsce pobrania próbek oraz warunki magazynowania,
- e) oświadczenie o pobraniu próbek zgodnie z niniejszą normą,
- f) liczbę próbek oraz numery pobranych opakowań jednostkowych do badań organoleptycznych, fizycznych, chemicznych i mikrobiologicznych,
- g) rodzaj badań, do których pobrano próbki,
- h) imię i nazwisko oraz podpisy osób pobierających próbki.

W przypadku pobierania próbek przez służbę kontroli jakości producenta i odbiorcy oraz przeprowadzania badań w miejscu pobierania próbek (np. laboratorium zakładowe) można nie sporządzać protokołu pobrania próbek. Natomiast wszystkie powyższe informacje należy zapisać w odpowiedniej dokumentacji laboratoryjnej.

2.7. Przygotowanie próbek do badań

2.7.1. Przygotowanie próbek do badań organoleptycznych i fizycznych. Badania organoleptyczne i fizyczne należy wykonywać oddzielnie na każdej z próbek wydzielonych wg 2.4.1.

2.7.2. Przygotowanie próbki laboratoryjnej do badań chemicznych. Badania chemiczne należy wykonywać oddzielnie na każdej z próbek wydzielonych wg 2.4.2. Zawartość każdego opakowania należy wyjąć oddzielnie do czystego i suchego naczynia, dokładnie wymieszać i zhomogenizować (zmiksować). Zhomogenizowaną próbkę umieścić w naczyniu i szczelnie zamknąć. Naczynie powinno być całkowicie wypełnione próbką. Próbkę należy przechowywać w temperaturze około 4°C. Z tak przygotowanej próbki pobierać do poszczególnych badań odpowiednie ilości produktu. Badania należy rozpocząć nie później niż w ciągu 24 h po przygotowaniu próbki.

3. METODY BADAŃ

3.1. Wytyczne ogólne przeprowadzania badań. Badania organoleptyczne konserw powinny być wykonywane po zakończeniu badań trwałościowych metodą termostatowania. U producenta dopuszcza się wykonywanie tych badań bezpośrednio po produkcji.

Badania mikrobiologiczne należy wykonywać na próbkach poddanych uprzednio badaniom trwałościowym metodą termostatowania.

3.2. Sprawdzanie opakowania i znakowania

3.2.1. Sprawdzanie opakowań transportowych. Sprawdzanie opakowań transportowych i ich oznakowania wykonuje się na opakowaniach wytypowanych wg 2.3 przez porównanie rodzaju opakowania, materiału, sposobu wykonania, sposobu zamknięcia i oznakowania z wymaganiami norm przedmiotowych na te wyroby i opakowania. Należy również sprawdzić ogólny stan, wytrzymałość i czystość opakowań.

Po otwarciu opakowań transportowych należy sprawdzić poprawność ułożenia konserw, ich zabezpieczenia przed przemieszczaniem się w czasie transportu oraz zgodność liczby konserw z deklarowaną na opakowaniu.

3.2.2. Sprawdzanie opakowań jednostkowych

3.2.2.1. Sprawdzanie oznakowania i wyglądu powierzchni zewnętrznej opakowań jednostkowych należy wykonać na wszystkich próbkach pobranych do badań. Sprawdzić należy rodzaj opakowania, a następnie stan, czystość i sposób umieszczenia etykiet lub litografii na opakowaniu oraz zgodność jej treści z wymaganiami normy przedmiotowej na dany wyrób. Następnie należy sprawdzić obecność i prawidłowość kodu oraz zgodność kodu z zawartością opakowania.

Na podstawie oznakowania konserwy należy sprawdzić, czy nie upłynął termin przydatności do spożycia.

Po zdjęciu etykiety i dokładnym oczyszczeniu należy obejrzeć opakowanie, zwracając uwagę na ewentualne odkształcenia i ich wielkość, stan powłoki lakierowanej i pobiałą cynowej oraz prawidłowość zewnętrznego zamknięcia. Przy badaniach tych wskazane jest posługiwanie się lupą. Opakowania wykazujące odkształcenia lub nieprawidłowe zamknięcia należy uznać za wadliwe lub w przypadkach wątpliwych należy przeprowadzić dalsze badania wg 3.3 i 3.6.4.

Stwierdzone miejsca ściemnienia opakowania pociera się ściereczką. Jeżeli nalot ściera się bez śladu lub pozostawia zmatowienie, rdzę określa się jako powierzchnię. W przypadku pozostawania na opakowaniu ciemnych punktów lub plam, rdzę określa się jako wżer. Następnie określa się wgniecenia, pęknięcia i otworki z oznaczeniem miejsc. W przypadku wykrycia wzrokowo lub dotykiem uszkodzeń szczególnie w okolicy szwów i miejsc lutowań, należy podać liczbę uszkodzonych opakowań.

3.2.2.2. Sprawdzanie wyglądu powierzchni wewnętrznej opakowań jednostkowych należy wykonać przez oględziny całej powierzchni po otwarciu i opróżnieniu, wymyciu i wysuszeniu puszki lub wieczka od słoja. Jeżeli powstałych wskutek uszkodzenia pobiałych, stwierdzonych wzrokowo, ciemnych plam nie można usunąć przez pocieranie ściereczką, puszki lub wieczka uważa się za uszkodzone przez korozję.

Konserwy w opakowaniach szklanych, w których mogą być odpryski szkła należy sprawdzić na obecność szkła wg 3.6.3.

3.2.2.3. Sprawdzanie prawidłowości zamknięcia puszek. Jeżeli podane w 3.2.2.1 wady — nieprawidłowość zamknięcia puszki z zewnątrz, stwierdzone zostały u producenta, należy wykonać dodatkowe badania.

Badanie polega na sprawdzeniu wymiarów zamknięcia, a w przypadku ich niezgodności z odpowiednimi wymaganiami na sporządzeniu wycinków i obejrzeniu ich przez lupę lub za pomocą rzutników np. typu RMPS Clemensa 8 Vogla lub DP-1 Lubecka-Werke do badania podwójnej zakładki.

Puszki o nieodpowiednio uformowanym zamknięciu należy uznać za niedobre.

3.3. Sprawdzanie występowania bombażu. Badania przeprowadza się na puszkach o wybrzuszonych denkach lub wieczkach wydzielonych w badaniu wg 3.2.2.1. Zawartość opakowań należy doprowadzić do temperatury pokojowej, a następnie nacisnąć równomiernie palcami wieczko badając słoje, wieczko i denko badając puszki. Gdy pod naciskiem wieczko i denko wrócą do prawidłowego położenia utrzymującego się po ustaniu nacisku, konserwy takie należy uznać za nie wykazujące bombażu. Jeżeli przy nacisku puszka nie przybiera normalnego wyglądu, jest to dowód bombażu konserw (w przypadku ponownego uwypuklenia się po naciśnięciu, konserwy należy uznać za zbombażowane). Konserwy zbombażowane należy zważyć i ustalić masę netto wg 3.6.1, a następnie otworzyć w celu określenia rodzaju bombażu przez badanie wyglądu zawartości wg 3.5.3 i opakowania wg 3.2.2.2 oraz zapachu wg 3.5.2. Jeżeli badanie wykaże, że przyczyną bombażu

nie jest zbyt duża lub mała masa netto, należy przeprowadzić badania mikrobiologiczne badanej partii konserw wg PN-80/A-75052.

Przy stwierdzeniu występowania bombażu należy całą partię produkcyjną poddać przeglądowi w celu ustalenia defektów, takich jak wyciek czy bombaż. Przy braku tych defektów oraz otrzymaniu prawidłowych wyników badań mikrobiologicznych konserwy, bombaż w próbie należy uznać za przypadkowe i partię uznać za zgodną z normą.

3.4. Wykrywanie puszek szeleszczących. Puskę należy ująć jedną ręką, tak aby kciuk dotykał powierzchni wieczka, a palec wskazujący denka. Jednocześnie drugą ręką ująć puszkę w innym miejscu w podobny sposób. Następnie należy naciskać kolejno wieczko i denko. Jeżeli pod naciskiem oraz lekkim zwalnianiu palców wieczko i denko wgniotą się i wypukną wydając charakterystyczny odgłos, świadczy to o szeleszczeniu puszki. W przypadku, gdy próby na szeleszczenie nie można wykonać jednocześnie na denku i wieczku, należy badanie to wykonać oddzielnie.

Konserwy o puszkach szeleszczących należy poddać badaniu termostatowemu wg PN-80/A-75052 p. 3.2. Szeleszczenie puszki występujące w jednakowym stopniu przed i po badaniu termostatowym ma charakter usterki i nie jest objawem bombażu.

3.5. Badania organoleptyczne

3.5.1. Zasady ogólne wykonywania badań organoleptycznych. Badania organoleptyczne konserw powinny być wykonywane wg ogólnych zasad określonych w PN-66/A-04020.

Osoby przeprowadzające badania powinny być przeszkolone w zakresie odbioru jakościowego oraz w miarę możliwości sprawdzone na wrażliwość sensoryczną wg PN-65/A-04021.

Konserwy przeznaczone do spożycia na gorąco powinny być ogrzane do temperatury 80°C, przy czym w chwili badania temperatura wewnątrz badanej próby powinna wynosić 50 ÷ 60°C. Jeżeli wyrób może być spożywany na zimno lub gorąco, powinien być badany w stanie gorącym.

3.5.2. Sprawdzanie zapachu wykonuje się przez wąchanie zawartości opakowania natychmiast po uchyleniu lub przebicciu wieczka w przypadku opakowań zakwestionowanych w badaniach wg 3.2.2.1 lub 3.3 albo natychmiast po otwarciu puszki lub słoika, w pozostałych przypadkach. Przy istniejących wątpliwościach zapach należy sprawdzić po uprzednim podgrzaniu konserwy wg 3.5.1.

W przypadku stwierdzenia odchylenia zapachu od wymagań normy, należy określić jego rodzaj, np. metaliczny, jełki lub inny obcy, nietypowy i podać jego ewentualne przyczyny.

3.5.3. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego konserwy po otwarciu opakowania wykonuje się określając barwę i wygląd konserwy oraz sprawdzając na ewentualną obecność zanieczyszczeń mechanicznych. Sprawdzanie barwy i wyglądu konserwy przeprowadza się porównując cechy produktu z wymaganiami norm przedmiotowych.

3.5.4. Sprawdzanie konsystencji i stopnia rozdrobnienia konserwy przeprowadza się wstępnie podczas wykonywania badań wg 3.5.3, a ostatecznie po wyjęciu konserwy z opakowania. Konsystencję konserw przeznaczonych do spożycia na gorąco należy badać po podgrzaniu wg 3.5.1.

W zależności od asortymentu konserwy sprawdzanie konsystencji przeprowadza się za pomocą dotyku, ucisku powierzchni, przez zamieszanie, smarowanie lub powolne wylewanie. Przez żucie należy określić twardość i miękkość poszczególnych składników konserwy, porównując je z wymaganiami odpowiednich norm przedmiotowych.

3.5.5. Sprawdzanie smaku wykonuje się na próbkach po przeprowadzeniu badań wg 3.5.2, 3.5.3, 3.5.4 przez żucie lub rozpuszczanie produktu w jamie ustnej przez około 1 min porównując z wymaganiami wg norm przedmiotowych dotyczących danej konserwy.

3.5.6. Wynik oceny organoleptycznej należy podać metodą opisową z wyszczególnieniem ewentualnych wad produktu lub za pomocą punktów w przypadku przeprowadzania oceny organoleptycznej metodą punktową wg 3.5.7.

3.5.7. Ocena organoleptyczna metodą punktową (analiza sensoryczna)

3.5.7.1. Zasada metody punktowej polega na określaniu poziomu poszczególnych wyróżników organoleptycznych przy zastosowaniu wartości liczbowych wg przyjętej skali pięciopunktowej. Całkowita ocena organoleptyczna konserwy jest również wartością liczbową stanowiącą sumę iloczynów współczynników ważkości i średnich wartości oceny punktowej poszczególnych wyróżników.

3.5.7.2. Wykonanie oceny punktowej. Ocenę punktową należy przeprowadzić zgodnie z 3.5.2 ÷ 3.5.5, na podstawie punktowej skali ocen wg załącznika 1, przez porównywanie jakości kolejnych cech ocenianej konserwy z wymaganiami normy przedmiotowej na ten produkt, wpisując noty punktowe do karty ocen wg załącznika 2.

Różnice między ocenami dla smaku, wykonanymi przez poszczególnych członków zespołu, nie powinny być większe niż 1 punkt. W przypadku rozbieżności wyników ocenę należy powtórzyć.

3.5.7.3. Obliczanie i interpretacja wyników. Do oceny konserw Bobo-Vita należy przyjąć: zapach, wygląd, konsystencję i smak. Po przeprowadzeniu oceny punktowej przez wszystkich członków zespołu oceniającego należy obliczyć średnie oceny dla każdej cechy jakości badanej konserwy, a następnie pomnożyć je przez współczynniki ważkości podane w tabl. 5 i zsumować uzyskane iloczyny. Otrzymany wynik porównać ze skalą ocen wg tabl. 6 i ustalić poziom jakości konserwy.

Konserwa nie nadaje się do obrotu w przypadku, gdy uzyska ocenę za jakość organoleptyczną poniżej 3 punktów lub któraś z ocen cząstkowych wykazała jakość dyskwalifikującą, tj. poniżej 3 punktów.

Tablica 5

Cechy jakości (wyróżniki)	Współczynniki ważkości organoleptycznej ocen cząstkowych
Zapach	0,3
Wygląd	0,1
Konsystencja	0,2
Smak	0,4

Tablica 6

Liczba punktów	Słowna ocena jakości
1 ÷ 1,50	zła
1,51 ÷ 2,99	niedostateczna
3,00 ÷ 3,50	dostateczna
3,51 ÷ 4,50	dobra
4,51 ÷ 5,00	bardzo dobra

3.6. Badania fizyczne

3.6.1. Sprawdzanie masy netto konserw przeprowadza się na próbkach przygotowanych zgodnie z 2.7.1.

Konserwę o temperaturze pokojowej, pozbawioną etykiety i dokładnie umytą należy zważyć z dokładnością do 1 g, najlepiej za pomocą wagi włącznikowo-uchylnej i masę netto ustalić po odjęciu czystego suchego opakowania pozbawionego zawartości, zważonego z tą samą dokładnością.

W przypadku wykonywania badań u producenta dopuszcza się użycie jako tary innej puszkii lub słoika z etykietą z tej samej partii, którą użyto do produkcji badanych konserw.

3.6.2. Sprawdzanie zawartości składników stałych (klopsików) wykonuje się na próbce podczas badań wg 3.6.1. Konserwę należy zważyć z dokładnością do 1 g, następnie podgrzać wg 3.5.1 i zawartość wyłożyć na siatkę o oczkach wielkości 5×5 mm umieszczonej na lejku o średnicy odpowiadającej wielkości opakowania. Składniki (klopsiki) powinny ociekać przez co najmniej 10 min. Po odsączeniu składniki stałe należy przenieść do uprzednio wymytego, wysuszonego, zważonego opakowania i ponownie zważyć z tą samą dokładnością.

Zawartość składników stałych (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- m — masa składników stałych z opakowaniem, g,
- m_1 — masa samego opakowania, g,
- m_2 — masa konserwy brutto, g.

3.6.3. Sprawdzanie obecności zanieczyszczeń mechanicznych wykonuje się na próbkach podczas przeprowadzania badań organoleptycznych oraz po badaniach wg 3.6.1 i 3.6.2. Sprawdzanie obecności zanieczyszczeń mechanicznych przeprowadza się oglądając konserwę podczas mieszania i rozcierania za pomocą widelca. W przypadku stwierdzenia zanieczyszczeń określić ich rodzaj.

Jeżeli zachodzi podejrzenie, że konserwa zawiera odłamki szkła lub metalu, z miejsc podejrzanym o te zanieczyszczenia należy pobrać do zlewki około 100 g

produktu, zalać stężonym kwasem solnym i ogrzewać do całkowitego rozłożenia tkanki. Po ostudzeniu zawartość zlewki przelać na gęste plastikowe sitko i następnie przemywać silnym strumieniem ciepłej wody. Po przemyciu i odsączeniu, osad z sitka należy przenieść na sączek z bibuły do sączenia i po ostudzeniu obejrzeć pod lupą.

3.6.4. Badanie szczelności konserw — wg PN-80/A-75052 p. 3.1.

3.6.5. Badanie trwałości konserw metodą termostatową — wg PN-80/A-75052 p. 3.2.

3.7. Badania chemiczne

3.7.1. Oznaczanie zawartości wody metodą suszenia w temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$ — metoda odwoławcza

3.7.1.1. Zasada metody polega na suszeniu próbki w temperaturze 103°C i na wagowym ustaleniu ubytków w czasie suszenia.

3.7.1.2. Odczynniki, roztwory i materiały

- a) Kwas solny cz.d.a., o $p(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/cm}^3$.
- b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 1%(m/m).
- c) Piasek oczyszczony chemicznie w następujący sposób: piasek morski lub rzeczny przesiał przez sito o średnicy oczek $0,5 \div 1 \text{ mm}$, wymyć pod strumieniem wody i po przeniesieniu do parownicy lub zlewki zalać kwasem solnym rozcieńczonym wodą (1:1) w takiej ilości, aby piasek był całkowicie zanurzony, wymieszać pręcikiem szklanym i gotować pod wyciągiem przez 1 h. Następnie zlać roztwór kwasu solnego znad piasku, dodać kwas i ponownie gotować przez 0,5 h. Czynność tę 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 około 600°C w ciągu 2 h. Po ochłodzeniu w eksykatorze piasek przechowywać w słoju zamkniętym na szlif.

3.7.1.3. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Suszarka laboratoryjna z termoregulacją.
- c) Eksykator napełniony żelazem krzemionkowym lub chlorkiem wapniowym.
- d) Naczynka wagowe szklane o średnicy nie mniejszej niż 50 mm, z doszlifowanymi przykrywkami.
- e) Pręciki szklane spłaszczone na jednym końcu, o długości nie przekraczającej średnicy naczynka wagowego.

3.7.1.4. Wykonanie oznaczania. Naczynko wagowe z przykrywką, pręcikiem szklanym i piaskiem w ilości trzykrotnie większej niż masa próbki wysuszyć do stałej masy w suszarce o temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$, schłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,001 g. Do naczynka przenieść około 5 g próbki przygotowanej wg 2.7.2, zważyć z dokładnością do 0,001 g i wymieszać dokładnie z piaskiem przy pomocy pręcika szklanego. Naczynko wraz z zawartością przenieść do suszarki o temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$, a po 4 h suszenia schłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,001 g. Następnie naczynko ponownie wstawić do suszarki i suszyć przez 0,5 h. Suszenie uznać za zakoń-

czony, gdy dwa kolejne wyniki ważenia nie różnią się więcej niż o 0,005 g.

2.7.1.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość wody (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m_1 — masa naczynka z piaskiem, pręcikiem szklanym i próbką przed suszeniem, g,

m_2 — masa naczynka z piaskiem, pręcikiem szklanym i próbką po wysuszeniu, g,

m — masa naczynka z piaskiem i pręcikiem szklanym, g.

3.7.1.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch lub więcej oznaczeń, dla których rozstępy nie przekraczają wartości:

— $Ro_2 = 0,45$ (rozstęp dla 2 równoległych oznaczeń),

— $Ro_3 = 0,54$ (rozstęp dla 3 równoległych oznaczeń).

Wynik podać z dokładnością do 0,01.

3.7.2. Oznaczanie zawartości wody metodą suszenia w temperaturze 130°C przez 1 h — metoda techniczna

3.7.2.1. Zasada metody — wg 3.7.1.1.

3.7.2.2. Odczynniki, roztwory i materiały — wg 3.7.1.2, ponadto alkohol etylowy 95%(v/v).

3.7.2.3. Aparatura i przyrządy — wg 3.7.1.3, ponadto:

a) Łaźnia wodna.

b) Naczynka lub płytki (szklane lub metalowe) o średnicy co najmniej 50 mm.

3.7.2.4. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.7.2 odważyć do uprzednio wysuszonego i zważonego naczynka wraz z pręcikiem i piaskiem około 5 g produktu z dokładnością do 0,01 g, dodać 5 ml alkoholu etylowego i po wymieszaniu naczynko wraz z zawartością ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej, od czasu do czasu mieszając. Po odparowaniu alkoholu naczynko z odważką wstawić do suszarki, 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 0,01 g.

3.7.2.5. Obliczanie wyniku oznaczania — wg 3.7.1.5.

3.7.2.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch lub więcej oznaczeń, dla których rozstępy nie przekraczają wartości:

— $Ro_2 = 0,8$ (rozstęp dla 2 równoległych oznaczeń),

— $Ro_3 = 1,0$ (rozstęp dla 3 równoległych oznaczeń).

Wynik podać z dokładnością do 0,1.

3.7.3. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Soxhleta — metoda odwoławcza

3.7.3.1. Zasada metody polega na ekstrakcji substancji tłuszczowych z uprzednio wysuszonej próbki eterem naftowym lub heksanem w aparacie Soxhleta i wagowym oznaczaniu pozostałości po całkowitym odparowaniu rozpuszczalnika.

3.7.3.2. Aparatura i przyrządy

a) Waga analityczna.

b) Suszarka elektryczna z termoregulacją.

c) Łaźnia wodna z termoregulacją.

d) Aparat Soxhleta.

e) Eksykator — wg 3.7.1.3c).

3.7.3.3. Odczynniki i materiały

a) Eter naftowy cz., świeżo przedestylowany (frakcja 40 ÷ 60°C) lub heksan cz.d.a.

b) Gilza lub bibuła do sączenia (odtłuszczona).

c) Wata odtłuszczona.

d) Porcelanowe lub szklane szamotki (ułatwiające wrzenie).

3.7.3.4. Wykonanie oznaczania. Wysuszoną wg 3.7.1 lub 3.7.2 próbkę konserwy przenieść ilościowo za pomocą waty zwilżonej w rozpuszczalniku ekstrakcyjnym do gilzy wykonanej z bibuły do sączenia, z umieszczoną w niej watą. Watę, przy pomocy której przenoszono próbkę, umieścić również w gilzie. Gilzę po szczelnym zamknięciu umieścić w ekstraktorze aparatu Soxhleta połączonym z uprzednio wysuszoną i zważoną kolbą zawierającą szamotki. Do kolby wlać rozpuszczalnik w ilości stanowiącej 1,5 objętości ekstraktora. Ekstraktor połączyć z chłodnicą i ekstrahować na wrzącej łaźni wodnej. Czas ekstrakcji powinien wynosić co najmniej 30 przelewów. Po zakończeniu ekstrakcji, rozpuszczalnik należy oddestylować, kolbę odłączyć od ekstraktora i odparować resztki rozpuszczalnika na gorącej łaźni wodnej pod sprawnie działającym wyciągiem. Kolbę z tłuszczem wysuszyć w temperaturze 105°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.

3.7.3.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m - m_1}{m_2} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

m — masa kolby destylacyjnej z wyekstrahowanym tłuszczem i szamotkami, g,

m_1 — masa kolby destylacyjnej z szamotkami, g,

m_2 — masa próbki przed suszeniem, g.

3.7.3.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch lub więcej oznaczeń, dla których rozstępy nie przekraczają wartości:

— $Ro_2 = 0,4$ (rozstęp dla 2 równoległych oznaczeń),

— $Ro_3 = 0,5$ (rozstęp dla 3 równoległych oznaczeń).

Wynik podać z dokładnością do 0,1.

3.7.4. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Gerbera — metoda techniczna

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

3.7.4.2. Aparatura i przyrządy

a) Waga analityczna.

b) Łaźnia wodna z termoregulacją.

c) Wirówka Gerbera.

d) Tłuszczomierz Van Gulika.

3.7.4.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. o gęstości $p_{20} = 1,815 \text{ g/cm}^3$, roztwór zawierający 3 części kwasu i 2 części wody.
b) Alkohol izoamylowy cz.d.a., o $p = 0,815 \text{ g/cm}^3$.

3.7.4.4. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 2.7.2 odważyć 3 g produktu z dokładnością do 0,001 g i przenieść ilościowo do tłuszczomierza, do którego uprzednio odmierzone 15 ml roztworu kwasu siarkowego oraz 1 ml alkoholu izoamylowego. Tłuszczomierz szczelnie zamknąć gumowym korkiem i dokładnie wymieszać w celu rozpuszczenia próbki w warstwie wodno-alkoholowej. Następnie tłuszczomierz wstawić do łaźni wodnej i ogrzać 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 produktu. Następnie tłuszczomierz wyjąć z łaźni wodnej i regulując poziom podziałki zerowej za pomocą korka odczytać na skali zawartość tłuszczu.

3.7.4.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu w procentach odczytać na skali tłuszczomierza wg menisku dolnego.

3.7.4.6. 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.

3.7.5. Oznaczanie zawartości chlorku sodowego (soli kuchennej) metodą Mohra

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

3.7.5.2. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
b) Łaźnia wodna.
c) Biureta pojemności 25 cm^3 .

3.7.5.3. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór mianowany o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ (0,1N).
b) Chromian potasowy ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) cz.d.a., roztwór 1%(m/m), jako wskaźnik.

3.7.5.4. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 200 ml odważyć z dokładnością do 0,001 g około 2 g konserwy przygotowanej wg 2.7.2, następnie dodać około 100 ml gorącej wody destylowanej i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 15 min, od czasu do czasu mieszając. Po wyjęciu z łaźni wodnej kolbę ochłodzić do temperatury pokojowej, dodać kilka kropeli wskaźnika i miareczkować roztworem azotanu srebra o stężeniu 0,1 mol/l do wystąpienia pomarańczowego zabarwienia, utrzymującego się przez 30 s.

3.7.5.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość soli kuchennej (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,00585}{m} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

V — ilość zużytego roztworu azotanu srebra o stężeniu 0,1 mol/l, ml,

m — masa próbki, g,

0,00585 — ilość chlorku sodowego odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o stężeniu 0,1 mol/l.

3.7.5.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch lub więcej oznaczeń, dla których rozstępy nie przekraczają wartości:

- $Ro_2 = 0,24$ (rozstęp dla 2 równoległych oznaczeń),
 - $Ro_3 = 0,29$ (rozstęp dla 3 równoległych oznaczeń).
- Wynik podać z dokładnością do 0,01.

3.7.6. Oznaczanie kaloryczności

3.7.6.1. Zasada metody polega na obliczaniu wartości kalorycznej na podstawie składu chemicznego przy zastosowaniu średnich współczynników Atwatera.

3.7.6.2. Obliczanie procentowej zawartości poszczególnych wskaźników chemicznych

- a) Zawartość wody oznaczyć wg 3.7.1.
b) Zawartość popiołu ogólnego oznaczyć wg PN-71/A-75101 p. 3.8.
c) Zawartość tłuszczu oznaczyć wg 3.7.3.
d) Zawartość białka oznaczyć wg PN-75/A-04018.
e) Zawartość węglowodanów (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = 100 - (\text{woda} + \text{popiół ogólny} + \text{białko} + \text{tłuszcze}) \quad (5)$$

3.7.6.3. Obliczanie wyniku oznaczania kaloryczności

- a) Wartość kaloryczną (X_6) wyrażoną w kcal/100 g obliczyć wg wzoru

$$X_6 = 4 \cdot (\text{węglowodany} + \text{białko}) + 9 \cdot \text{tłuszcz} \quad (6)$$

- b) Wartość kaloryczną (X_7) wyrażoną w kJ/100 g obliczyć wg wzoru

$$X_7 = X_6 \cdot 4,1868 \quad (7)$$

w którym:

X_6 — kaloryczność w kcal/100 g,

4,1868 — współczynnik przeliczeniowy kcal/kJ.

3.7.6.4. Wynik końcowy oznaczania należy podać w liczbach całkowitych.

3.7.7. Oznaczanie zawartości azotanów i azotynów

3.7.7.1. Zasada metody polega na reakcji barwnej azotynów z odczynnikiem Griessa, przy czym azotany należy uprzednio zredukować do azotynów.

3.7.7.2. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
b) Łaźnia wodna z termoregulacją.
c) Spektrofotometr z kuwetą szklaną o grubości warstwy 1 cm.
d) Kolumna szklana z metalicznym kadmem do redukcji azotanów.
e) Kolby pomiarowe pojemności 100, 200, 1000 ml.
f) Pipety pojemności 1, 5, 10, 20 ml.
g) Lejki szklane o średnicy 5 cm.
h) Kolby stożkowe pojemności 100, 200 ml.
i) Probówki szklane długości 16 cm i średnicy $20 \div 25 \text{ mm}$.
j) Dozownik ustawiony na wylew 10 ml płynu.
k) Eksykator napełniony żelą krzemionkowym.
- 3.7.7.3. Odczynniki, roztwory i materiały.** Wszystkie odczynniki powinny być w stopniu czystości cz.d.a., a woda redestylowana.

a) Odczynniki odbiałczające:

I — żelazocyjanek potasowy, roztwór zawierający w 1000 ml 106 g $K_4Fe(Cn)_6 \cdot 3H_2O$.

II — octan cynkowy, roztwór zawierający w 1000 ml 220 g $(CH_3COO)_2Zn \cdot 2H_2O$ i 30 ml kwasu octowego lodowatego.

b) Boraks, roztwór nasycony, zawierający w 1000 ml 50 g $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$.

c) Nadmanganian potasowy, roztwór o $c(KMnO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ (0,1N).

d) Azotyn sodowy.

e) Azotan potasowy.

f) Cynk w łaskach.

g) Siarczan kadmowy, roztwór zawierający w 1000 ml 37 g $CdSO_4 \cdot 8H_2O$.

h) Kwas solny o $p(HCl) = 1,19 \text{ g/cm}^3$ i roztwór o około $c(HCl) = 0,1 \text{ mol/l}$ (0,1N).

i) Bufor amonowy o $pH = 9,6 \div 9,7$; 20 ml kwasu solnego o $p(HCl) = 1,19 \text{ g/cm}^3$ rozcieńczyć wodą do 500 ml, po wymieszaniu dodać 50 ml amoniaku o $p(NH_4OH) = 0,88 \text{ g/cm}^3$. Całość rozcieńczyć wodą do 1000 ml.

j) Azotan srebra, roztwór 1%(m/m).

k) Chlorek sodowy, roztwór 10%(m/m).

l) Kwas octowy lodowaty.

m) Odczynniki Griessa:

Roztwór I. Rozpuścić, ogrzewając na łaźni wodnej 6 g kwasu sulfanilowego w 200 ml kwasu octowego lodowatego i 400 ml wody. Dodać 200 ml 10% roztworu chlorku sodowego. Całość rozcieńczyć wodą do 1000 ml.

Roztwór II. Rozpuścić, ogrzewając na łaźni wodnej 3 g dwuchlorowodorku N-(1-naftylo)-etylenodwuaminy w 100 ml wody. Dodać 200 ml kwasu octowego lodowatego. Całość rozcieńczyć do 1000 ml.

Oba roztwory przechowywać w lodówce w szczelnie zamkniętych butelkach z ciemnego szkła. Roztwory są trwałe w tych warunkach przez tydzień.

Odczynnik Griessa otrzymuje się przez zmieszanie równych części objętościowych roztworów I i II. Odczynnik jest trwały przez tydzień.

n) Sączki karbowane.

o) Węgiel aktywowany, oczyszczony chemicznie: odważyć około 200 g węgla aktywowanego do zlewki, zalać 1000 ml stężonego kwasu solnego, wymieszać pręcikiem szklanym, gotować pod wyciągiem przez 1 h. Następnie zlać kwas znad węgla, dodać 1000 ml wody redestylowanej i ponownie gotować przez 0,5 h, przesączyć przez sączek filtracyjny umieszczony w lejku Büchnera i przemywać zimną wodą redestylowaną do zaniku reakcji na chlorki (próba z azotanem srebra). Przemyty i odsączony węgiel przenieść do parownicy i suszyć w suszarce w temperaturze $130^\circ C$ przez 1 h. Po schłodzeniu w eksykatorze węgiel oczyszczony chemicznie przechowywać w słoju zamkniętym na szlif.

3.7.7.4. Przygotowanie próbek do analizy. Z próbki konserwy przygotowanej wg 2.7.2 odważyć 10 g próbki z dokładnością do 0,001 g i przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 300 ml za pomocą 100 ml gorącej wody redestylowanej. Następnie dodać 5 g wę-

gla aktywowanego oczyszczonego chemicznie i 5 ml lub 10 ml (w przypadku dużego udziału surowców białkowych i skrobiowych) nasyconego roztworu boraksu, wstrząsać do rozbicia wszystkich grudek i ogrzewać na łaźni wodnej przez 15 min, często mieszając. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej, dodać kolejno po 7 ml lub 10 ml odczynników odbiałczających I i II, mieszając po dodaniu każdego z nich. Zawartość kolby stożkowej przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml i odstawić na 30 min w temperaturze pokojowej, a następnie uzupełnić wodą redestylowaną do kreski, wymieszać i przesączyć przez sączek karbowany do suchej kolby stożkowej.

Przesącz służy do oznaczania azotanów i azotynów.

3.7.7.5. Oznaczanie zawartości azotynów

a) Krzywa wzorcowa. W kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml rozpuścić 1,0 g azotynu sodowego w wodzie i rozcieńczyć wodą do kreski (roztwór A). Roztwór ten przygotować po uprzednim oznaczeniu zawartości azotynu sodowego w preparacie, który należy wykonać w następujący sposób: 10 ml nadmanganianu potasowego o stężeniu 0,1 mol/l rozcieńczonego 10 ml wody i zakwaszonego 2 ml rozcieńczonego kwasu siarkowego (1+4) miareczkować roztworem azotynu sodowego zawierającym 0,2 g azotynu sodowego w 100 ml (1 ml nadmanganianu potasowego o stężeniu 0,1 mol/l odpowiada 0,00345 g $NaNO_2$), 5 cm³ roztworu A przenieść do drugiej kolby pomiarowej pojemności 1000 ml i uzupełnić wodą do kreski (roztwór B).

Z roztworu B przygotować rozcieńczenia: do kolb pomiarowych pojemności 100 ml wprowadzić odpowiednio pipetą 5, 10 i 20 ml roztworu B i rozcieńczyć wodą do kreski; roztwory te zawierają odpowiednio 0,25, 0,50 i 100 $\mu g/cm^3$ $NaNO_2$.

Do 4 probówek pobrać pipetą odpowiednio 10 ml wody oraz po 10 ml poprzednio przygotowanych roztworów w kolbach pomiarowych pojemności 100 ml. Następnie do każdej probówki dodać po 10 ml odczynnika Griessa (dozownikiem), wymieszać, a po 20 min zmierzyć ekstynkcję roztworów na kolorymetrze przy długości fali $\lambda = 545 \text{ nm}$ wobec ślepej próby zawierającej wodę.

Wykreślić krzywą wzorcową przedstawiającą zależność ekstynkcji od stężenia azotynu sodowego wyrażonego w $\mu g/cm^3$.

b) Kolorymetrowanie. Do probówki lub kolby stożkowej pojemności 100 ml pobrać pipetą 10 ml przesącza przygotowanego wg 3.7.7.4 (lub mniej, ale wtedy uzupełnić wodą do objętości 10 ml), dodać 10 ml odczynnika Griessa, wymieszać, a po 20 min zmierzyć ekstynkcję roztworu barwnego na kolorymetrze przy długości fali $\lambda = 545 \text{ nm}$ wobec ślepej próby, do której użyć zamiast przesącza 10 ml wody. Pomiar ekstynkcji próbek przeprowadzić w kuwetach o grubości warstwy absorpcyjnej identycznej, jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Z krzywej wzorcowej odczytać ilość azotynu sodowego wyrażoną w $\mu g/cm^3$, odpowiadającą ekstynkcji badanego roztworu. Wykonać 2 równoległe oznaczenia.

c) **Obliczanie wyniku oznaczania.** Zawartość azotynów (X_8) wyrażoną w mg azotynu sodowego na 1 kg (ppm) obliczyć wg wzoru

$$X_8 = p \frac{2000}{m \cdot V} \quad (8)$$

w którym:

- p — stężenie azotynu sodowego odczytane z krzywej wzorcowej, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$,
- m — masa próbki, g,
- V — objętość roztworu pobranego do kolorymetrowania, ml.

3.7.7.6. Oznaczanie zawartości azotanów

a) **Przygotowanie kadmu.** W zlewce zawierającej 1000 ml roztworu siarczanu kadmowego umieścić 5 ÷ 7 lasek cynkowych. W miarę tworzenia się kadmu na laskach usuwać go do innej zlewki z wodą. Zebrany kadm przemyć wodą (2 razy po 1 l wody), a następnie przenieść go za pomocą 400 ml roztworu kwasu solnego o stężeniu około 0,1 mol/l do homogenizatora i rozdrabniać przez około 10 s. Zawartość homogenizatora przenieść do zlewki i pozostawić pod kwasem, mieszając od czasu do czasu przecikiem szklanym. Następnego dnia jeszcze raz zamieszać w celu usunięcia pęcherzyków gazu. Płyn zdekantować znad kadmu i przemywać wodą (2 razy po 1 l wody). Szklaną kolumnę po uprzednim zatkaniu końca rurki watą szklaną napęlnić kadmem przenosząc go za pomocą wody redestylowanej do uformowania złoża o wysokości około 17 cm. Od czasu do czasu odprowadzać wodę znad złoża kadmu, ale nie dopuścić, aby poziom wody opadł poniżej poziomu złoża.

b) **Przygotowanie kolumny kadmowej do redukcji.** Kolumnę przemyć kolejno 25 ml kwasu solnego o stężeniu około 0,1 mol/l, 50 ml wody i 25 ml buforu amonowego rozcieńczonego wodą w stosunku 1:9. Wszystkie płyny wprowadzać przez lejek znajdujący się na szczycie kolumny.

c) **Sprawdzanie zdolności redukcyjnej kolumny kadmowej.** Przygotować następujące roztwory:

- w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml rozpuścić w wodzie 1,465 g azotanu potasowego wysuszonego do stałej masy w temperaturze 105°C i uzupełnić wodą do kreski (roztwór A);
- 5 ml roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml i uzupełnić wodą do kreski (roztwór B).

Do zbiornika znajdującego się na szczycie kolumny wprowadzić jednocześnie 20 ml roztworu B i 5 ml buforu amonowego o pH = 9,6—9,7. Po spłynięciu zawartości zbiornika przemyć go wodą dwukrotnie 18 ml, a po opróżnieniu zbiornika napęlnić go całkowicie wodą. Eluat z kolumny zbierać do kolby pomiarowej pojemności 100 ml. Po zebraniu około 100 ml eluatu usunąć kolbę spod kolumny i uzupełnić wodą do kreski. Eluat zawiera w 1 ml — 1,465 μg azotanu potasowego. Do próbki pobrać pipetą 10 ml eluatu, dodać 10 ml odczynnika Griessa, a po 20 min zmierzyć ekstynkcję barwnego roztworu wobec próby odniesienia, do której wykonania użyto wody redestylowanej zamiast roztworu B.

Jeżeli stężenie azotynów odczytane z krzywej wzorcowej jest mniejsze niż 0,9 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ azotynu sodowego, kolumna nie nadaje się do pracy.

d) **Redukcja azotanów do azotynów.** Do zbiornika znajdującego się na szczycie kolumny wprowadzić 20 ml przesączu przygotowanego wg 3.7.7.4 i dodać 20 ml buforu amonowego o pH = 9,6—9,7.

W przypadku użycia do odbiałczania po 10 ml odczynników odbiałczających należy dodać 25 ml buforu amonowego.

Po opróżnieniu się zbiornika przemyć dwukrotnie jego ścianki wodą redestylowaną w ilości po 15 ml, a następnie napęlnić cały zbiornik wodą. Eluat zbierać do kolb pomiarowych pojemności 100 ml.

Dla każdej serii oznaczeń wykonać próbę odniesienia w wyżej podany sposób, stosując wodę zamiast przesączu.

W przypadku spodziewanej dużej ilości azotanów do kolumny wprowadzić 5 ml przesączu i 10 ml buforu amonowego i dalej postępować jak wyżej.

e) **Kolorymetrowanie.** Do próbki lub kolby stożkowej pobrać pipetą 10 ml eluatu otrzymanego wg 3.7.7.6d) (lub mniej, ale wtedy dopełnić wodą do objętości 10 ml), dodać 10 ml odczynnika Griessa, a po 20 min zmierzyć ekstynkcję roztworu na kolorymetrze przy długości fali $\lambda = 545 \text{ nm}$. Z krzywej wzorcowej wg 3.7.7.5a) odczytać zawartość azotynów wyrażoną w $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ wobec próby ślepej. Wykonać 2 równoległe oznaczania.

f) **Obliczanie wyniku oznaczania.** Zawartość azotanów (X_9) wyrażoną w mg azotanu potasowego na 1 kg (ppm) obliczyć wg wzoru

$$X_9 = 1,465 \cdot \left[p \cdot \frac{10000}{m \cdot V} - X_8 \right] \quad (9)$$

w którym:

- p — stężenie azotynów odczytane z krzywej wzorcowej, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$,
- m — masa próbki, g,
- V — objętość eluatu pobranego do kolorymetrowania, ml,
- X_8 — zawartość azotynów oznaczona w tej samej próbce, mg/kg (ppm),
- 1,465 — współczynnik przeliczeniowy azotynu sodowego na azotan potasowy.

W przypadku wprowadzenia do kolumny 5 ml przesączu odbiałczonego (zamiast 20 ml) licznik ułamka we wzorze wynosi 40000 (zamiast 10000).

3.7.7.7. **Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik oznaczania zawartości azotynów i azotanów należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Wyniki dwóch równoległych oznaczeń wykonanych na tej samej próbce przez tego samego analityka i w tym samym czasie nie powinny różnić się więcej niż o 10%. Wyniki podać z dokładnością do 0,1 mg/kg.

Zawartość azotanów wyrażoną jako azotan potasowy można przeliczać na azotan sodowy i odwrotnie w następujący sposób:

$$\begin{aligned} \text{NaNO}_3 &= 0,84 \cdot \text{KNO}_3, \\ \text{KNO}_3 &= 1,19 \cdot \text{NaNO}_3. \end{aligned}$$

3.7.8. Oznaczanie zawartości białka — wg PN-75/A-04018, stosując szczegółowe parametry, takie jak dla mięsa i przetworów mięsnych o zawartości tłuszczu poniżej 15%.

3.7.9. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń technicznych (metali szkodliwych dla zdrowia)

- arsenu wg PN-59/A-04010,
- ołowiu wg PN-80/A-04011,

- miedzi wg PN-80/A-04012,
- cynku wg PN-59/A-04013,
- cyny wg PN-80/A-04014.

3.7.10. Oznaczanie zawartości pozostałości pestycydów. ΣDDT, ΣHCH i HCB — metodą chromatografii gazowej z detektorem wychwytu elektronów — wykonują wyspecjalizowane laboratoria.

3.8. Badania mikrobiologiczne — wg PN-80/A-75052.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

ZAŁĄCZNIK 1

UKŁAD SKALI 5-PUNKTOWEJ OCENY ORGANOLEPTYCZNEJ KONSERW BOBO-VITA

Wyróżniki jakościowe	Skala punktowa				
	5	4	3	2	1
Zapach	zdecydowany, aromatyczny, odpowiadający ocenianej konserwie	odpowiadający danej konserwie, lecz mało intensywny	słabo zdecydowany	lekko zmieniony, niekorzystny	obcy, nieswoisty, niepożądany
Wygląd	typowy dla danej konserwy, rozdrobnienie ściśle odpowiadające wymaganiom normy, rozmieszczenie składników bardzo równomierne, wiązanie bardzo dobre, barwa charakterystyczna odpowiednia dla poszczególnych składników i zastosowanej technologii	typowy dla danej konserwy, rozdrobnienie składników właściwe, rozmieszczenie składników równomierne, wiązanie dobre, barwa odpowiadająca wymaganiom normy	niewielko nietypowy, rozdrobnienie nietypowe, widoczne pojedyncze fragmenty błony mięsno-ściężniowej, wiązanie dostateczne, barwa nieco ciemniejsza lub nieco jaśniejsza nie odpowiadająca w pełni właściwej barwie wyrobu	odbiegający od typowego, rozdrobnienie niewłaściwe, duże skupiska poszczególnych składników, widoczne ściężna, chrząstki itp. barwa nietypowa niewyrównana	nietypowy, rozdrobnienie złe, niejednorodne rozmieszczenie składników, widoczne liczne ściężna, chrząstki, zupełny brak wiązania, barwa całkowicie zmieniona nie odpowiadająca barwie typowej dla danej konserwy
Konsystencja	bardzo typowa dla danej konserwy, całkowicie zgodna z wymaganiami normy	typowa dla danej konserwy, zgodna z wymaganiami normy	mniej typowa dla danej konserwy, nieco odbiegająca od wymagań normy	nietypowa dla danego asortymentu, odbiegająca od wymagań normy	całkowicie nietypowa dla danego asortymentu, całkowicie odbiegająca od wymagań normy
Smak	bardzo typowy, przyjemny, zharmonizowany	typowy, przyjemny, charakterystyczny dla danego asortymentu, nieco mniej zharmonizowany	niewielko mniej typowy, słabo wyczuwalny lub zbyt intensywny, mało zharmonizowany	niepożądany, nieprzyjemny, smak jełki, przypalony, nieswoisty, metaliczny lub inny obcy	bardzo niepożądany, nietypowy, kwaśny, gorzki, zjełczały, pleśniowy, stęchły, zdecydowanie obcy

ZAŁĄCZNIK 2

WZÓR KARTY OCENY

Karta oceny

Nazwisko i imię

Lp.	Nazwa wyrobu	Numer kodu	Liczba punktów dla poszczególnych wyróżników			
			zapach	wygląd	konsystencja	smak

Data oceny

Podpis

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centralne Laboratorium Przemysłu Koncentratów Spożywczych.

2. 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-75/A-04018 Produkty rolniczo-żywnościowe. Oznaczanie azotu metodą Kjeldahla i przeliczanie na białko
 PN-66/A-04020 Analiza sensoryczna. Zasady ogólne
 PN-65/A-04021 Artykuły żywnościowe. Metody sprawdzania wrażliwości sensorycznej w zakresie smaku i węchu
 PN-80/A-75052 Przetwory owocowe, warzywne i warzywno-mięsne. Badania mikrobiologiczne
 PN-71/A-75101 Przetwory owocowe i warzywne. Przygotowanie próbek. Metody badań fizykochemicznych
 PN-83/N-03010 Statystyczna kontrola jakości. Losowy wybór jednostek produktu do próbki

3. Normy wykorzystane przy opracowywaniu niniejszej normy rozdz. 2 tabl. 1 i 2

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

PN-79/N-03021 Statystyczna kontrola jakości. Kontrola odbiorcza według oceny alternatywnej. Plany badania

4. Autorzy projektu normy — mgr inż. I. Skorupska, dr inż. Janina Sułkowska — Centralne Laboratorium Przemysłu Koncentratów Spożywczych, Poznań, mgr inż. Małgorzata Kwiatkiewicz — Opolskie Zakłady Koncentratów Spożywczych, Opole.

5. Przykład obliczania wyników oceny organoleptycznej. Trzyosobowy zespół wykonał ocenę organoleptyczną konserwy wg 3.5.7 i uzyskał wartości liczbowe dla badanych wyróżników podane w tabelicy.

Numer oceniającego	Wyróżnik			
	zapach	wygląd	konsystencja	smak
1	4,0	4,0	3,0	4,0
2	5,0	4,0	4,0	5,0
3	4,0	3,0	4,0	4,0
średnia wartość	4,33	3,67	3,67	4,33

Ocenę ogólną obliczono posługując się wartościami współczynników ważkości wg tabl. 3.

Ocena ogólna = $4,33 \cdot 0,3 + 3,67 \cdot 0,1 + 3,67 \cdot 0,2 + 4,33 \cdot 0,4 = 4,132$ punkta, co odpowiada jakości dobrej zgodnie z tabl. 4.

Wynik podać z dokładnością do 0,1.