

zmiany

UKD 664.87:620.113

PN-A-79011,-2,3,4,11,5
PN-A-0401912 99
12 59

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Odżywki sypkie Pobieranie próbek i metody badań	8130-04
		Zamiast BN-76/8130-04
		Grupa katalogowa 1299

SPIS TREŚCI

1. WSTĘP

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

2. POBIERANIE I PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK

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

3. METODY BADAŃ

- 3.1. Sprawdzanie jakości opakowań transportowych
- 3.2. Sprawdzanie jakości opakowań jednostkowych
- 3.3. Badania organoleptyczne
- 3.4. Sprawdzanie obecności szkodników żywnościowych i ich pozostałości
- 3.5. Sprawdzanie masy netto opakowań jednostkowych
- 3.6. Sprawdzanie obecności zanieczyszczeń mechanicznych
- 3.7. Oznaczanie stopnia rozdrobnienia

- 3.8. Oznaczanie zawartości wody
- 3.9. Oznaczanie kwasowości ogólnej
- 3.10. Oznaczanie zawartości witaminy C metodą Tillmansa
- 3.11. Oznaczanie stopnia skleikowania skrobi
- 3.12. Oznaczanie zawartości tłuszczu
- 3.12.1. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Weibulla-Stoldta
- 3.12.2. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Röse-Gottlieba
- 3.12.3. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Gerbera
- 3.13. Oznaczanie zawartości popiołu ogólnego
- 3.14. Oznaczanie zawartości popiołu nierozpuszczalnego w 10-procentowym kwasie solnym
- 3.15. Oznaczanie zawartości cukrów
- 3.16. Oznaczanie zawartości białka
- 3.17. Oznaczanie zawartości metali szkodliwych dla zdrowia
- 3.18. Oznaczanie zawartości żelaza
- 3.19. Badania mikrobiologiczne
- 3.20. Oznaczanie zawartości pozostałości pestycydów

ZAŁĄCZNIK

INFORMACJE DODATKOWE

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pobieranie próbek i metody badań odżywek sypkich.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie pobierania próbek i metod badań odżywek sypkich znajdujących się w produkcji i obrocie.

1.3. Terminologia

1.3.1. partia odżywek sypkich — określona liczba wyrobów o tej samej nazwie, w jednakowych opakowaniach jednostkowych, wyprodukowana przez ten sam zakład produkcyjny, oznaczona jednym terminem przydatności do spożycia i przedstawiona do jednorazowego odbioru.

1.3.2. opakowanie jednostkowe — opakowanie zawierające bezpośrednio porcję produktu (np. torebka, pudełko, torba papierowa), powtarzające się jako część partii.

1.3.3. opakowanie transportowe — opakowanie zawierające określoną liczbę opakowań jednostkowych (np. pudło tekturowe, pakiet itp.), zapewniające ochronę zawartości przed uszkodzeniem w czasie przechowywania i transportu.

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

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

1.3.6. próbka laboratoryjna — część produktu wydzielona (pobrana) z próbki ogólnej i przygotowana w sposób zapewniający jej jednorodność o żądanym stopniu. Próbka laboratoryjna jest przeznaczona do badań laboratoryjnych — fizykochemicznych.

1.3.7. próbka do badań — próbka przygotowana z próbki laboratoryjnej. Z niej są pobierane próbki analityczne.

1.3.8. próbka analityczna — część produktu wydzielona (pobrana) z próbki do badań lub (jeżeli nie zachodziła potrzeba jej przygotowania) z próbki laboratoryjnej, przeznaczona w całości do jednego oznaczania lub wykorzystywana bezpośrednio do badania lub obserwacji.

Zgłoszona przez Centralne Laboratorium Przemysłu Koncentratów Spożywczych
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Laboratorium Przemysłu Koncentratów Spożywczych dnia 15 czerwca 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1984 poz. 23)

2. POBIERANIE I PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

2.1. Zasady ogólne

2.1.1. Warunki pobierania próbek. Próbki należy pobierać w warunkach nie wpływających na zmianę właściwości produktu, odpowiednim sprzętem, w taki sposób, aby jakość i skład próbki nie uległy zmianie.

2.1.2. Sprzęt i naczynia użyte do pobierania, przygotowania 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 1.3.1.

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

2.1.5. Wybór opakowań do pobierania próbek z partii powinien być wykonany w sposób losowy, metodą na ślepo. Opakowania z partii oraz próbki z opakowań jednostkowych lub zbiorczych należy pobierać z różnych miejsc, w miarę możliwości z dołu, środka i góry opakowania.

2.2. Pobieranie próbek pierwotnych

2.2.1. Wybór opakowań do pobierania próbek pierwotnych. Z partii odżywek sypkich należy wybrać z różnych miejsc, zależnie od wielkości partii liczbę opakowań transportowych i jednostkowych wg tabl. 1.

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 200 g	201 ÷ 500 g	501 ÷ 2000 g	2001 ÷ 20 000 g
do 10	3	12	7	3	2
11 ÷ 100	4	16	10	4	3
101 ÷ 250	6	18	12	6	4
251 ÷ 500	7	21	15	7	5
powyżej 500	7 ÷ 1	21 ÷ 1	15 ÷ 1	7 ÷ 1	5 ÷ 1
z każdych następnych rozpoczętych 500 sztuk opakowań transportowych					

2.2.2. Sposób pobierania próbek pierwotnych

2.2.2.1. Odżywki sypkie w opakowaniach jednostkowych do 2000 g. Z każdego wybranego wg 2.2.1 opakowania transportowego należy pobrać z różnych miejsc liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 1.

Do badań mikrobiologicznych należy pobrać po 1 opakowaniu jednostkowym z każdego opakowania transportowego wydzielonego wg 2.2.1.

2.2.2.2. Odżywki sypkie w opakowaniach jednostkowych powyżej 2000 g. Z każdego wybranego wg 2.2.1 opakowania jednostkowego, należy pobrać suchym i czystym zgłębnikiem wg PN-74/C-60008 po dwie próbki pierwotne.

Zgłębnik wprowadzać do dna opakowania wzdłuż przekątnych.

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

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

Próbki do badań mikrobiologicznych należy pobrać suchym i jałowym zgłębnikiem. Próbki pobierać po odgarnięciu jałową łyżką lub łopatką górnej warstwy odżywki o grubości około 2 cm.

Próbki pobierać na całą długość zgłębnika i natychmiast przenieść w sposób zapewniający jałowość do suchego i jałowego naczynia. Naczynie z pobraną odżywką zamknąć wyjałowionym korkiem lub nakrętką.

Minimalna masa próbki do badań mikrobiologicznych — około 200 g; masa próbki do badań organoleptycznych i fizykochemicznych — około 200 g.

2.3. Przygotowanie próbek do badań

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

2.3.2. Próbka do sprawdzania obecności szkodników żywnościowych, ich pozostałości oraz zanieczyszczeń mechanicznych stanowią wszystkie próbki pierwotne pobrane wg 2.2.2.1 lub wg 2.2.2.2.

2.3.3. Próbka do sprawdzania masy netto. Z partii odżywek sypkich w opakowaniach jednostkowych do 2000 g należy pobrać z próbki ogólnej 10 opakowań jednostkowych.

Z partii odżywek sypkich w opakowaniach transportowych powyżej 2000 g należy pobrać co najmniej 2 opakowania jednostkowe.

2.3.4. Próbka do badań organoleptycznych. Próbka do badań organoleptycznych stanowi co najmniej jedno opakowanie jednostkowe do 500 g wydzielone z próbek pierwotnych pobranych wg 2.2.2.1. W przypadku komisyjnej oceny organoleptycznej, liczbę opakowań jednostkowych należy odpowiednio zwiększyć.

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

2.3.5. Przygotowanie próbki laboratoryjnej. Próbki pierwotne pobrane wg 2.2.2.1 rozpakować, a wg 2.2.2.2 wprost zsypać na gładką i czystą powierzchnię, dokładnie wymieszać, usypać stożek, rozplaszczyc go w warstwie o zarysie kwadratu i podzielić dwiema listewkami wzdłuż przekątnych na 4 trójkąty, z których dwa przeciwległe należy odrzucić, a z pozostałych po wymieszaniu utworzyć warstwę jak poprzednio. Czynność mieszania i pomniejszania należy powtarzać kilkakrotnie.

nie, tak aby pozostała ilość produktu zabezpieczała przygotowanie jednej, dwóch lub trzech próbek laboratoryjnych.

2.3.6. Ilość i wielkość próbki laboratoryjnej. Wielkość próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 600 g. W przypadku spornym, należy przygotować trzy egzemplarze próbki laboratoryjnej, z których jedną przekazać odbiorcy, drugą producentowi, a trzecią do analizy rozjemczej.

2.3.7. Przygotowanie próbki do badań fizykochemicznych. Z próbki laboratoryjnej odżywek mlecznych, przygotowanej wg 2.3.5, pobrać około 300 g produktu, wymieszać i przenieść do szczelnego i suchego naczynia.

Z próbki laboratoryjnej odżywek zbożowych, przygotowanej wg 2.3.5, pobrać około 400 g produktu, zemleć na elektrycznym młynku laboratoryjnym i przesiać przez sito o wymiarze oczek 0,4 mm.

2.3.8. Opakowanie i znakowanie próbki laboratoryjnej. Każdą próbkę laboratoryjną natychmiast po przygotowaniu należy umieścić w szklanym słoiku lub innym opakowaniu gwarantującym szczelność, czystość i bezwonność.

Na każdym opakowaniu zawierającym próbkę laboratoryjną oraz na etykiecie umieszczonej wewnątrz opakowania należy umieścić 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 i nazwisko, znak pobierającego próbę,
- nazwę zleceniodawcy pobrania próby,
- odciski pieczęci użytych do zabezpieczenia próby,
- podpisaną deklarację o następującej treści:
„Próbkę (pełna nazwa produktu) pobrano i przygotowano zgodnie z BN“.

2.3.9. Protokół pobrania próbek. W przypadku reklamacji, po zakończeniu czynności pobrania próbek i przygotowania próbki laboratoryjnej, należy sporządzić w dwóch egzemplarzach protokół pobrania próbek i przygotowania próbki laboratoryjnej. Protokół powinien zawierać dane wymienione w 2.3.8. Jeden egzemplarz protokołu należy pozostawić u dostawcy, a drugi przekazać odbiorcy.

2.3.10. 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 jakości opakowań transportowych. Opakowania transportowe wydzielone wg 2.2.1 należy poddać ocenie jakościowej, sprawdzając sposób zabezpieczenia przed otwarciem, czytelność nadruku oraz zgodność wykonania opakowania z wymaganiami obo-

wiązujących norm przedmiotowych dotyczących tych wyrobów. Jednocześnie należy sprawdzić zgodność znakowania z wymaganiami normy przedmiotowej.

Następnie przez ogłędziny sprawdzić stan i czystość opakowań. W przypadku występowania oprzędów moli, podać liczbę porażonych opakowań.

3.2. Sprawdzanie jakości opakowań jednostkowych. Próbki pierwotne wydzielone wg 2.2.1 należy poddać ocenie jakościowej, sprawdzając rodzaj opakowania, czystość, sposób umieszczenia etykiety lub litografii na opakowaniu oraz zgodność ich treści z wymaganiami norm przedmiotowych.

W przypadku występowania oprzędów moli podać liczbę porażonych opakowań.

3.3. Badania organoleptyczne

3.3.1. Wymagania ogólne

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

W przypadku przeprowadzenia komisyjnej oceny organoleptycznej, wyposażenie pomieszczeń, sprzęt i warunki przeprowadzania badań organoleptycznych powinny spełniać podstawowe wymagania określone w 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 wykonywana metodą punktową wg 3.3.4, obowiązuje przy analizach arbitrażowych.

3.3.1.2. Temperatura ocenianych próbek. Próbki odżywek poddane badaniom organoleptycznym po przyrządzeniu wg 3.3.4.1 powinny mieć temperaturę $55 \div 60^{\circ}\text{C}$.

3.3.2. Przyrządy i materiały

- a) Naczynia porcelanowe białe lub zlewki szklane pojemności 500 ml, przykryte szkiełkiem zegarkowym.
- b) Cylinder szklany o pojemności 500 ml.
- c) Łyżeczki ze stali nierdzewnej lub porcelanowe.
- d) Waga.
- e) Łażnia wodna z regulacją temperatury.
- f) Termometr o zakresie $0 \div 100^{\circ}\text{C}$ z dokładnością $\pm 1^{\circ}\text{C}$.
- g) Karta oceny.

3.3.3. Badania organoleptyczne przed przyrządzeniem. Próbkę produktu wydzieloną wg 2.3.4 należy wysypać na gładką i czystą powierzchnię i poddać ogłędzinom, sprawdzając wygląd, barwę i zapach.

Wygląd i barwę ocenić wzrokowo określając rodzaj i jednolitość barwy oraz sypkość odżywki. Zapach ocenić za pomocą węchu.

Wyniki oceny określić słownie wg kryteriów jakości podanych w normach przedmiotowych dotyczących tych produktów. W przypadku stwierdzenia odchyień od wymagań normy należy określić rodzaj zmian jakościowych.

3.3.4. Badania organoleptyczne po przyrządzeniu

3.3.4.1. Przygotowanie próbek. Próbkę odżywki wydzieloną wg 2.3.4 po uprzednim zbadaniu wg 3.3.3 przyrządzić wg poz. a) ÷ e).

a) **Bebiko 1.** Odważyć 30 g Bebiko 1 z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 500 ml, dodać 180 ml zimnej wody, wymieszać, podgrzać do wrzenia i gotować przez 3 min.

b) **Bebiko 2R i 2GR.** Odważyć 34 g Bebiko 2R lub Bebiko 2GR, z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 500 ml, dodać 180 ml zimnej wody, wymieszać, podgrzać do wrzenia i gotować przez 3 min.

c) **Kleiki zbożowe.** Do zlewki pojemności 500 ml odmierzyć 200 ml mleka, następnie odważyć 6 g kleiku zbożowego i 10 g cukru, z dokładnością do 0,01 g i przenieść do zlewki z mlekiem. Po wymieszaniu podgrzać do wrzenia i gotować około 1 min.

d) **Kaszki zbożowe błyskawiczne.** Do zlewki pojemności 500 ml odmierzyć 200 ml mleka i zagotować. Do gorącego mleka wsypać 20 g kaszki zbożowej błyskawicznej oraz 5 g cukru, odważonych z dokładnością do 0,01 g. Całość dokładnie wymieszać.

e) **Kaszki mleczno-zbożowe błyskawiczne i kaszki mleczno-zbożowe z owocami błyskawiczne.** Do zlewki pojemności 500 ml odmierzyć 150 ml ciepłej przegotowanej wody (50°C), dodać 50 g kaszki odważonej z dokładnością do 0,01 g. Całość dokładnie wymieszać.

3.3.4.2. Wykonanie badań. Próbkę przyrządzoną wg 3.3.4.1 poddać badaniom organoleptycznym, oceniając poszczególne wyróżniki jakościowe w odniesieniu do wymagań norm przedmiotowych dotyczących poszczególnych wyrobów, w sposób następujący:

— konsystencję i wygląd — oceniać wzrokowo, powoli, przelewając za pomocą łyżki przyrządzoną odżywkę,

— zapach — oceniać przez wąchanie; gdy zapach jest niewyraźny należy próbkę podgrzewać do temperatury 70 ÷ 80°C w kąpeli wodnej i określić zapach uchodzącej pary,

— smak — oceniać, biorąc do ust łyżkę przyrządzonej odżywki i przetrzymując w jamie ustnej przez około 1 min.

3.3.4.3. Wynik oceny organoleptycznej określić metodą opisową z wyszczególnieniem ewentualnych wad lub metodą punktową wg 3.3.5.

3.3.5. Badania organoleptyczne metodą punktową (analiza sensoryczna)

3.3.5.1. Zasada metody punktowej. Metoda punktowa polega na określeniu poziomu poszczególnych wyróżników organoleptycznych przy zastosowaniu wartości liczbowych wg przyjętej skali pięciopunktowej. Całkowita ocena organoleptyczna odżywki jest również wartością liczbową, stanowiącą sumę iloczynów współczynników ważkości i średnich wartości z oceny punktowej poszczególnych wyróżników.

3.3.5.2. Wykonanie badań. Badania organoleptyczne metodą punktową przeprowadzić w warunkach wg 3.3.1 w sposób podany wg 3.3.4.1 oraz 3.3.4.2, porównując jakość kolejnych wyróżników organoleptycznych ocenianej próbki z określeniami słownymi wg tabl. 2 i wpisując odpowiednią notę punktową w karcie oceny wg załącznika.

Układ skali 5-punktowej oceny odżywek sypkich — wg tabl. 2.

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

3.3.5.3. Obliczanie i interpretacja wyników. Po przeprowadzeniu oceny punktowej przez wszystkich członków zespołu oceniającego, należy obliczyć średnie oceny dla każdego wyróżnika organoleptycznego badanej odżywki, a następnie pomnożyć je przez współczynniki ważkości podane w tabl. 3 i zsumować uzyskane iloczyny. Otrzymany wynik porównać ze skalą ocen wg tabl. 4 i ustalić poziom jakości odżywki.

Tablica 2

Lp.	Wyróżniki jakości	Ocena punktowa				
		5	4	3	2	1
1	Wygląd i barwa	charakterystyczne dla danej odżywki	nieznacznie odbiegające od wymagań normy	odbiegające od wymagań normy	wyraźnie odbiegające od wymagań normy	nietypowe
2	Zapach	charakterystyczny dla danej odżywki, intensywny, pełny	charakterystyczny dla danej odżywki	charakterystyczny dla danej odżywki, lecz słabo wyczuwalny, niepełny; bez obcego zapachu	wyczuwalny zapach obcy	wyraźny zapach obcy
3	Smak	bardzo typowy dla danej odżywki, pełny zharmonizowany	typowy dla danej odżywki	niepełny; bez obcego smaku	mało intensywny, niepełny; z posmakiem obcym	wyraźny smak obcy
4	Konsystencja	prawidłowa, zgodna z normą	nieznacznie odbiegająca od wymagań normy	odbiegająca od wymagań normy	wyraźnie odbiegająca od wymagań normy	nieprawidłowa

Wyrób nie nadaje się do obrotu, w przypadku gdy uzyska ocenę za jakość organoleptyczną poniżej 3 punktów lub jedna z ocen uzyskanych wykazała jakość niedostateczną (2 punkty).

Tablica 3

Wyróżniki jakościowe	Współczynniki ważkości organoleptycznej ocen cząstkowych
Wygląd i barwa	0,1
Zapach	0,3
Smak	0,4
Konsystencja	0,2

Tablica 4

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

3.4. Sprawdzanie obecności szkodników żywnościowych i ich pozostałości

3.4.1. Sprawdzanie obecności rozkruszków metodą flotacyjną (metoda odwoławcza)

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

3.4.1.2. Przyrządy i materiały

a) Lupa stereoskopowa powiększająca co najmniej 25-krotnie.

b) Sącze miękkie o średnicy około 150 mm.

3.4.1.3. Odczynniki i roztwory

a) Płyn flotacyjny o składzie: trójchloroetylen 100 ml + denaturat 40 ml, gęstość płynu flotacyjnego $p_{20} = 1,223 \div 1,225 \text{ g/cm}^3$.

b) Fluoresceina, roztwór alkoholowy 0,5% (m/m).

3.4.1.4. Wykonywanie oznaczania. Z próbki pierwotnej pobranej wg 2.2.2.1 lub 2.2.2.2, odważyć około 25 g produktu, wsypać do wysokiej zlewki pojemności 1000 ml, zalać 400 ml płynu flotacyjnego i dokładnie wymieszać pręcikiem szklanym. Po sklarowaniu roztworu, płyn znad osadu zlać ostrożnie na miękkie karbowany sącze umieszczony w szklanym lejku.

Pozostały w zlewce osad zalać ponownie 100 ml płynu flotacyjnego, dokładnie wymieszać pręcikiem szklanym i zdekantowany płyn przelać również na sącze. Czynność tę powtarzać 4-krotnie. Następnie sącze na lejku ostrożnie opłukać roztworem fluoresceiny wprowadzonej za pomocą pipety na brzeg sączka.

Wilgotny sącze zdjąć z lejka i rozłożyć na płycie szklanej. Obecność rozkruszków sprawdzić za pomocą lupy stereoskopowej.

3.4.2. Sprawdzanie obecności rozkruszków żywych metodą przemysłową. Z próbki pierwotnej pobranej wg 2.2.2.1 lub 2.2.2.2, odważyć około 10 g produktu i rozsypać cienką warstwą na szklanej płycie umieszczonej na czarnym papierze. Rozsypany produkt wygładzić za pomocą wałka lub płytki szklanej. Przygotowaną próbkę lekko podgrzać na powierzchni aparatury grzej-

nej lub pod lampą biurową do temperatury nieco wyższej od temperatury otoczenia. Obecność rozkruszków sprawdzić za pomocą lupy powiększającej co najmniej 25-krotnie.

3.4.3. Sprawdzanie obecności pozostałości szkodników

3.4.3.1. Sprawdzanie obecności pozostałości szkodników metodą analityczną. Oznaczanie wykonać metodą flotacyjną wg 3.4.1, stosując lupę stereoskopową powiększającą co najmniej 25-krotnie. Metodę stosować w przypadkach spornych.

3.4.3.2. Sprawdzanie obecności pozostałości szkodników metodą przemysłową. Próbkę odżywki po przeprowadzeniu badań wg 3.4.2 oglądać pod lupą powiększającą co najmniej 25-krotnie, powoli przesypując za pomocą łopatkę masę produktu. Wybrać grudki produktu spowite oprzędem oraz inne pozostałości szkodników, określić ich charakter.

3.4.4. Sprawdzanie obecności innych szkodników. Z próbki pierwotnej pobranej wg 2.2.2.1 lub 2.2.2.2, odważyć około 50 g produktu, rozsypać na płycie szklanej i oglądać pod lupą powiększającą co najmniej 25-krotnie, powoli przesypując za pomocą łopatkę masę produktu. Wybrać szkodniki, określić ich charakter i pochodzenie.

3.5. Sprawdzanie masy netto opakowań jednostkowych

3.5.1. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 2.3.3, w zależności od masy netto opakowań jednostkowych, zważyć pojedynczo opakowania z dokładnością:

a) opakowania o masie netto do 250 g, z dokładnością do 0,5 g,

b) opakowania o masie netto 251 ÷ 500 g, z dokładnością do 1 g,

c) opakowania o masie netto 501 ÷ 2000 g, z dokładnością do 5 g.

Po zważeniu, opakowanie dokładnie opróżnić z zawartości i ponownie zważyć.

3.5.2. Obliczanie wyniku oznaczania. Masę netto opakowania jednostkowego (X_1) wyrażoną w gramach obliczyć wg wzoru

$$X_1 = m - m_1 \quad (1)$$

w którym:

m — masa produktu w opakowaniu, g,

m_1 — masa pustego opakowania, g.

3.5.3. Wynik końcowy oznaczania. Uzyskany wynik powinien się mieścić w granicach odchyłeń ustalonych dla masy netto opakowań jednostkowych wg ustaleń obowiązujących norm przedmiotowych na te odżywki.

3.6. Sprawdzanie obecności zanieczyszczeń mechanicznych. Próbkę przygotowaną wg 2.3.2 rozsypać na gładkiej powierzchni i dokładnie obejrzyć mieszając lub roznosiąc produkt za pomocą łopatkę.

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

3.7. Oznaczanie stopnia rozdrobnienia

3.7.1. Metoda odsiewania na sitach mechanicznych (metoda odwoławcza)

3.7.1.1. Zasada metody polega na przesiewaniu produktu przez zestaw sit i ustalaniu ilości cząstek mniejszych od światła sita (przesiewu).

3.7.1.2. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Odsiewacz mechaniczny o napędzie mimośrodowym umożliwiającym ruch poziomo-obrotowy o skoku 100 mm i $180 \div 200$ obr/min.
- c) Zestaw sit z tkaniną jedwabną lub metalową (sita wymienne, okrągłe o średnicy około 260 mm i wysokości ramki 18 mm).

3.7.1.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć 100 g produktu z dokładnością do 0,1 g.

Zestawić komplet sit o wymiarach oczek zgodnych z wymiarami wg obowiązującej normy przedmiotowej dotyczącej danego produktu. Na górne sito wsypać odważoną próbkę, zamknąć pokrywę, umocować w odsiewaczu mechanicznym cały zestaw sit i przesiewać przez 3 min.

Następnie wyłączyć odsiewacz, ostukać boki sit i ponownie przesiewać próbkę przez 1 min. Po zakończeniu przesiewania, wyjąć krążki z sit i przenieść poszczególne frakcje wydzielone przez odsiewanie (jako pozostałość na sitach lub przesiew na dnie) do wytarowanych zlewów.

Każdą wydzieloną frakcję zważyć oddzielnie z dokładnością do 0,1 g. Suma masy wszystkich frakcji nie może być niższa niż 99 g, przy większych stratach produktu ujawnionych w czasie przesiewania, należy powtórzyć oznaczanie.

3.7.1.4. Wynik końcowy oznaczania wyrazić w % wag. jako przesiew lub pozostałość na sicie. Wynik zaokrąglić do 1%.

3.7.2. Metoda odsiewania na sitach ręcznych (metoda techniczna)

3.7.2.1. Aparatura i przyrządy — wg 3.7.1.2.

3.7.2.2. Wykonanie oznaczania. Z próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 2.3.5 odważyć 100 g produktu z dokładnością do 0,1 g. Zestawić komplet sit o wymiarach oczek zgodnych z wymiarami obowiązującymi wg normy przedmiotowej dla danego produktu. Na górne sito wsypać odważoną próbkę i zamknąć pokrywę. Komplet sit wprowadzić ręcznie w ruch posuwisto-zwrotny, wykonując około 140 suwów na min i przesiewać przez 3 min.

Następnie ostukać boki sit i ponownie przesiewać próbkę przez 1 min. Po zakończeniu przesiewania przenieść poszczególne frakcje do wytarowanych zlewów i zważyć z dokładnością do 0,1 g. Suma masy wszystkich frakcji nie może być niższa niż 99 g.

3.7.2.3. Wynik końcowy oznaczania wyrazić w % wag. jako przesiew lub pozostałość na sicie. Wynik zaokrąglić do 1%.

3.8. Oznaczanie zawartości wody

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

3.8.1.1. Zasada metody polega na suszeniu próbki w temperaturze 105°C i wagowym ustalaniu ubytków w czasie suszenia.

3.8.1.2. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna,
- b) Suszarka elektryczna z termoregulacją o temperaturze $105 \pm 2^\circ\text{C}$.
- c) Eksykator napełniony żelalem krzemionkowym lub chlorkiem wapniowym.
- d) Naczynka wagowe o średnicy około 50 mm z doszlifowanymi przykrywkami.

3.8.1.3. Wykonanie oznaczania. Do uprzednio wytarowanych naczynek odważyć $1,0 \div 2,0$ g próbki analitycznej z dokładnością do 0,001 g.

Naczynka z odważką wstawić do suszarki uprzednio nagrzanej do temperatury 105°C i suszyć przez 4 h. Następnie przenieść do eksykatora i po ochłodzeniu do temperatury otoczenia zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.8.1.4. 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 — masa naczynka pustego, g,
- m_1 — masa naczynka z produktem przed suszeniem, g,
- m_2 — masa naczynka z produktem po suszeniu, g.

3.8.1.5. 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 0,01.

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

3.8.2.1. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Suszarka elektryczna wg 3.8.1.2 lub aparat do oznaczania wilgotności typu Fab-1.
- c) Eksykator wg 3.8.1.2.
- d) Szklane naczynka wagowe wg 3.8.1.2 lub naczynka aluminiowe o średnicy 60 mm i wysokości 25 mm.

3.8.2.2. Wykonanie oznaczania. Do uprzednio wytarowanych szklanych naczynek odważyć $1,0 \div 2,0$ g próbki analitycznej z dokładnością do 0,001 g lub do wytarowanych naczynek aluminiowych odważyć 10,0 g próbki analitycznej odżywek mlecznych lub 5,0 g próbki analitycznej odżywek zbożowych, z dokładnością do 0,01 g. Próbki suszyć w temperaturze 105°C przez 2 h.

Naczynka szklane z wysuszonym produktem przenieść do eksykatora i po ochłodzeniu zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.8.2.3. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość wody obliczyć w procentach wg 3.8.1.4.

Przy zastosowaniu aparatu typu Fab-1 i odważce 10,0 g zawartość wody w procentach odczytać bezpośrednio ze skali wagi. Przy odważce 5,0 g odczyt ze skali wagi pomnożyć przez 2.

3.8.2.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,3.

Wynik podać z dokładnością do 0,1.

3.9. Oznaczanie kwasowości ogólnej

3.9.1. Zasada metody polega na zobojętnieniu wolnych kwasów roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

3.9.2. Aparatura i przyrządy

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

3.9.3. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N,
- b) Fenoloftaleina cz.d.a., roztwór alkoholowy 2% (m/m).

3.9.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g próbki analitycznej z dokładnością do 0,01 g i przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 200 ml. Dodać stopniowo 100 ml wody destylowanej ogrzanej do temperatury 50°C. Po otrzymaniu jednolitego roztworu dodać 3 krople fenoloftaleiny i miareczkować 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego do jasnoróżowego zabarwienia utrzymującego się przez 30 s. W przypadku miareczkowania zawiesiny o ciemnej barwie należy przygotować drugą kolbę z zawiesiną miareczkowaną w celu porównania barwy.

3.9.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Kwasowość (X_3) wyrażoną w stopniach obliczyć wg wzoru

$$X_3 = 20 \cdot V \cdot n \quad (3)$$

w którym:

- V — objętość wodorotlenku sodowego zużyta do miareczkowania, ml,
- n — normalność roztworu wodorotlenku sodowego,
- 20 — współczynnik do przeliczania kwasowości w stopniach na 100 g produktu.

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

3.10. Oznaczanie zawartości witaminy C metodą Tillmansa

3.10.1. Zasada metody polega na redukcji barwnego roztworu 2,6 — dwuchlorofenolindofenolu w obecności kwasu L-askorbinowego do bezbarwnego leuko-związku.

3.10.2. Oznaczanie zawartości witaminy C — techniką potencjometrycznego miareczkowania (metoda odwoławcza)

3.10.2.1. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Cylinder pomiarowy z doszlifowanym korkiem, pojemności 25 ml lub kolba pomiarowa z doszlifowanym korkiem, pojemności 25 ml.
- c) Kolba stożkowa z doszlifowanym korkiem, pojemności 200 ml.
- d) Kolba stożkowa pojemności 100 ml.
- e) Mikrobiureta pojemności 5 ml z dokładnością odczytu 0,01 ml.
- f) Pipeta pojemności 5 i 10 ml.
- g) Moździerz porcelanowy.

h) Zestaw do miareczkowania potencjometrycznego (pehametr i elektrody platynowa i kalomelowa).

i) Mieszadło elektromagnetyczne.

3.10.2.2. Odczynniki, roztwory i materiały

- a) Siarczek sodowy cz.d.a. ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)
- b) Kwas siarkowy lub kwas solny cz.d.a., roztwór 1 N.
- c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10% (m/m).
- d) Fenoloftaleina wg 3.9.3.
- e) Oranż metylowy, roztwór 1% (m/m).
- f) Chlorek rtęciowy cz.d.a. (HgCl_2).
- g) Alkohol etylowy absolutny.
- h) Barwnik 2,6-dwuchlorofenolindofenol cz.d.a.
- i) Jodek potasowy cz.d.a.
- j) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,01 N.
- k) Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1% (m/m).
- l) Kwaśny węglan sodowy, cz.d.a.
- ł) Kwas szczawiowy cz.d.a., roztwór 2% (m/m).

Roztwór należy sprawdzić dodając 1 kroplę barwnika do 5 ml roztworu. Wystąpienie trwałego różowego zabarwienia dowodzi, że użyty roztwór nie jest zanieczyszczony.

m) Bibuła filtracyjna.

3.10.2.3. Przygotowanie molarnego roztworu siarczanu sodowego. Odważyć około 30 g siarczanu sodowego, rozpuścić w około 50 ml gorącej wody destylowanej, ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Roztwór sprawdzić przez miareczkowanie 1N roztworem kwasu siarkowego lub solnego wobec fenoloftaleiny lub oranżu metylowego. Przy miareczkowaniu wobec fenoloftaleiny na jedną objętość roztworu siarczanu sodowego powinno zużywać się około 1,1 objętości kwasu siarkowego lub kwasu solnego. Przy miareczkowaniu wobec oranżu metylowego na jedną objętość siarczanu sodowego powinno zużywać się 1,8 objętości kwasu siarkowego lub solnego. Molarne roztwory siarczanu sodowego przechowywać w temperaturze około +5°C.

3.10.2.4. Przygotowanie molarnego roztworu chlorku rtęciowego. Odważyć 27,15 g chlorku rtęciowego, rozpuścić w absolutnym alkoholu etylowym, przenieść ilościowo do kolbki pomiarowej pojemności 100 ml i uzupełnić alkoholem do kreski.

Sublimat (HgCl_2) jest trucizną.

3.10.2.5. Przygotowanie 0,001N roztworu 2,6-dwuchlorofenolindofenolu. Odważyć 0,25 g 2,6-dwuchlorofenolindofenolu i 0,05 g kwaśnego węglanu sodowego, przenieść ilościowo przy użyciu wody destylowanej do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, dopełnić wodą destylowaną do kreski, wymieszać i postawić w ciemnym miejscu na 24 h. Następnie roztwór przesączyć przez sączek fałdowany do suchej butelki z ciemnego szkła.

Roztwór barwnika przechowywać w temperaturze około +5°C i sprawdzać miano co 14 dni.

3.10.2.6. Oznaczanie miana roztworu 2,6-dwuchlorofenolindofenolu. Odważyć 1,5 g jodku potasowego z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do kolbki stożkowej pojemności 200 ml i rozpuścić w 20 ml świeżo przygotowanej wody destylowanej.

Następnie dodać 2 ml 10% (m/m) kwasu siarkowego, 25 ml roztworu barwnika 2,6-dwuchlorofenolindofenolowego, kolbę zamknąć i postawić w ciemnym miejscu na 15 min.

Następnie wydzielony jod miareczkować 0,01N roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi.

Równolegle należy przygotować próbę odczynnikową (zerową) z roztworem jodku potasowego przy użyciu 25 ml wody destylowanej zamiast barwnika indofenolowego. W przypadku powstania niebieskiego zabarwienia w obecności skrobi, należy wykonać miareczkowanie roztworem 0,01N tiosiarczanu sodowego.

Współczynnik miana roztworu 2,6-dwuchlorofenolindofenolu obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{(V - V_2) \cdot n}{V_1} \cdot 1000 \quad (4)$$

w którym:

V — objętość 0,01N roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania, ml,

V_1 — objętość 2,6-dwuchlorofenolindofenolu wzięta do miareczkowania, ml,

V_2 — objętość 0,01N roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania próby odczynnikowej, ml,

n — normalność roztworu tiosiarczanu sodowego.

3.10.2.7. Przygotowanie próby do oznaczania witaminy C. Odważyć 12,5 g próbki analitycznej z dokładnością do 0,01 g, przenieść do moździerza, dokładnie rozetrzeć tłuczkiem, dodając stopniowo około 50 ml wody destylowanej o temperaturze 40°C.

Następnie roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, ochłodzić, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

Do cylindra lub kolby pomiarowej pojemności 25 ml odmierzyć kolejno 1,75 ml molarnego roztworu siarczku sodowego, 3,5 ml 1 N roztworu kwasu solnego lub siarkowego i 12,5 ml roztworu badanego. Kolbę lub cylinder zamknąć korkiem, zawartość dobrze wymieszać i pozostawić na 15 min.

Następnie dodać 2,5 ml molarnego roztworu chlorku rtęciowego, dopełnić wodą destylowaną do objętości 25 ml, zamknąć korkiem i całość dokładnie wymieszać. Zawartość kolby przesączyć przez mały fałdowany sączek do suchej kolby stożkowej. Pierwszą porcję małego klarownego filtratu zawrócić na sączek i powtórnie przesączyć.

3.10.2.8. Wykonanie oznaczania techniką potencjometrycznego miareczkowania. Zestaw do miareczkowania należy skompletować wg instrukcji załączonej do pehametru. Następnie do zlewki pojemności 100 ml odpipetować 5 ml klarownego przesączu przygotowanego wg 3.10.2.7, dodać 40 ml kwasu szczawiowego jako stabilizatora, wprowadzić elektrody, włączyć mieszadło elektromagnetyczne i zmierzyć potencjał.

Następnie z biurety dodawać małymi porcjami barwnik indofenolowy przy jednoczesnym mieszaniu miareczkowanej próbki mieszadłem. Proces miareczkowania należy śledzić na podstawie spadku potencjału,

do momentu osiągnięcia punktu końcowego miareczkowania wyrażonego najniższym potencjałem. Równolegle należy wykonać kilka oznaczeń, rejestrując objętość zużytego barwnika przypadającą na punkt końcowy miareczkowania.

3.10.2.9. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość ogólnej witaminy C (X_4) obliczyć w mg/100 g produktu wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot f \cdot 0,088 \cdot 200}{m \cdot V_1} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

V — objętość roztworu 2,6-dwuchlorofenolindofenolu zużyta do miareczkowania, ml,

V_1 — objętość roztworu badanego wzięta do miareczkowania, ml,

f — współczynnik miana 2,6-dwuchlorofenolindofenolu,

m — masa próbki, g,

0,088 — ilość mg kwasu *l*-askorbinowego odpowiadająca 1 ml 0,001N roztworu 2,6-dwuchlorofenolindofenolu.

3.10.2.10. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10%.

Wynik podać z dokładnością do 0,01.

3.10.3. Oznaczanie zawartości witaminy C techniką wizualnego miareczkowania (metoda techniczna)

3.10.3.1. Aparatura i przyrządy — wg 3.10.2.1, oprócz pozycji h) ÷ i).

3.10.3.2. Odczynniki, roztwory i materiały — wg 3.10.2.2.

3.10.3.3. Przygotowanie i sprawdzanie miana roztworów — wg 3.10.2.3 do 3.10.2.6.

3.10.3.4. Przygotowanie próby do oznaczania witaminy C — wg 3.10.2.7.

3.10.3.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 50 ml pobrać 10 ml klarownego przesączu przygotowanego wg 3.10.2.7 i miareczkować 0,001N roztworem 2,6-dwuchlorofenolindofenolu do momentu otrzymania lekko różowego zabarwienia utrzymującego się przez 30 s.

3.10.3.6. Obliczanie wyniku oznaczania — wg 3.10.2.9.

3.10.3.7. Wynik końcowy oznaczania — wg 3.10.2.10.

3.11. Oznaczanie stopnia skleikowania skrobi

3.11.1. Zasada metody polega na enzymatycznej hydrolizie skrobi w próbce nie poddanej całkowitemu skleikowaniu, jodometrycznym oznaczaniu powstałych cukrów redukujących i przeliczeniu ich na stopień skleikowania skrobi.

3.11.2. Aparatura i przyrządy

a) Waga analityczna.

b) Łaźnia wodna z termoregulacją lub termostat.

c) Grzejnik elektryczny.

3.11.3. Odczynniki i roztwory

a) Diastaza cz.d.a. (np. firmy Merck 3029), roztwór 1% (m/m).

b) Chlorek wapniowy ($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) cz.d.a., roztwór 3% (m/m).

- c) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 30% (m/m).
- d) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 6N.
- e) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,05N.
- f) Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1% (m/m).
- g) Odczynnik Luffa-Schoorla: odważyć 388,0 g krystalicznego węglanu sodowego ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) cz.d.a. i rozpuścić w 400 ml destylowanej wody o temperaturze około 30°C. Następnie odważyć 50 g kwasu cytrynowego cz.d.a., rozpuścić w 50 ml wody destylowanej; 25 g siarczanu miedziowego ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) cz.d.a., rozpuścić w 100 ml podgrzanej wody destylowanej.

Roztwory przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, ochłodzić, dopełnić wodą destylowaną do kreski, wymieszać i przesączyć.

3.11.4. Wykonanie oznaczania zawartości skrobi całkowicie skleikowanej. Odważyć 0,4 g próbki analitycznej z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo przy użyciu około 100 ml wody destylowanej do kolby stożkowej pojemności 200 ml i pozostawić na 2 h w temperaturze otoczenia. Po tym czasie zawartość kolby gotować na grzejniku elektrycznym z siatką azbestową przez 10 min. Następnie kolbę ochłodzić strumieniem zimnej wody do temperatury około 25°C, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml, dodać 1 ml roztworu chlorku wapniowego, 20 ml świeżo przygotowanego roztworu diastazy i dopełnić wodą destylowaną do kreski.

Kolbę wraz z zawartością wstawić do łaźni wodnej o temperaturze 40°C i ogrzewać przy kilkakrotnym wstrząsaniu w ciągu 1 h. Następnie kolbę ochłodzić, uzupełnić wodą destylowaną do 200 ml i przesączyć. Do kolby stożkowej pojemności 500 ml odmierzyć 25 ml odczynnika Luffa-Schoorla i 25 ml badanego roztworu, wrzucić kawałki porowatej porcelany i ogrzewać na grzejniku elektrycznym do wrzenia, utrzymując w stanie łagodnego wrzenia 10 min. Następnie kolbę z zawartością szybko ochłodzić strumieniem zimnej wody do temperatury około 25°C, dodać 10 ml roztworu jodku potasowego, 25 ml roztworu kwasu siarkowego i wytrząsać zawartość kolby do zaniku wydzielania się banieczek gazu.

Zawartość kolby miareczkować roztworem 0,05N tiosiarczanu sodowego do bladoróżowego zabarwienia. Następnie dodać 1 ml roztworu skrobi i miareczkować do zmiany barwy z niebieskiej na kremową.

3.11.5. Wykonanie oznaczania zawartości skrobi skleikowanej. Oznaczanie wykonać wg 3.11.4 z pominięciem czynności gotowania.

3.11.6. Próba odczynnikowa (zerowa). Równolegle przygotować próbę odczynnikową (zerową). Do kolby pomiarowej pojemności 200 ml odmierzyć 1 ml 3-procentowego roztworu chlorku wapniowego, 20 ml świeżo przygotowanego roztworu diastazy i dopełnić wodą destylowaną do kreski.

Do kolby stożkowej pojemności 500 ml odmierzyć 25 ml tak przygotowanego roztworu, dodać 0,05 g badanego produktu, 25 ml odczynnika Luffa-Schoorla i dalej postępować wg 3.11.4.

3.11.7. Obliczanie wyniku oznaczania. Stopień skleikowania skrobi (X_s) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_s = \frac{V_1 - V}{V_1 - V_2} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

- V — objętość 0,05N roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania próbki skrobi skleikowanej, ml,
- V_1 — objętość 0,05N roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania próbki odczynnikowej (zerowej), ml,
- V_2 — objętość 0,05N roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania próbki skrobi całkowicie skleikowanej, ml.

3.11.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 5,0.

Wynik podać z dokładnością do 1%.

3.12. Oznaczanie zawartości tłuszczu

3.12.1. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Weibulla-Stoldta (metoda odwoławcza)

3.12.1.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do odżywek zbożowych.

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

3.12.1.3. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Aparat ekstrakcyjny Soxhleta, Butta lub inny pojemności kolb 200 ÷ 250 ml.
- c) Łaźnia wodna z termoregulacją.
- d) Grzejnik elektryczny lub piec elektryczny przeciwybuchowy.
- e) Suszarka elektryczna wg 3.8.1.2 lub suszarka próżniowa.
- f) Eksykator wg 3.8.1.2.
- g) Kolba stożkowa ze szlifem pojemności 250 lub 300 ml.
- h) Chłodnica zwrotna kulkowa.

3.12.1.4. Odczynniki, roztwory i materiały

- a) Kwas solny cz., roztwór 4N.
- b) Eter naftowy świeżo przedestylowany (frakcja 40 ÷ 60°C).
- c) Azotan srebra cz., roztwór 1% (m/m).
- d) Wata, gilza lub bibuła do sączenia (odtłuszczone).
- e) Substancje ułatwiające wrzenie: pumeks lub porcelanka.

Materiały wymienione w poz. d) i e) umieścić w aparacie Soxhleta lub innym, ekstrahować eterem przez 4 h, wysuszyć w suszarce i przechowywać w szczelnie zamkniętym słoiku.

Używane rozpuszczalniki nie powinny pozostawiać zanieczyszczeń po ich odparowaniu.

Eter naftowy jest łatwopalny.

3.12.1.5. Wykonanie oznaczania

a) **Hydroliza.** Do kolby stożkowej odważyć około 5,0 g próbki analitycznej z dokładnością do 0,001 g. Próbkę zalać 100 ml kwasu solnego i dodać kilka granulików pumeksu lub porcelanki. Kolbę połączyć z chłodnicą kulkową i ogrzewać, utrzymując w stanie łagodnego wrzenia przez 15 min.

Następnie przemyć chłodnicę 100 ml gorącej wody destylowanej i wlać do kolby z próbką. Po ochłodzeniu, zawartość kolby przenieść ilościowo na zwilżony wodą destylowaną karbowany sączonek przygotowany z odłuszczonej bibuły. Pozostałość na sączku przemywać ciepłą wodą destylowaną do zaniku reakcji na chlorki (próba z azotanem srebra).

Następnie sączonek wraz z zawartością umieścić na szkiełku zegarkowym i suszyć w suszarce w temperaturze $102 \div 105^{\circ}\text{C}$ przez 2 h. Wysuszony sączonek przenieść do gilzy wykonanej z odłuszczonej bibuły. Szkiełko zegarkowe wytrzeć watą zwilżoną eterem, którą następnie przenieść do gilzy.

b) **Ekstrakcja.** Gilzę, po szczelnym zamknięciu watą, umieścić w aparacie ekstrakcyjnym połączonym z wysuszoną i wytarowaną kolbą zawierającą substancję ułatwiającą wrzenie. Do ekstraktora wlać tyle eteru naftowego, aby przelał się do kolby ekstrakcyjnej, po czym dodać jeszcze połowę dolanej ilości eteru. Ekstraktor połączyć z chłodnicą i ekstrahować na wrzącej łaźni wodnej przez 6 h, w ciągu których powinno nastąpić co najmniej 50 przelewów.

W przypadku zastosowania do ekstrakcji aparatu Puzanova, gilzę po szczelnym zamknięciu watą umieścić w koszyczku, połączyć z ekstraktorem oraz wysuszoną i wytarowaną kolbą zawierającą substancję ułatwiającą wrzenie. Do kolby odmierzyć 100 ml eteru, tłuszcz ekstrahować 4 h przy szybkości kroplenia $3 \div 5$ kropel na s.

Po zakończeniu ekstrakcji rozpuszczalnik oddestylować, kolbę odłączyć od ekstraktora i odparować resztki rozpuszczalnika na gorącej łaźni wodnej. Kolbę z wyekstrahowanym tłuszczem suszyć w suszarce w temperaturze 90°C lub w suszarce próżniowej w temperaturze $60 \div 65^{\circ}\text{C}$ o ciśnieniu roboczym nie większym niż 6670 Pa (50 mm Hg) przez 1 h.

Kolbę po ochłodzeniu w eksykatorze, zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Następnie ponownie wstawić kolbę do suszarki i suszyć przez 1 h. Jeżeli różnica między kolejnymi ważeniami nie przekracza 0,001 g suszenie należy uważać za zakończone.

W przypadku wzrostu masy kolby z zawartością, do obliczeń przyjąć wynik poprzedniego ważenia.

3.12.1.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100 \quad (7)$$

w którym:

m — masa próbki, g,

m_1 — masa pustej kolby, z pumeksem lub porcelanką, g,

m_2 — masa kolby z wyekstrahowanym tłuszczem, pumeksem lub porcelanką po wysuszeniu, g.

3.12.1.7. 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 0,01.

3.12.2. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Röse-Gottlieba (metoda odwoławcza)

3.12.2.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do odżywek mlecznych.

3.12.2.2. Zasada metody polega na rozpuszczaniu substancji białkowych wodorotlenkiem amonowym, ekstrakcji tłuszczu rozpuszczalnikami organicznymi, oddestylowaniu rozpuszczalników i wagowym oznaczaniu tłuszczu.

3.12.2.3. Aparatura i przyrządy

a) Waga analityczna.

b) Aparaty ekstrakcyjne wg 3.12.1.3b).

c) Łaźnia wg 3.12.1.3c).

d) Cylinder pomiarowy z doszlifowanym korkiem pojemności 150 ml lub kolba z doszlifowanym korkiem pojemności 150 ml.

e) Lewarek (rurka szklana średnicy 5 mm, zgięta dwukrotnie pod kątem prostym o długości ramion 28 i 32 cm, krótsze ramię rurki osadzone w korku dopasowanym do cylindra).

f) Kolba ekstrakcyjna pojemności 200 ml.

3.12.2.4. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek amonowy cz., roztwór 25% (m/m).

b) Alkohol etylowy 96% (V/V), lub alkohol etylowy skażony alkoholem metylowym.

c) Eter etylowy cz., świeżo przedestylowany (frakcja $34 \div 35^{\circ}\text{C}$).

d) Eter naftowy cz., świeżo przedestylowany (frakcja $40 \div 60^{\circ}\text{C}$).

Używane rozpuszczalniki nie powinny pozostawiać zanieczyszczeń po ich odparowaniu.

Eter etylowy i alkohol metylowy są zaliczane do trujących. Wszystkie stosowane rozpuszczalniki są łatwopalne.

3.12.2.5. Wykonanie oznaczania. Na szkiełku zegarkowym odważyć około 1,5 g próbki analitycznej z dokładnością do 0,001 g. Odważyć ilościowo przenieść do cylindra pomiarowego lub kolby stożkowej.

Dodać stopniowo około 10 ml wody destylowanej o temperaturze $40 \div 50^{\circ}\text{C}$ i mieszać do całkowitego rozpuszczenia się próbki. Następnie dodać 1,5 ml wodorotlenku amonowego i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze $60 \div 70^{\circ}\text{C}$ przez 15 min, kilkakrotnie mieszając. Zawartość ochłodzić, dodać 10 ml alkoholu etylowego, zamknąć korkiem i wytrząsać 30 s. Następnie dodawać kolejno po 25 ml eteru etylowego i eteru naftowego, każdorazowo wytrząsając przez 1 min. Cylinder lub kolbę z próbą pozostawić na 2 h do całkowitego rozwarstwienia i wyklarowania warstwy eterowo-tłuszczowej. Warstwę eterowo-tłuszczową ostrożnie ściągnąć za pomocą lewarka lub zdekantować do uprzednio wysuszonej i wytarowanej kolby ekstrakcyjnej. Ramię lewarka zanurzone w warstwie eterowo-

-tłuszczowej spłukać do kolby niewielką ilością eteru naftowego. Ekstrakcję powtórzyć 2-krotnie, używając za każdym razem po 25 ml eteru etylowego i naftowego.

Po dodaniu każdego z rozpuszczalników zawartość wstrząsać przez 1 min i odstawić na 1 h.

Warstwę eterowo-tłuszczową każdorazowo ściągnąć lewarkiem lub zdekantować do wytarowanej kolby ekstrakcyjnej. Następnie mieszaninę rozpuszczalników oddestylować, a kolbę z pozostałością suszyć w suszarce w temperaturze 90°C lub w suszarce próżniowej o ciśnieniu roboczym nie większym niż 6670 Pa (50 mm Hg), w temperaturze 60 ÷ 65°C przez 1 h. Po ochłodzeniu w eksykatorze, kolbę zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Następnie ponownie wstawić kolbę do suszarki i suszyć przez 1 h. Jeżeli różnica między kolejnymi ważeniami nie przekracza 0,001 g suszenie należy uważać za zakończone, w przeciwnym razie należy suszyć jeszcze raz przez 1 h. W przypadku wzrostu masy kolby z zawartością, do obliczeń przyjąć wynik poprzedniego ważenia.

3.12.2.6. Próba odczynnikowa (zerowa). Równolegle przygotować próbę odczynnikową wykonując oznaczenie wg 3.12.2.5 przy zastosowaniu odczynników bez badanego produktu.

3.12.2.7. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tłuszczu (X_7) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{m_2 - (m_1 + m_3)}{m} \cdot 100 \quad (8)$$

w którym:

- m — masa próbki, g,
- m_1 — masa pustej kolby, g,
- m_2 — masa kolby z tłuszczem po wysuszeniu, g,
- m_3 — próba zerowa, g.

3.12.2.8. 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 0,01.

3.12.3. Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Gerbera (metoda techniczna)

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

3.12.3.2. Aparatura i przyrządy

- a) Waga analityczna.
- b) Wirówka Gerbera.
- c) Tłuszczomierz Teicherta.

3.12.3.3. Odczynniki

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. o gęstości $\rho_{20} = 1,815 \text{ g/cm}^3$.
- b) Alkohol izoamylowy cz.d.a., o gęstości $\rho_{20} = 0,815 \text{ g/cm}^3$.

3.12.3.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,5 g próbki analitycznej z dokładnością do 0,001 g i przenieść ilościowo do tłuszczomierza, do którego uprzednio odmierzyć: 10 ml kwasu siarkowego, 8 ml wody destylowanej, 1 ml alkoholu izoamylowego. Tłuszczomierz zamknąć gumowym korkiem i silnie wstrząsać w celu rozpuszczenia próbki w warstwie wodnoalkoholowej.

Całą zawartość tłuszczomierza mieszać przez 5 min, następnie wstawić tłuszczomierz do łaźni wodnej o temperaturze 65 ÷ 70°C na 30 min (zawartość tłuszczomierza powinna znajdować się poniżej poziomu wody). W czasie ogrzewania, tłuszczomierz należy kilkakrotnie wstrząsnąć w celu całkowitego rozpuszczenia się produktu. Następnie tłuszczomierz wirować w wirówce Gerbera przez 5 min, przy zastosowaniu 1000 obr/min. Po zakończeniu wirowania, tłuszczomierz ponownie umieścić w łaźni wodnej na 5 min.

Zawartość tłuszczu odczytać na skali tłuszczomierza, regulując za pomocą korka poziom podziałki zerowej. (W przypadku regulowania poziomu słupka tłuszczu, tłuszczomierz należy ponownie ogrzewać w łaźni wodnej przez 5 min).

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

3.12.3.6. 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.

3.13. Oznaczanie zawartości popiołu ogólnego

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

3.13.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Waga analityczna.
- b) Piec elektryczny z termoregulacją.
- c) Grzejnik elektryczny.
- d) Eksykator wg 3.8.1.2.
- e) Tygle porcelanowe lub kwarcowe przygotowane wg 3.13.3.

3.13.3. Przygotowanie tygli. Tygle dokładnie umyć, wypłukać wodą destylowaną, wysuszyć i wyprażyć do stałej masy w piecu o temperaturze 900 ± 20°C. Następnie tygle wstawić do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.13.4. Wykonanie oznaczania. Do wytarowanych tygli odważyć 2,0 ÷ 3,0 g próbki analitycznej z dokładnością do 0,001 g. Zawartość tygli zwęglić na grzejniku elektrycznym. Po zwęgleniu tygle wstawić do komory pieca i spopielać w temperaturze 500 ± 20°C (odżywki mleczne) lub 900 ± 20°C (odżywki zbożowe) aż do uzyskania jednolitej szarej barwy. Następnie tygle z popiołem wyjąć z pieca i przenieść do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.13.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość popiołu ogólnego (X_8) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_8 = \frac{m_2 - m}{m_1 - m} \cdot 100 \quad (9)$$

w którym:

- m — masa tygla pustego, g,
- m_1 — masa tygla z produktem, g,
- m_2 — masa tygla z popiołem, g.

3.13.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,02.

Wynik podać z dokładnością do 0,01.

3.14. Oznaczanie zawartości popiołu nierozpuszczalnego w 10-procentowym kwasie solnym

3.14.1. Zasada metody polega na traktowaniu popiołu ogólnego 10-procentowym roztworem kwasu solnego, ilościowym oddzieleniu substancji nierozpuszczalnych i wagowym oznaczaniu ich ilości.

3.14.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- Suszarka elektryczna wg 3.8.1.2.
- Łaźnia wodna z termoregulacją.
- Sączki ilościowe do spalań.
- Pozostała aparatura i przyrządy wg 3.13.2.

3.14.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 10% (m/m).
- Azotan srebra cz., roztwór 1% (m/m).

3.14.4. Wykonanie oznaczania. Do tygla z popiołem ogólnym otrzymanym wg 3.13.4 dodać 5 ml 10-procentowego kwasu solnego i ogrzewać we wrzącej łaźni wodnej przez 15 min. Następnie zawartość tygla przesączyć przez sączek ilościowy, wypłukując ilościowo tygiel gorącą wodą destylowaną do zaniku reakcji na chlorki (próba z AgNO_3).

Przemyty osad wraz z sączkiem włożyć do ponownie wyżarzonego i wytarowanego tygla, suszyć w suszarce, zwęglić na grzejniku elektrycznym, a następnie wyżarzać w piecu elektrycznym w temperaturze $500 \pm 20^\circ\text{C}$ (odżywki mleczne) lub $900 \pm 20^\circ\text{C}$ (odżywki zbożowe) przez 1 h. Tygiel wstawić do eksykatora, ochłodzić do temperatury otoczenia i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

3.14.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość popiołu nierozpuszczalnego w 10% HCl (X_9) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_9 = \frac{m_2 - m}{m_1 - m} \cdot 100 \quad (10)$$

w którym:

- m — masa tygla pustego, g,
 m_1 — masa tygla z produktem, g,
 m_2 — masa tygla z popiołem nierozpuszczalnym w HCl 10% (m/m), g.

3.14.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną trzech równoległych oznaczeń.

Wynik podać z dokładnością do 0,01.

3.15. Oznaczanie zawartości cukrów

3.15.1. Oznaczanie zawartości laktozy i sacharozy metodą Bertranda (metoda odwoławcza) — wg BN-71/8041-03.

3.15.2. Oznaczanie zawartości laktozy i sacharozy metodą Lane-Eynona (metoda techniczna)

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

3.15.2.2. Aparatura i przyrządy

- Waga analityczna.
- Grzejnik elektryczny.
- Łaźnia wodna wg 3.12.1.3c).
- Eksykator wg 3.8.1.2c).
- Biureta z bocznym kranem, pojemności 50 ml.
- Kolby stożkowe pojemności $250 \div 300$ ml.
- Kolby pomiarowe pojemności 250 ml.
- Pipety pojemności 1, 5, 10, 25 i 50 ml.

3.15.2.3. Odczynniki i roztwory

- Roztwór Carreza I; żelazocjanek potasowy $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ cz.d.a., roztwór 15% (m/m).
- Roztwór Carreza II; siarczan cynkowy $(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$ cz.d.a., roztwór 30% (m/m).
- Roztwór Fehlinga I; odważyć 69,280 g siarczanu miedziowego $(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ cz.d.a., i rozpuścić wodą destylowaną w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml.
- Roztwór Fehlinga II; odważyć 346,0 g winianu sodowo-potasowego $(\text{NaK C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ cz.d.a. i rozpuścić w około 700 ml wody destylowanej; 100,0 g wodorotlenku sodowego (NaOH) cz.d.a., rozpuścić w około 200 ml wody destylowanej. Roztwory przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.
- Kwas solny, cz.d.a., o gęstości $\rho(\text{HCl}) = 1,9 \text{ g/cm}^3$.
- Tiosiarczan sodowy, cz.d.a., roztwór 0,1N.
- Błękit metylenowy cz., roztwór 1% (m/m).
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1N.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 20% (m/m).
- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 10% (m/m).
- Oranż metylowy, roztwór 0,1% (m/m).
- Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1% (m/m).
- Sacharoza cz.d.a.

3.15.2.4. Sprawdzanie roztworów Fehlinga. Sprawdzenie roztworu Fehlinga I. Do kolby stożkowej pojemności 200 ml odmierzyć pipetą 5 ml Fehlinga I, dodać 50 ml wody destylowanej, 1 ml 1N roztworu kwasu siarkowego, 20 ml roztworu jodku potasowego i miareczkować 0,1N roztworem tiosiarczanu sodowego wobec kilku kropel roztworu skrobi, do zaniku barwy niebieskiej. 1 ml 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego odpowiada 24,968 mg siarczanu miedziowego. Ścisłe określona zawartość siarczanu miedziowego w roztworze Fehlinga I warunkuje prawidłowość wyników oznaczania.

Sprawdzanie roztworów Fehlinga I i II: Odważyć 0,645 g sacharozy z dokładnością do 0,001 g, wysuszonej uprzednio w ciągu 3 dni w eksykatorze. Odważkę przenieść ilościowo do kolby pojemności 250 ml i rozpuścić w wodzie destylowanej do objętości 75 ml, dodać 5 ml stężonego kwasu solnego i przeprowadzić inwersję. Do kolby z roztworem sacharozy i kwasu solnego wstawić termometr, kolbę umieścić w gorącej łaźni wodnej i ogrzewać w temperaturze $68 \div 70^\circ\text{C}$ przez 5 min. Następnie kolbę z zawartością szybko ochłodzić strumieniem zimnej wody do temperatury 20°C i wyjąć termometr, popłukując go wodą destylowaną. Roztwór zobojętnić 20-procentowym wodorotlenkiem sodowym wobec kilku kropel oranżu

metylowego, dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Tak przygotowanym roztworem wzorcowym cukrów inwertowanych napełnić biuretę. Do kolby stożkowej odmierzyć pipetą po 5 ml roztworów Fehlinga I i II, dodać z biurety 19 ml roztworu wzorcowego i ogrzać do wrzenia, utrzymując w stanie łagodnego wrzenia 2 min. Następnie dodać 2 krople błękitu metylowego i utrzymując zawartość kolby w stanie łagodnego wrzenia miareczkować roztworem wzorcowym cukrów do zaniku barwy niebieskiej i wystąpienia ciemnoceglastego zabarwienia (próba orientacyjna).

Następnie do drugiej kolby stożkowej zawierającej po 5 ml roztworów Fehlinga I i II dodać z biurety roztworu wzorcowego cukrów w ilości o 0,5 ml mniejszej od ustalonej w próbie orientacyjnej. Zawartość kolby ogrzać do wrzenia, gotować 2 min, następnie dodać 2 krople błękitu metylowego utrzymując w stanie łagodnego wrzenia, miareczkować roztworem wzorcowym cukrów do zaniku barwy niebieskiej i wystąpienia ciemnoceglastego zabarwienia. Roztwory Fehlinga I i II (5 + 5) są dokładnie sporządzone, jeżeli do ich zmiareczkowania zużywa się ściśle 20 ml przyrządzonego wzorcowego roztworu cukrów.

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

$$K = \frac{20}{n} \quad (11)$$

w którym n — objętość wzorcowego roztworu cukrów, zużytego do miareczkowania płynów Fehlinga I i II (5 + 5), ml.

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

3.15.2.5. Przygotowanie roztworu podstawowego. Do zlewki odważyć z dokładnością do 0,001 g około 2,0 g próbki analitycznej odżywki mlecznej lub około 4 g próbki analitycznej odżywki zbożowej, dodać około 10 ml ciepłej wody destylowanej i rozetrzeć dokładnie pręcikiem szklanym. Zawartość zlewki przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml, popłukując zlewkę kilkakrotnie wodą destylowaną o temperaturze około 40°C. Łączna objętość roztworu powinna wynosić około 100 ml.

Następnie przeprowadzić odbiałczanie, dodając po 7 ml płynów Carreza I i II (najpierw dodać roztwór Carreza I, a po 5 min roztwór Carreza II), wymieszać, schłodzić do temperatury 20°C, uzupełnić wodą destylowaną do kreski, wymieszać i po 15 min przesączyć przez fałdowany sączek do suchej kolby stożkowej. Przesącz ten służy do oznaczania zawartości laktozy i sacharozy.

3.15.2.6. Wykonanie oznaczania zawartości laktozy. Klarownym roztworem podstawowym napełnić biuretę. Do kolby stożkowej odmierzyć pipetą po 5 ml roztworów Fehlinga I i II, dodać 15 ml roztworu podstawowego z biurety i ogrzać do wrzenia, utrzymując

w stanie łagodnego wrzenia 2 min. Następnie dodać 2 krople błękitu metylowego i utrzymując zawartość kolby w stanie łagodnego wrzenia miareczkować roztworem podstawowym do zaniku barwy niebieskiej (próba orientacyjna).

Następnie do drugiej kolby stożkowej zawierającej po 5 ml w ilości płynów Fehlinga I i II dodać z biurety roztworu podstawowego w ilości o 0,5 ml mniejszej od ustalonej w próbie orientacyjnej. Zawartość kolby ogrzać do wrzenia, gotować 2 min, następnie dodać 2 krople błękitu metylowego i utrzymując w stanie łagodnego wrzenia, miareczkować roztworem podstawowym do zaniku barwy niebieskiej i wystąpienia ciemnoceglastego zabarwienia.

3.15.2.7. Obliczanie wyniku oznaczania laktozy. Zawartość laktozy (X_{10}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{10} = \frac{m_1 \cdot 200}{m \cdot V \cdot 1000} \cdot 100 \quad (12)$$

w którym:

m — masa próbki, g,

m_1 — zawartość laktozy odczytana z tabl. 5, odpowiadająca ilości ml badanego roztworu zużytego do miareczkowania, mg,

V — objętość badanego roztworu podstawowego zużyta do miareczkowania, ml.

3.15.2.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników 2 równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,3. Wynik podać z dokładnością do 0,01.

3.15.2.9. Wykonanie oznaczania zawartości sacharozy. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć pipetą 50 ml roztworu podstawowego przygotowanego wg 3.15.2.5, dodać 5 ml kwasu solnego i przeprowadzić inwersję. Do kolby z roztworem podstawowym i kwasem solnym wstawić termometr, kolbę umieścić w gorącej łaźni wodnej i ogrzewać w temperaturze $68 \div 70^\circ\text{C}$ przez 5 min. Następnie kolbę z zawartością szybko ochłodzić strumieniem zimnej wody do temperatury 20°C, dodać $2 \div 3$ kropel oranżu metylowego i zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego do uzyskania barwy słomkowej. Po zobojętnieniu, ponownie ochłodzić, uzupełnić kolbę wodą destylowaną do kreski, wymieszać i przesączyć.

Klarownym roztworem tak uzyskanego cukru po inwersji napełnić biuretę. Do kolby stożkowej odmierzyć pipetą po 5 ml płynów Fehlinga I i II postępując dalej wg 3.15.2.6, używając zamiast roztworu podstawowego, roztwór po inwersji.

3.15.2.10. Obliczanie wyniku oznaczania

a) Zawartość sacharozy w odżywkach zbożowych (X_{11}) w przypadku nieobecności innych cukrów obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{11} = \frac{m_1 \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot V \cdot V_1 \cdot 1000} \cdot 100 \cdot 0,95 \quad (13)$$

w którym:

m — masa próbki, g,

m_1 — ilość cukru inwertowanego odczytana z tabl. 5 odpowiadająca ilości badanego roztworu zużytego do miareczkowania, mg,

V — objętość badanego roztworu podstawowego wzięta do inwersji, ml,

V_1 — objętość badanego roztworu zużyta do miareczkowania, ml,

0,95 — współczynnik przeliczeniowy cukru inwertowanego na sacharozę.

b) zawartość sacharozy (X_{12}) w odżywkach mlecznych lub odżywkach zbożowych z dodatkiem cukrów redukujących (laktozy, glukozy) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{12} = \left(\frac{m_1 \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot V \cdot V_1 \cdot 1000} - \frac{m_2 \cdot 200}{m \cdot V_2 \cdot 1000} \right) \cdot 100 \cdot 0,95 \quad (14)$$

w którym:

m — masa próbki, g,

m_1 — ilość cukru inwertowanego odczytana z tabl. 5 odpowiadająca ilości badanego roztworu zużytego do miareczkowania, mg,

m_2 — ilość laktozy lub glukozy odczytana z tabl. 5 odpowiadająca ilości badanego roztworu podstawowego zużytego do miareczkowania, mg,

V — objętość badanego roztworu podstawowego wzięta do inwersji, ml,

V_1 — objętość badanego roztworu zużyta do miareczkowania, ml,

V_2 — objętość badanego roztworu podstawowego zużyta do miareczkowania, ml,

0,95 — współczynnik przeliczeniowy cukru inwertowanego na sacharozę.

3.15.2.11. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5.

Wynik podać z dokładnością do 0,01.

Tablica 5. Obliczanie ilości cukrów metodą Lane-Eynona

Objętość roztworu zużytego do miareczkowania	Glukoza mg	Laktoza mg	Cukier inwertowany mg
15	49,1	68,3	50,5
16	49,2	68,2	50,6
17	49,3	68,2	50,7
18	49,3	68,1	50,8
19	49,4	68,1	50,8
20	49,5	68,0	50,9
21	49,5	68,0	51,0
22	49,6	68,0	51,0
23	49,7	67,9	51,1
24	49,8	67,9	51,2

cd. tabl. 5

Objętość roztworu zużytego do miareczkowania	Glukoza mg	Laktoza mg	Cukier inwertowany mg
25	49,8	67,9	51,2
26	49,9	67,9	51,3
27	49,9	67,8	51,4
28	50,0	67,8	51,4
29	50,0	67,8	51,4
30	50,1	67,8	51,5
31	50,2	67,8	51,6
32	50,2	67,8	51,6
33	50,3	67,8	51,7
34	50,3	67,9	51,7
35	50,4	67,9	51,8
36	50,4	67,9	51,8
37	50,5	67,9	51,9
38	50,5	67,9	51,9
39	50,6	67,9	52,0
40	50,6	67,9	52,0
41	50,7	68,0	52,1
42	50,7	68,0	52,1
43	50,8	68,0	52,2
44	50,8	68,0	52,2
45	50,9	68,1	52,3
46	50,9	68,1	52,3
47	51,0	68,2	52,4
48	51,0	68,2	52,4
49	51,0	68,2	52,5
50	51,0	68,3	52,5

3.16. Oznaczanie zawartości białka — wg PN-75/A-04018, stosując szczegółowe parametry takie jak dla mleka w proszku.

3.17. Oznaczanie zawartości 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.

3.18. Oznaczanie zawartości żelaza — wg PN-59/A-04015.

3.19. Badania mikrobiologiczne — wg PN-77/A-86031 oraz PN-75/A-04024.

3.20. Oznaczanie zawartości pozostałości pestycydów — metoda chromatografii gazowej z detektorem wychwytu elektronów; wykonują wyspecjalizowane laboratoria.

K O N I E C

Załącznik

Informacje dodatkowe

ZAŁĄCZNIK

WZÓR KARTY OCENY

WYRÓŻNIKI JAKOŚCIOWE	KARTA OCENY						
	Nazwisko i imię						
	Nazwa odżywki						
	Numer próbki						
	1	2	3	4	5	6	7
	Liczba punktów dla poszczególnych wyróżników						
a) Wygląd i Barwa							
b) Konsystencja							
c) Zapach							
d) Smak							

Data oceny

.....
(podpis)

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-76/8130-04. Wprowadzono:

- pobieranie próbek do badań mikrobiologicznych,
- badania organoleptyczne metodą punktową,
- przygotowanie próbek do badań po przyrządzeniu,
- oznaczanie witaminy C techniką potencjometrycznego miareczkowania (metoda odwoławcza),

- metodę Bertranda jako metodę odwoławczą do oznaczania zawartości laktozy i sacharozy,

- metodę oznaczania zawartości cynku, cyny i żelaza,
- metodę oznaczania zawartości pozostałości pestycydów.

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-59/A-04015 Artykuły żywnościowe. Oznaczanie zawartości żelaza

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 wachu

PN-75/A-04024 Produkty żywnościowe. Wykrywanie i ilościowe oznaczanie gronkowców chorobotwórczych (kaogulazododatnich)

PN-77/A-86031 Mleko i przetwory mleczarskie. Badania mikrobiologiczne

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

BN-71/8041-03 Witaminizowane mieszanki mleczno-węglowodanowe. Laktowit II i Laktowit III

4. Autorzy projektu normy — dr Janina Sułkowska, dr Zofia Pordąb, mgr Iwona Skorupska — Centralne Laboratorium Przemysłu Koncentratów Spożywczych — Poznań.

5. Przykład obliczania wyników punktowej oceny organoleptycznej. Ocenę organoleptyczną odżywki wykonał wg 3.3.5.2. trzyosobowy zespół oceniający i uzyskał następujące wartości liczbowe dla badanych wyróżników:

Numer oceniającego	Wyróżniki			
	wygląd i barwa	konsystencja	zapach	smak
1	4,0	3,0	4,0	4,0
2	4,0	4,0	5,0	5,0
3	3,0	4,0	4,0	4,0
Średnia wartość	3,67	3,67	4,33	4,33

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

Ogólna ocena: $3,67 \times 0,1 + 3,67 \times 0,2 + 4,33 \times 0,3 + 4,33 \times 0,4 = 4,132$ punktów, co odpowiada jakości dobranej zgodnie z tabl. 4 niniejszej normy.

Wynik należy zaokrąglić do jednego miejsca po przecinku.