

wycof. 2.7.98 (N. 4/98)
Załącz. PN-A-74252

ob

UKD 664.683.001.4

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Wyroby i półprodukty ciastkarskie Metody badań organoleptycznych i fizykochemicznych	8070-13
		Zamiast PN-75/A-74251
		Grupa katalogowa 1249

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań fizykochemicznych wyrobów i półproduktów ciastkarskich i ocena punktowa wyrobów gotowych.

1.2. Rodzaje metod badań

- a) Oznaczanie wilgotności
- metoda suszarkowa - odwoławcza,
 - metoda suszarkowa - techniczna,
 - metoda płytkowa - techniczna.
- b) Oznaczanie kwasowości.
- c) Oznaczanie zawartości tłuszczu
- metoda Weibull-Stoldta - odwoławcza,
 - metoda różnicowa (zmodyfikowana metoda Weibull-Stoldta) - do oznaczania seryjnych,
 - metoda chloroformowa - do szybkich oznaczeń.
- d) Oznaczanie zawartości cukrów
- metoda Luffa-Schoorla,
 - zmodyfikowana metoda Lane-Eynona,
 - metoda refraktometryczna - do syropów cukrowych.
- e) Oznaczanie właściwości kremów
- metoda oznaczania gęstości,
 - metoda oznaczania puszystości,
 - metoda oznaczania stabilności struktury.

2. METODY BADAŃ

2.1. Wytyczne ogólne

2.1.1. Czystość odczynników. Odczynniki stosowane do przygotowania roztworów mianowanych powinny być czyste do analizy (cz.d.a.), lub chemicznie czyste (ch.cz.) i woda destylowana.

2.1.2. Zaokrąglanie wyników. Wyniki oznaczeń należy zaokrąglać zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2, Metoda Z.

2.1.3. Przygotowanie próbki do badań laboratoryjnych.

Aparatura i przyrządy

- a) Młynek laboratoryjny.
- b) Młynek do kawy.
- c) Moździerz porcelanowy z tłuczkiem.
- d) Słoje ze szczelnym zamknięciem.

Ze średniej próbki laboratoryjnej pobranej wg PN-78/A-74250 odważyć 300 g badanego wyrobu i dokładnie rozdrobnić używając młynka lub moździerza. Wyroby ciastkarskie z ciasta drożdżowego, francuskiego, parzonego, kruchego, biszkoptowego, biszkoptowo-tłuszczowego i bezowe (symbol wg SWW od 2422-1 do 2422-7 - wg BN-80/8070-01) należy rozdrabniać w młynku laboratoryjnym; w przypadku braku można stosować młynek do kawy. Wyroby ciastkarskie z masy orzechowej i migdałowej lub surowców zastępczych (symbol wg SWW 2422-8) należy rozdrabniać w młynku, a następnie w moździerzu aż do uzyskania jednolitej próbki analitycznej. Kremy wchodzące do grupy wyrobów i półproduktów ciastkarskich różnych (symbol wg SWW 2422-9) oraz inne półprodukty maziste należy dokładnie utrzeć w moździerzu.

Wyroby takie, jak galaretka należy bezpośrednio pobierać bez potrzeby rozdrabniania i odważać do analizy. Przygotowaną próbkę do badań analitycznych należy natychmiast przenieść do słoja i szczelnie zamknąć. Jeżeli badanie nie może być wykonane niezwłocznie, próbkę w zamkniętym naczyniu należy przechowywać w lodówce w temperaturze około 5°C.

2.2. Oznaczanie wilgotności

2.2.1. Zastosowanie metod. Produkty maziste, takie jak kremy, pomady, masy, galaretki oraz wyroby typu tortowego należy suszyć z piaskiem lub z żelem krzemionkowym; pozostałe produkty - bez piasku.

2.2.2. Metoda analityczna suszarkowa bez piasku - odwoławcza

2.2.2.1. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 2.1.3 odważyć w wysuszonym do stałej masy i wytarowanym szklanym naczyniu wagowym o średnicy 5 ÷ 6 cm z pokrywką około 5 g produktu z dokładnością do 0,0002 g, rozprowadzając równomierną warstwą na dnie naczynka. Naczynka z produktem wstawić do suszarki uprzednio nagrzaną do temperatury 105 ± 2°C, zdjęć pokrywki umieszczając je obok naczynek i suszyć przez 3 h, licząc czas od chwili uzyskania temperatury 105°C. Na-

Zgłoszona przez Zakład Badawczy Przemysłu Piekarskiego
Ustanowiona przez Dyrektora Zakładu Badawczego Przemysłu Piekarskiego dnia 21 maja 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1990, poz. 21)

stepnie przykryć naczynka pokrywkami i przenieść je do eksykatora. Po ostudzeniu do temperatury pokojowej (około 30 ÷ 45 min) naczynka zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Przed ważeniem uchylić na chwilę pokrywke naczynka. Po zważeniu ponownie wstawić naczynko do suszarki i suszyć przez 30 min w temperaturze 105°C, następnie ostudzić w eksykatorze i zważyć. Czynność tę powtarzać, aż masa naczynka przestanie się zmniejszać. Jeżeli nastąpi wzrost masy, przyjąć ostatni wynik przed wzrostem.

2.2.2.2. Obliczanie wyniku. Wilgotność (x_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_1 = \frac{(b - c) \cdot 100}{b - a} \quad (1)$$

w którym:

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

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,2%.

2.2.3. Metoda analityczna suszarkowa z piaskiem - odwoławcza

2.2.3.1. Materiały i odczynniki

- a) Żel krzemionkowy granulowany 0,2 ÷ 0,5 mm.
- b) Piasek morski lub rzeczny specjalnie przygotowany.
- c) Kwas solny, roztwór 10%(V/V): 246,5 ml stężonego HCl ($d = 1,18$ g/ml) dopełnić wodą destylowaną do 1 l.
- d) Azotan srebrowy, roztwór o stężeniu $c(\text{AgNO}_3) =$ około 0,1 mol/l (przygotowany np. z gotowych odważek analitycznych).

2.2.3.2. Przygotowanie piasku. Piasek morski lub rzeczny przesiał przez sito o średnicy oczek około 0,5 mm, następnie zalać 10%(V/V) kwasem solnym, mieszać i ogrzewać pod wyciągiem na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 1 h. Następnie przemyć kilkoma porcjami ciepłej wody, a potem wodą destylowaną do zaniku reakcji na chlorki (sprawdzić azotanem srebrowym). Przemyty i odsączony na sicie piasek przenieść do parownicy i prażyć w temperaturze 550 ÷ 600°C w ciągu 1,5 h. Po ostudzeniu w eksykatorze piasek należy przechowywać w szczelnie zamkniętym słoju.

2.2.3.3. Wykonanie oznaczania. W szklanym naczynku wagowym o średnicy 5 ÷ 6 cm odważyć z dokładnością do 0,01 g 20 g piasku przygotowanego wg 2.2.3.2, włożyć szklany pręcik, całość umieścić w suszarce i suszyć w temperaturze 105 ± 2°C przez 1 h i dłużej, aż do uzyskania stałej masy. Następnie wstawić do eksykatora i po ostudzeniu do temperatury pokojowej zważyć. W wytarowanym na wadze analitycznej naczynku wagowym z piaskiem i pręcikiem szklanym odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 5 g badanej próbki i starannie wymieszać z piaskiem. Naczynka z zawartością wstawić do suszarki uprzednio nagrzanej do tempe-

ratury 105 ± 2°C, zdjąć przykrywki umieszczając je obok naczynek i suszyć przez 3 h. Po 30 min suszenia zawartość naczynek wymieszać za pomocą szklanego pręcika umieszczonego w naczynku wagowym. Po 3 h suszenia przykryć naczynka i przenieść je do eksykatora. Po ostudzeniu do temperatury pokojowej zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0002 g. Dalej postępować wg 2.2.2.1.

2.2.3.4. Obliczanie wyniku. Wilgotność (x_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_2 = \frac{(b - c) \cdot 100}{b - a} \quad (2)$$

w którym:

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

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,2%.

2.2.4. Metoda suszarkowa bez piasku - techniczna (dla wyrobów suchych bez nadzień oraz ciast drożdżowych i kruchych surowych)

2.2.4.1. Wykonanie oznaczania. Z próbki analitycznej przygotowanej wg 2.1.3 odważyć z dokładnością do 0,01 g 10 g produktu w wytarowanym naczynku aluminiowym o średnicy około 7 ÷ 9 cm i wysokości około 2 ÷ 3 cm. Produkt rozprowadzić w równomiernej warstwie. Naczynko z zawartością wstawić do suszarki uprzednio nagrzanej do 130 ± 2°C i suszyć przez 1 h. Czas suszenia należy liczyć od chwili ponownego uzyskania temperatury 130°C. Po 1 h suszenia naczynko z produktem wstawić do eksykatora i po ostudzeniu do temperatury pokojowej zważyć z dokładnością do 0,01 g.

2.2.4.2. Obliczanie wyniku. Wilgotność (x_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_3 = \frac{(b - c) \cdot 100}{b - a} \quad (3)$$

w którym:

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

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,4%.

2.2.5. Metoda suszarkowa z piaskiem - techniczna

2.2.5.1. Wykonanie oznaczania. W aluminiowym naczynku odważyć około 20 g piasku przygotowanego wg 2.2.3.2, włożyć szklany pręcik i całość wstawić do suszarki nagrzanej do temperatury 130 ± 2°C. Suszyć przez 1 h po ponownym osiągnięciu temperatury 130°C i zważyć. Do wytarowanego naczynka z piaskiem i pręcikiem szklanym odważyć z dokładnością

0,01 g 10 g produktu i dalej prowadzić oznaczanie jak w 2.2.4.1.

2.2.5.2. Obliczanie wyniku. Wilgotność (x_u) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- a - masa naczynka z piaskiem i szklanym preciekiem, g,
- b - masa naczynka z piaskiem, szklanym preciekiem i produktem przed suszeniem, g,
- c - masa naczynka z piaskiem, szklanym preciekiem i produktem po wysuszeniu, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,4%.

2.2.6. Metoda płytkowa - techniczna (dla wyrobów suchych bez nadzień oraz ciast drożdżowych i kru- chych surowych)

2.2.6.1. Przygotowanie suszarki płytkowej do oznaczania. Aparat o czystych i suchych płytkach grzewczych należy nastawić na temperaturę 160°C i włączyć do sieci na 220 V. Po nagrzewaniu aparatu przez około 20 min można oznaczać wilgotność w badanym produkcie.

2.2.6.2. Przygotowanie pakiecików. Z bibuły do sączenia wyciąć kwadraty o boku 12 cm i złożyć po przekątnej. W otrzymanym trójkącie zagiąć przyprostokątne w odległości około 1 cm od brzegu. Otrzymane w ten sposób pakieciki umieścić między płytkami aparatu nagrzanego do temperatury pomiaru, suszyć około 3 min, a następnie wystudzić w eksykatorze przez około 2 min i zważyć z dokładnością do 0,01 g.

2.2.6.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 2.1.3 odważyć około 5 g produktu z dokładnością do 0,01 g w uprzednio przygotowanych i zważonych pakiecikach bibułowych. Odważka powinna być równomiernie rozprowadzona w środku pakiecika, możliwie w cienkiej warstwie. Dwa takie pakieciki z odważkami produktu umieścić na dolnej płycie suszarki płytkowej nagrzaną do temperatury 160 ± 5°C, opuścić górną płytkę przyrządu dociskając ją przez 30 s i suszyć w ciągu 10 min. Po tym czasie wyjąć pakieciki, przenieść je do eksykatora i po upływie około 2 min zważyć z dokładnością do 0,01 g.

2.2.6.4. Obliczanie wyniku. Wilgotność (x_s) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- a - odważka produktu z pakiecikiem przed suszeniem, g,
- b - odważka produktu z pakiecikiem po wysuszeniu, g,
- c - masa pakiecika wysuszonego, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,5%.

2.3. Oznaczanie kwasowości

2.3.1. Odczynniki

a) Wodorotlenek sodowy lub potasowy, roztwór o $c(\text{NaOH}, \text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

b) 2% (m/m) alkoholowy roztwór fenoloftaleiny.

2.3.2. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 2.1.3 odważyć w kolbie stożkowej pojemności 200 ml 5 g produktu, dodać 100 ml świeżo przegotowanej wody destylowanej o temperaturze 40 ÷ 50°C. Kolbę zamknąć korkiem gumowym, całość dobrze wymieszać i odstawić na 1 h od czasu do czasu mieszając. Po upływie tego czasu dodać 3 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego do lekko różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 1/2 min.

2.3.3. Obliczanie wyniku. Kwasowość (x_e) obliczyć w stopniach wg wzoru

$$x_e = a \cdot 2 \quad (6)$$

w którym a - liczba mililitrów wodorotlenku zużyta do miareczkowania w przeliczeniu na roztwór o $c(\text{NaOH}, \text{KOH})$ ściśle 0,1 mol/l.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,2°.

Stopnie kwasowości oznaczają liczbę ml roztworu wodorotlenku o $c(\text{NaOH}, \text{KOH}) = 1 \text{ mol/l}$ zużywanego na zobojętnienie kwasów zawartych w 100 g produktu.

2.4. Oznaczanie zawartości tłuszczu

2.4.1. Metoda Weibull-Stoldta - odwoławcza

2.4.1.1. Zasada metody polega na ekstrakcji substancji tłuszczowych z produktu za pomocą rozpuszczalnika i wagowym oznaczeniu ilości tłuszczu zebranego w odbieralniku aparatu Soxhleta.

2.4.1.2. Aparatura. Aparat Soxhleta składający się z odbieralnika pojemności 100 ml, ekstraktora i chłodnicy wodnej.

2.4.1.3. Odczynniki

a) Eter naftowy o temperaturze wrzenia 40 ÷ 60°C lub etylowy odwodniony i wolny od nadtlenu. W przypadku braku eteru dopuszcza się stosowanie heksanu.

b) Kwas solny roztwór 1,5% (V/V): 35,5 ml stężonego HCl ($d = 1,18 \text{ g/ml}$) dopełnić wodą destylowaną do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1 l.

c) Wodorotlenek sodowy, roztwór 20% (m/m).

d) Oranż metylowy, roztwór 0,04% (m/m).

2.4.1.4. Wykonanie oznaczania. W zależności od spodziewanej zawartości tłuszczu w badanym wyrobie, ze średniej próbki przygotowanej wg 2.1.3 odważyć z dokładnością do 0,01 g około:

5 g - przy zawartości tłuszczu poniżej 20%,

3 ÷ 4 g - przy zawartości tłuszczu 20 ÷ 40%,
 2 ÷ 3 g - przy zawartości tłuszczu ponad 40%
 i przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 300 ml. Wyroby z dużą zawartością tłuszczu lub bardzo maziste odważyć na wytarowanej bibule i w wytarowanym płytkim naczynku wagowym. Pozostałość tłuszczu na dnie naczynka zmyć kilkunastoma kroplami 1,5%(V/V) HCl wprowadzając je razem z odważką w bibule do kolby.

Następnie wlać do kolby 100 ml 1,5%(V/V) kwasu solnego, założyć chłodnicę powietrzną lub lejek, ostrożnie doprowadzić do lekkiego wrzenia i utrzymywać je przez 30 min. Po zakończeniu hydrolizy spłukać chłodnicę gorącą wodą destylowaną, ochłodzić zawartość kolby i dodać 1 ml 0,04%(m/m) roztworu oranżu metylowego.

Zawartość kolby zobojętnić ostrożnie 20%(m/m) ługiem sodowym do pierwszej zmiany zabarwienia i przesączyć ilościowo przez zwilżony wodą destylowaną karbowany sączonek z bibuły. Pozostałość na sączku przemyć kilka razy gorącą wodą destylowaną. Sprawdzić skuteczność przemycia pozostałości na sączku dodając do przesączu kilka kropel 0,04%(m/m) oranżu metylowego. Przemycanie kontynuować, aż do zaniku różowego zabarwienia w przesączu. Sączonek pozostawić w lejku do podsuszenia na powietrzu. Następnie wyjąć ostrożnie z lejka, włożyć do gilzy ekstrakcyjnej lub zawinąć w dodatkowy sączonek i oznakować zwykłym ołówkiem. Suszyć na szkiełku zegarkowym w suszarce przez 2 h w temperaturze 100 ÷ 103°C. Równolegle suszyć w tej samej temperaturze odbieralnik Soxhleta, po czym studzić go przez 30 min w eksykatorze i zważyć. Suszenie i studzenie odbieralnika powtarzać aż do uzyskania stałej masy. Ważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Wysuszony sączonek z osadem umieścić w ekstraktorze, połączyć z wytarowanym odbieralnikiem i wlać do niego tyle eteru, aby pierwsza jego część przelała się przez rurkę lewarową do odbieralnika, a druga zajęła 1/3 część pojemności ekstraktora. Upřednio przemyć eterem szkiełko, na którym był suszony sączonek. Następnie połączyć chłodnicę wodną z ekstraktorem i ekstrahować na łaźni wodnej elektrycznej przez co najmniej 5 h, a produkty zawierające masę makową lub inne trudno ekstrahujące się dodatki - co najmniej 6 h. Liczba samoczynnych przelewów w ciągu 5 h powinna wynosić około 40, a w ciągu 6 h około 50. Gdy ekstraktor ostatni raz wypełni się eterem nieco poniżej poziomu zlewarowania, należy wyłączyć ogrzewanie, ostrożnie odłączyć ekstraktor, wyłączyć eter, wyjąć próbkę, ponownie podłączyć ekstraktor i odparować resztę eteru z odbieralnika. Po odparowaniu eteru wytarty z zewnątrz odbieralnik z tłuszczem suszyć w temperaturze 100 ÷ 103°C. Po 1 h suszenia studzić w eksykatorze przez 30 min i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Czynność tę powtarzać, aż masa odbieralnika z tłuszczem przestanie się zmniejszać. Jeżeli nastąpi wzrost masy, należy przyjąć ostatni wynik przed wzrostem.

2.4.1.5. Obliczanie wyników. Zawartość tłuszczu (x_7) w przeliczeniu na suchą masę, obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- a - masa odbieralnika z tłuszczem, g,
- b - masa pustego odbieralnika, g,
- c - odważka badanego produktu, g,
- w - wilgotność produktu, %, oznaczona wg 2.2.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż o:

- 0,1% - przy zawartości tłuszczu do 10%,
- 0,3% - przy zawartości tłuszczu powyżej 10 ÷ 20%,
- 0,4% - przy zawartości tłuszczu powyżej 20 ÷ 40%,
- 0,5% - przy zawartości tłuszczu powyżej 40%.

2.4.2. Metoda różnicowa - techniczna do oznaczeń seryjnych

2.4.2.1. Zasada metody polega na wyekstrahowaniu substancji tłuszczowych z produktu za pomocą rozpuszczalnika i zebraniu wyekstrahowanego tłuszczu w odbieralniku. W metodzie tej - w przeciwieństwie do metody Weibull-Stoldta - ilość wyekstrahowanego tłuszczu otrzymuje się z różnicy masy sączków z badanym produktem przed i po ekstrakcji.

2.4.2.2. Aparatura. Aparat Soxhleta pojemności 250 ml.

2.4.2.3. Odczynniki - wg 2.4.1.4.

2.4.2.4. Wykonanie oznaczania. Próbki do ekstrakcji przygotować wg 2.4.1.5. Pozostawiony w lejku do podsuszenia na powietrzu sączonek wyjąć ostrożnie, włożyć do gilzy ekstrakcyjnej lub zawinąć w dodatkowy sączonek na kształt pakiecika i oznakować zwykłym ołówkiem. Suszyć w suszarce w wytarowanym naczynku wagowym w temperaturze 100 ÷ 103°C w ciągu 2 h, studzić przez 30 min w eksykatorze, a następnie pakiecik zważyć z dokładnością do 0,0002 g i czynność tę powtarzać, aż masa pakiecika przestanie się zmniejszać. Wynik pierwszego ważenia pakiecika traktować jako orientacyjny. Następne odczyty wykonywać szybko, natychmiast po ustaleniu się wagi.

Wysuszony do stałej masy pakiecik włożyć do ekstraktora i podłączyć odbieralnik. Naczynko wagowe, na którym suszono pakiecik, zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Przyrost masy naczynka spowodowany przejściem tłuszczu z pakiecika na jego ścianki uwzględnić przy obliczaniu wyników dodając różnicę do masy pakiecika z tłuszczem przed ekstrakcją. Jednorazowo w ekstraktorze można umieścić kilka pakiecików.

Do ekstraktora wlać tyle rozpuszczalnika, aby jego pierwsza część przelała się przez boczną rurkę do odbieralnika, a druga zajęła 1/3 część objętości ekstraktora. Następnie połączyć chłodnicę wodną z ekstraktorem i ekstrahować na łaźni wodnej wg 2.4.1.5.

100 ÷ 103°C w ciągu 1 h. Studzić w eksykatorze przez 30 min i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Czynność tę powtarzać, aż masa pakietka przestanie się zmniejszać. Jeżeli nastąpi wzrost masy, należy przyjąć ostatni wynik przed wzrostem.

2.4.2.5. Obliczanie wyników. Zawartość tłuszczu (x_s) w przeliczeniu na suchą masę obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- a - masa pakietka z tłuszczem przed ekstrakcją, g,
- b - masa pakietka z tłuszczem po ekstrakcji, g,
- c - odważka badanego produktu, g,
- w - wilgotność produktu, %, oznaczona wg 2.2.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż o:

- 0,2% - przy zawartości tłuszczu poniżej 10%,
- 0,3% - przy zawartości tłuszczu 10 ÷ 20%,
- 0,4% - przy zawartości tłuszczu powyżej 20 ÷ 40%,
- 0,5% - przy zawartości tłuszczu powyżej 40%.

2.4.3. Metoda chloroformowa - techniczna do szybkich oznaczeń

2.4.3.1. Zasada oznaczania polega na wyekstrahowaniu na zimno chloroformem tłuszczu z próbki i wagowym oznaczaniu pozostałości po odparowaniu chloroformu z określonej objętości ekstraktu.

2.4.3.2. Aparatura

- a) Wstrząsarka mechaniczna.
- b) Wirówka laboratoryjna o żądanej liczbie obrotów.

2.4.3.3. Odczynniki i materiały

- a) Kwas solny, roztwór 1,5%(V/V).
- b) Chloroform.
- c) Chlorek sodowy.

2.4.3.4. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej do oznaczania wg 2.1.3 odważyć z dokładnością do 0,01 g, w zależności od spodziewanej zawartości w niej tłuszczu, następujące ilości:

- 10 g - przy zawartości tłuszczu poniżej 10%,
- 5 g - przy zawartości tłuszczu powyżej 10 ÷ 20%,
- 3 g - przy zawartości tłuszczu powyżej 20%.

Odważony produkt przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 300 ml. Próbkę w kolbie zalać 100 ml 1,5%(V/V) kwasu solnego, założyć chłodnicę powietrzną lub lejek, ostrożnie doprowadzić do lekkiego wrzenia i utrzymać je przez 30 min. Następnie spłukać chłodnicę gorącą wodą destylowaną i kolbę z zawartością schłodzić do temperatury pokojowej. Do kolby dodać 50 ml chloroformu, zamknąć korkiem szklanym lub innym dopasowanym, nierozpuszczalnym w chloroformie i wstrząsać przez 15 min. Czynność tę można wykonać mechanicznie lub ręcznie. Na 2 ÷ 3 min przed

zakończeniem wstrząsania dodać 10 g chlorku sodowego, dokończyć wstrząsanie i pozostawić w spokoju na 15 min. Utworzoną w górnej części warstwę wodną należy ostrożnie zlać, a pozostałość przenieść do próbówki wirówkowej pojemności 100 ml i odwirować w wirówce w ciągu 10 min. przy około 2000 obr/min. W próbówce tworzą się trzy warstwy. Górną warstwę wodną należy bardzo ostrożnie zlać, a z warstwy chloroformowej, po jej przesączeniu do suchego naczynia, pobrać pipetą 20 ml. Roztwór do pipety pobrać stosując gruszkę gumową lub pompkę. Można stosować zamiast pipety strzykawkę lekarską pojemności 20 ml. Po wyjęciu pipety z roztworu należy wytrzeć ją skrawkiem bibuły lub watą i zawartość przenieść do wysuszonej do stałej masy i wytarowanej kolby stożkowej albo odbieralnika Soxhleta pojemności 100 ml. Kolbę lub odbieralnik z ekstraktem chloroformowym połączyć z aparatem Soxhleta i umieścić na łaźni wodnej w celu odparowania chloroformu. Odbieralnik z pozostałym na dnie tłuszczem wstawić do suszarki i suszyć w temperaturze 100 ÷ 103°C przez około 75 min.

Po tym czasie kolbę z tłuszczem wstawić do eksykatora na 30 min i następnie zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Czynność tę powtarzać, aż masa kolby z tłuszczem przestanie się zmniejszać. Jeżeli nastąpi wzrost masy, należy przyjąć ostatni wynik przed wzrostem.

2.4.3.5. Obliczanie wyników. Zawartość tłuszczu (x_s) w przeliczeniu na suchą masę produktu obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_s = \frac{(a - b) \cdot 100 \cdot 50 \cdot 100}{20c (100 - w)} \quad (9)$$

w którym:

- a - masa kolby z tłuszczem, g,
- b - masa pustej kolby, g,
- c - odważka badanego produktu, g,
- 50 - objętość chloroformu, ml,
- 20 - objętość wyciągu zawierającego tłuszcz, ml,
- w - wilgotność produktu, %, oznaczona wg 2.2.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż 0,3% przy zawartości tłuszczu do 10% i 0,5% przy zawartości tłuszczu powyżej 10%.

2.5. Oznaczanie zawartości cukrów

2.5.1. Przygotowanie roztworu do badań

2.5.1.1. Odczynniki

a) Siarczan cynkowy, roztwór 15%(m/m): 150 g $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do objętości 1 l.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór 4%(m/m): 40 g NaOH rozpuścić w wodzie destylowanej i po ostudzeniu do temperatury pokojowej dopełnić do objętości 1 l. Zamiast roztworu wodorotlenku sodowego można stosować wodorotlenek potasowy, roztwór 5,6%(m/m): 56 g KOH rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do 1 l.

c) Siarczan cynkowy, roztwór 30%(m/m): 300 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do objętości 1 l.

d) Żelazocyjanek potasowy, roztwór 15%(m/m). 150 g $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do 1 l.

e) Kwas solny stężony ($d = 1,18 \text{ g/ml}$).

f) Wodorotlenek sodowy, roztwór 10%(m/m): 100 g NaOH rozpuścić w wodzie destylowanej i po ostudzeniu do temperatury pokojowej dopełnić do 1 l.

g) Oranż metylowy, roztwór 0,1%(m/m): 0,1 g oranżu metylowego rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do objętości 100 ml.

h) Odczynniki klarujące:

Odczynnik I. 5 ml 15%(m/m) siarczynu cynkowego i 2,5 ml 4%(m/m) roztworu wodorotlenku sodowego lub 2,5 ml 5,6%(m/m) wodorotlenku potasowego.

Odczynnik II. 5 ml 30%(m/m) roztworu siarczynu cynkowego i 5 ml 15%(m/m) roztworu żelazocyjanu potasowego.

2.5.1.2. Przygotowanie wyciągu cukrów, klarowanie i inwersja

W zlewce pojemności 25 ml odważyć z dokładnością do 0,01 g 5 g próbki przygotowanej wg 2.1.3, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml za pomocą ogrzanej do temperatury około 50°C wody destylowanej, której ilość powinna wynosić około $\frac{2}{3}$ objętości kolby. Zawartość kolby doprowadzić do temperatury pokojowej i w ciągu 5 min często wstrząsać. Następnie klarować odczynnikami I lub II w ilości wg 2.5.1.1h). Po dodaniu odczynników klarujących, zawartość kolby dokładnie wymieszać, następnie dopełnić wodą destylowaną do kreski. W przypadku wystąpienia piany dodać kilka kropli toluenu lub eteru etylowego. Kolbę pozostawić w spokoju co najmniej przez 15 min. Po upływie tego czasu płyn przesączyć przez karbowany sącdek z bibuły do suchej kolby stożkowej pojemności 300 ml, zlewając pierwszą porcję przesącza ponownie do sącdek.

Z klarownego przesącza pobrać pipetą 50 ml (przy zawartości cukrów w produkcie poniżej 50%) lub 25 ml (przy zawartości cukrów powyżej 50%), przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml i dodać 5 ml stężonego kwasu solnego w celu przeprowadzenia inwersji. Do kolby z roztworem wstawić termometr, kolbę umieścić w łaźni wodnej nagrzanej powyżej 70°C , doprowadzić roztwór w ciągu około 3 min do temperatury $68 \pm 70^\circ\text{C}$, utrzymać tę temperaturę dokładnie przez 5 min, po czym zawartość kolby natychmiast ochłodzić do temperatury 20°C . Po spłukaniu i wyjęciu termometru roztwór w kolbie zobojętnić za pomocą 10%(m/m) roztworu wodorotlenku sodowego wobec 2 ÷ 3 kropli oranżu metylowego, ponownie doprowadzić do temperatury 20°C i następnie dopełnić wodą destylowaną do kreski. Roztwory do oznaczania cukrów przygotować z dwóch odważek.

2.5.1.3. Zasada pobierania roztworu badanego do analizy. W zależności od przewidywanej zawar-

tości cukrów w badanym produkcie pobrać do analizy roztwór przygotowany wg 2.5.1.2 w ilościach podanych w tablicy.

Zawartość cukrów w produkcie, %	Ilość pobranego roztworu, ml	Wielokrotność rozcieńczenia
10 ÷ 20	20	20
21 ÷ 30	10	40
31 ÷ 50	5	80
powyżej 50	5	160
Pobrany roztwór należy uzupełnić wodą destylowaną do objętości 25 ml.		

2.5.2. Oznaczanie cukrów metodą Luffa-Schoorla

2.5.2.1. Zasada oznaczania polega na obliczeniu cukrów redukujących z ilości roztworu tiosiarczynu sodowego zużytego na odmiareczkowanie jodu, odpowiadającego ilości miedzi zredukowanej przez cukry zawarte w badanej próbce.

2.5.2.2. Odczynniki

a) Odczynnik Luffa: 388 g krystalicznego węglanu sodowego ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) lub 14,8 g bezwodnego węglanu sodowego (Na_2CO_3) rozpuścić w 300 ÷ 400 ml letniej wody destylowanej. Dodać 50 g kwasu cytrynowego rozpuszczonego w około 100 ml wody destylowanej, a następnie roztwór 25 g siarczynu miedziowego (nie zawierającego żelaza) w około 100 ml wody destylowanej. Mieszaninę ostudzić i dopełnić wodą do objętości 1 l. Przesączony lub zdekantowany po upływie kilku dni klarowny roztwór jest nieograniczenie trwały.

b) Tiosiarczan sodowy [$(\text{M}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 248,18 \text{ g/mol})$], roztwór o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/02.

c) Skrobia, roztwór 2%(m/m).

d) Jodek potasowy.

e) Kwas siarkowy, roztwór 25%(V/V): 167 ml stężonego kwasu ($d = 1,84 \text{ g/ml}$) dopełnić wodą destylowaną do 1 l.

2.5.2.3. Wykonanie oznaczania

a) Badanie właściwe. Do kolby stożkowej pojemności 300 ml odmierzyć pipetą 25 ml odczynnika Luffa i roztwór badany, przygotowany wg 2.5.1.2 w ilości wg 2.5.1.3 oraz wrzucić parę kawałków porowatej porcelany. Kolbę zamknąć chłodnicą zwrotną, doprowadzić w ciągu około 2 min do słabego wrzenia i utrzymać je przez 10 min. Po upływie tego czasu kolbę natychmiast ostudzić do temperatury pokojowej, dodać 3 g jodku potasowego rozpuszczonego w 10 ml wody destylowanej, następnie dodać ostrożnie 25 ml kwasu siarkowego. Zawartość kolby mieszać do chwili, w której przestaną wydzielać się bąbelczki gazu, po czym miareczkować roztworem tiosiarczynu sodowego do jasno-żółtego zabarwienia. Następnie dodać 1 ml roztworu skrobi i miareczkować do przejścia barwy niebieskiej w kremową.

b) Ślepa próba. Ślepa próbę wykonać jak badanie właściwe z tą tylko różnicą, że zamiast badanego

roztworu dodać do odczynnika Luffa 25 ml wody destylowanej. Różnica między zużytym tiosiarczaniem sodowym w próbie ślepej i właściwej odpowiada ilości miedzi zredukowanej przez cukry, wyrażonej w mililitrach roztworu tiosiarczany sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, ściśle 0,1 mol/l.

2.5.2.4. Obliczanie wyników. Zawartość cukrów (x_{10}) w przeliczeniu na suchą masę obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_{10} = \frac{s \cdot r \cdot 10 \cdot 100}{g \cdot 1000 (100 - w)} \quad (10)$$

w którym:

s - ilość cukru inwertowanego zawarta w roztworze badanym, użytym do gotowania z odczynnikami Luffa, odczytana z załącznika 2, na podstawie różnicy zużycia roztworu tiosiarczany sodowego w próbie ślepej i właściwej, mg,

r - wielokrotność rozcieńczenia,

g - odważka produktu, g,

w - wilgotność produktu, %, oznaczona wg 2.2.

Cukier inwertowany należy przeliczyć na sacharozę, mnożąc wynik przez 0,95. Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia z dwóch odważek. Różnice średnich ilości zużytego tiosiarczany sodowego pomiędzy dwoma odważkami nie powinny być większe niż:

- 0,3 - przy zawartości cukrów w produkcie poniżej 20%,
- 0,4 - przy zawartości cukrów w produkcie powyżej 20 ÷ 50%,
- 0,5 - przy zawartości cukrów w produkcie powyżej 50%.

2.5.3. Oznaczanie cukrów metodą Lane-Eynona

2.5.3.1. Zasada oznaczania polega na redukcji miedzi w mieszaninie płynów Fehlinga I i II przez cukry zawarte w badanej próbce i domiareczkowaniu standardowym roztworem sacharozy do całkowitego przeprowadzenia miedzi dwuwartościowej w jednowartościową wobec roztworu błękitu metylenowego jako wskaźnika.

2.5.3.2. Odczynniki

a) Płyn Fehlinga I: 69,28 g siarczany miedziowego ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do objętości 1 l.

b) Płyn Fehlinga II: 346 g winianu sodowo-potasowego ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) rozpuścić w kolbie pomiarowej w około 700 ml letniej wody destylowanej. Osobno rozpuścić 100 g wodorotlenku sodowego w około 200 ml wody destylowanej i ostudzić. Obydwa roztwory połączyć w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i dopełnić do kreski wodą destylowaną o temperaturze 20°C. Miano płynów Fehlinga sprawdzić wg załącznika 1.

c) Standardowy roztwór sacharozy: 9,73 g czystej sacharozy lub 9,75 g białego cukru kryształu rozpuścić w około 75 ml wody destylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, następnie dodać 6 ml stężonego kwasu solnego ($d = 1,18 \text{ g/ml}$)

i dopełnić wodą destylowaną. Przygotowany roztwór przechowywać w temperaturze 20 ÷ 25°C przez 2 ÷ 3 doby, a następnie przenieść do kolby pojemności 1 l i dopełnić wodą destylowaną. Z tak przygotowanego standardowego kwaśnego roztworu sacharozy przenieść do kolby pomiarowej liczbę ml, przewidzianą do zużycia w ciągu tygodnia, zobojętnić 10% (m/m) wodorotlenkiem sodowym wobec oranżu metylowego i rozcieńczyć pięciokrotnie wodą destylowaną o temperaturze 20°C (np. 200 ml zobojętnionego roztworu dopełnić do 1 l). Zawartość kolby dokładnie wymieszać i pozostawić na 1 h. Dla konserwacji dodać na każdy 1 l 10 kropli toluenu. Tak przygotowany standardowy roztwór sacharozy należy zmianować. W tym celu do kolby stożkowej pojemności 200 ml odmierzyć po 5 ml I i II płynu Fehlinga i 25 ml wody destylowanej i miareczkować przygotowanym roztworem w sposób podany w 3.5.3.3. Do zredukowania miedzi w płynach Fehlinga powinno się zużyć 25 ± 0,2 ml standardowego roztworu sacharozy. Jeżeli do zmiareczkowania zużyto mniej niż 24,8 ml lub więcej niż 25,2 ml roztworu, należy w pierwszym wypadku dodać wody destylowanej, a w drugim kwaśnego roztworu sacharozy. Miano standardowego roztworu sacharozy należy sprawdzać co 7 dni.

b) Błękit metylenowy: 1 g błękitu metylenowego rozpuścić w kolbie pojemności 100 ml w wodzie destylowanej, dopełnić do kreski i przesączyć.

2.5.3.3. Wykonanie oznaczania. Przed właściwym oznaczaniem należy wykonać próbę orientacyjną. W tym celu do kolby stożkowej pojemności 200 ml odmierzyć po 5 ml płynów Fehlinga I i II, następnie dodać badanego roztworu przygotowanego wg 2.5.1.2 w ilości wg 2.5.1.3. Mieszaninę doprowadzić do wrzenia w ciągu około 2 min i utrzymać w stanie łagodnego wrzenia przez 2 min. Następnie dodać 1 ÷ 2 krople błękitu metylenowego i utrzymując nadal łagodne wrzenie dodawać z biurety standardowego roztworu sacharozy do całkowitego zaniku barwy niebieskiej roztworu. Po oznaczeniu wstępnym należy wykonać oznaczenie właściwe z tą różnicą, że do kolby stożkowej z 5+5 ml płynów Fehlinga I i II i roztworem badanym należy dodać standardowy roztwór sacharozy w ilości o 1 ml mniejszej od ustalonej w próbie orientacyjnej. Dalszą analizę wykonać jak w próbie orientacyjnej. Czas od momentu rozpoczęcia wrzenia do zakończenia miareczkowania nie powinien przekraczać 3 min.

2.5.3.4. Obliczanie wyników. Procentową zawartość cukrów (x_{11}) w badanym produkcie, w przeliczeniu na suchą masę, obliczyć wg wzoru

$$x_{11} = \frac{s \cdot r \cdot 100 \cdot 100}{g (100 - w)} \quad (11)$$

w którym:

s - ilość sacharozy w roztworze wziętym do analizy, odczytana z załącznika 3, na podstawie liczby mililitrów zużytego roztworu

sacharozy (25 ml minus liczba ml standardowego roztworu sacharozy zużyta do miareczkowania próbki), g,

r - wielokrotność rozcieńczenia,

g - odważka produktu, g,

w - wilgotność produktu, %, oznaczona wg 2.2.

Należy wykonać trzy równoległe oznaczenia (w tym jedno orientacyjne) dla każdej odważki. Różnice średnich ilości standardowego roztworu sacharozy, zużytych do miareczkowania pomiędzy dwoma odważkami, nie powinny być większe niż:

- 0,3 cm³ - przy zawartości cukrów w produkcie poniżej 20%,

- 0,4 cm³ - przy zawartości cukrów w produkcie powyżej 20 ÷ 50%,

- 0,5 cm³ - przy zawartości cukrów w produkcie powyżej 50%.

2.5.4. Oznaczanie cukrów metodą refraktryczną

2.5.4.1. Zasada oznaczania polega na bezpośrednim odczytaniu procentowej zawartości cukru (sacharozy) w badanej próbce na podziałce pomiarowej refraktometru.

2.5.4.2. Sprzęt

a) Refraktometry ręczne o różnym zakresie skali cukrowej:

- typ RR1 - 0 ÷ 35%,

- typ RR2 - 30 ÷ 60%,

- typ RR3 - 55 ÷ 85%.

b) Termometr rtęciowy.

2.5.4.3. Odczynniki. Ciecze wzorcowe do sprawdzania prawidłowości wskazań oraz do regulacji refraktometrów:

a) Woda destylowana - dla refraktometru RR1.

b) Octan amylu - dla refraktometru RR2.

c) Olej parafinowy - dla refraktometru RR3.

2.5.4.4. Wykonanie oznaczania. W zależności od przewidywanej zawartości cukru w roztworze użyć do oznaczania odpowiedni refraktometr wg 2.5.4.2a). Sprawdzić przyrząd za pomocą cieczy wzorcowej wg 2.5.4.3 i w razie potrzeby wyregulować zgodnie z instrukcją dołączoną do przyrządu. Starannie oczyścić powierzchnie przyrządu miękką i czystą ściereczką. Badany roztwór dokładnie wymieszać i doprowadzić do temperatury 20°C. Na ustawioną poziomo płaszczyznę przyrządu pomiarowego nanieść 2 ÷ 3 kropli badanego roztworu i równomiernie rozprowadzić na całej powierzchni. Następnie zamknąć przyrząd oświetlający i obserwując przez okular pole widzenia zwrócić refraktometr w kierunku największego nasilenia światła. Ustawić obraz podziałki na wyraźne widzenie przez obracanie oprawą okulara. Wskaźnikiem pomiarowym jest linia graniczna pola jasnego i ciemnego. Jeżeli linia graniczna jest niezbyt wyraźna, należy przycisnąć do siebie przyrządy. Procentową zawartość cukru w badanej próbce odczytać bezpośrednio na podziałce pomiarowej refraktometru.

2.5.4.5. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2%.

2.6. Oznaczanie właściwości kremów

2.6.1.1. Zakres stosowania. Metody stosuje się przy kontroli jakości kremów russel, russel bezowy i szwedzki wg BN-75/8098-05.

2.6.1.2. Zasada metody polega na wykonaniu pomiaru gęstości kremu w temperaturze pokojowej.

2.6.1.2. Sprzęt

a) Pojemniki pojemności około 500 ml, z tworzywa odpornego na działanie tłuszczu.

b) Rurka o gładkiej powierzchni wewnętrznych ścianek wykonana z blachy nierdzewnej lub z tworzywa sztucznego odpornego na działanie tłuszczu, otwarta obustronnie, o następujących wymiarach: średnica około 30 mm, długość około 40 mm.

2.6.1.4. Wykonanie oznaczania. W świeżo sporządzonym kremie zanurzyć pojemnik i napełnić go kremem nie uszkadzając struktury kremu. Następnie kremem z pojemnika wypełnić rurkę przez wciśnięcie jej w masę kremu. Nadmiar kremu usunąć za pomocą tępej strony noża przez przesunięcie zdecydowanym, szybkim ruchem po obu powierzchniach końców rurki. Zewnętrzną powierzchnię rurki oczyścić z pozostałości kremu. Oczyszczoną rurkę napełnioną kremem zważyć z dokładnością do 0,01 g.

2.6.1.5. Obliczanie wyników. Gęstość kremu G obliczyć w g/cm³ wg wzoru

$$G = \frac{B - T}{V} \quad (12)$$

w którym:

B - masa rurki wypełnionej kremem, g,

T - masa pustej rurki, g,

V - objętość rurki, cm³.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,02 g/cm³.

2.6.2. Metoda oznaczania puszystości kremu na podstawie gęstości kremu

2.6.2.1. Zasada metody polega na wyliczeniu objętości, którą zajmuje 100 g kremu.

2.6.2.2. Obliczanie wyniku. Puszystość kremu P obliczyć w cm³/100 g wg następującego wzoru

$$P = \frac{100}{G} \quad (13)$$

w którym G - gęstość, g/cm³.

Wynik podać w liczbach całkowitych.

2.6.3. Metoda oznaczania stabilności struktury kremu

2.6.3.1. Zasada metody polega na pomiarze zmian wysokości określonej objętości kremu uformowanego w kształcie słupka po 24 h przetrzymywania w temperaturze 20 ± 2°C.

2.6.3.2. Sprzęt - jak w 2.6.1.3 oraz

a) Płytki szklane.

b) Termostat szafkowy.

2.6.3.3. Wykonanie oznaczania. Rurkę wg 2.6.1.3b) opłukać wodą o temperaturze około 50°C. Opłukaną rurkę wypełnić kremem wg 2.6.1.4. Dalszy tok postępowania jest analogiczny jak przy oznaczaniu gęstości wg 2.6.1.4. Oczyszczoną rurkę napełnioną kremem ustawić na płytce szklanej, następnie delikatnie podnieść rurkę pionowo w górę, pozostawiając na płytce słupek kremu uformowany przez wewnętrzne ścianki rurki. Płytke szklaną z uformowanym słupkiem kremu wstawić ostrożnie do termostatu o temperaturze 20 ±2°C. Po 24 h wykonać pomiar wysokości i średnicy słupka za pomocą suwmiarki z dokładnością do 1 mm.

2.6.3.4. Ocena wyników. Stabilność kremu uznaje się za dobrą, jeżeli utworzony z niego słupek zachowuje nie zmieniony kształt w temperaturze 20 ±2°C przez 24 h.

3. OCENA PUNKTOWA WYROBÓW CIASTKARSKICH

3.1. Określenia. Tekstura jest to szereg cech jednostkowych produktu, takich jak twardość, elastyczność, soczystość, kruchość, chrupkość, miążkość, włóknistość, smarowność, lepkość, spójność pomiędzy cząstkami, ocenianych za pomocą dotyku, smaku i wzroku.

3.2. Zakres stosowania oceny. Ocena punktowa wyrobów ciastkarskich obowiązuje przy kontroli jakości wyrobów w zakładach ciastkarskich.

3.3. Warunki ogólne przeprowadzania badań organoleptycznych. Osoby przeprowadzające ocenę powinny być sprawdzone na wrażliwość sensoryczną i odpowiednio przeszkolone.

Badania organoleptyczne obejmują:

- sprawdzanie jednolitości partii,
- sprawdzanie wyglądu zewnętrznego,
- sprawdzanie masy,
- sprawdzanie struktury i tekstury,
- sprawdzanie smaku i zapachu.

Ocenę kolejnych próbek należy wykonywać w odstępach około 5-minutowych.

Nie należy jednorazowo oceniać zapachu i smaku na więcej niż 8 próbkach. Przed przystąpieniem do oceny dalszych próbek należy zrobić przerwę około 10 min. Pomieszczenie, w którym prowadzi się ocenę, powinno być czyste, widne i wolne od obcych zapachów. Stanowisko pracy powinno być wyposażone w czystą, gładką płytkę, nóż do krajania, szczoteczkę do usuwania okruszków oraz naczynie do natychmiastowego usuwania ocenianych próbek. Ocenę należy wykonywać na próbce wystudzonej.

3.4. Sprawdzanie masy - wg PN-78/A-74250.

3.5. Sprawdzanie jednolitości wyrobów należy przeprowadzać przez oględziny całej partii przedstawionej do odbioru.

3.6. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego należy przeprowadzać przez oględziny poszczególnych sztuk stanowiących próbke.

3.7. Sprawdzanie struktury i tekstury należy przeprowadzać przez oględziny przekrajanej lub przełamanej próbki, oceniając poszczególne cechy wg tabl. 2.

3.8. Sprawdzanie smaku i zapachu należy przeprowadzić natychmiast po przekrajaniu badanej próbki wyrobu.

3.9. Sposób wykonywania oceny organoleptycznej

3.9.1. Wartościowanie oceny w punktach. Maksymalna liczba punktów za ocenę organoleptyczną wyrobów ciastkarskich wynosi 20. Maksymalna ocena za poszczególne wyróżniki wynosi 5 punktów, minimalna 2 punkty. Przy ocenie punktowej należy stosować kryteria oceny poszczególnych cech wg tabl. 1 i 2. Wartość oceny w punktach jaką uzyskały poszczególne wyróżniki jakości wyrobu, należy bezpośrednio wpisać do protokołu oceny jakości wyrobów ciastkarskich.

Przy komisyjnym przeprowadzaniu oceny organoleptycznej każdy z członków komisji powinien przeprowadzać ocenę indywidualnie, a do protokołu oceny wpisać średnie arytmetyczne wyników poszczególnych ocen.

Tablica 1

Wyróżniki jakości wyrobów ciastkarskich	Liczba punktów			
	5	4	3	2
I Jednolitość partii	partia wyrobów bardzo dobrze wyrównana, jednolita, harmonijnie udekorowana lub wykończona, bez różnic między poszczególnymi sztukami	partia wyrobów dość wyrównana, dostrzegalne niewielkie różnice w kształcie, wielkości i liczba półproduktów użytych do dekorowania i wykańczania	partia wyrobów niewyrównana; wyraźne różnice w wielkości i kształcie poszczególnych sztuk, znaczne różnice w liczbie i barwie użytych elementów dekoracyjnych	partia wyrobów bardzo niewyrównana, duże różnice w kształcie, wielkości, stopniu wypiekania i zabarwienia wyrobu; nieestetyczne, nieharmonijne wykończenie i udekorowanie, niedopieczone lub przypalone
II Wygląd zewnętrzny	bardzo pożądaný, charakterystyczny dla bardzo dobrze wypieczonego, estetycznie udekorowanego lub harmonijnie wykończonego wyrobu	pożyczany, nieznacznie odbiegający od typowego dla bardzo dobrze wypieczonego i wykończonego wyrobu	odbiegający od typowego, nie zachęcający do konsumpcji lecz nie budzący sprzeciwu - obojętny	niepochodzący, budzący niechęć do konsumpcji, nietypowy, nieestetyczny

cd. tabl. 1

Wyróżniki jakości wyrobów ciastkarskich	Liczba punktów			
	5	4	3	2
III Struktura i tekstura	w zależności od grupy wyrobów wg załącznika 4			
IV Smak i zapach	bardzo pożądaný, typowy, aromatyczny, o harmonijnie umiarkowanym nasileniu zapewniającym pełną przydatność konsumpcyjną	pożądaný, typowy dla danego rodzaju wyrobu, o niepełnym bukcie, zapewniający pełną przydatność konsumpcyjną	niewiele odbiegający od typowego, mało aromatyczny, lub przearomatyzowany jednak bez obcych zapachów, zapewniający przydatność konsumpcyjną	niepoważaný, nietypowy, obcy, nie zapewniający przydatności konsumpcyjnej

Tablica 2

III. Ocena punktowa struktury i tekstury wyrobów

Rodzaj wyrobu	Liczba punktów			
	5	4	3	2
Wyroby składane	struktura i tekstura w pełni charakterystyczne dla danego wyrobu; prawidłowe rozmieszczenie składników i zachowanie spójności oraz proporcji między nimi	charakterystyczna dla danego wyrobu; niewielkie odchylenie od prawidłowego rozmieszczenia składników i ustalonych proporcji oraz powiązania między nimi	niewiele nietypowa dla danego wyrobu, różnice w rozmieszczeniu i powiązaniu poszczególnych składników i ustalonych proporcji	niewłaściwa dla danego wyrobu, duże różnice w rozmieszczeniu i proporcjach poszczególnych składników oraz brak spójności między nimi
Wyroby z ciasta drożdżowego	miękkie elastyczne, suche w dotyku, o wyrównanej porowatości, o równomiernym zabarwieniu i dobrej krawalności, typowe dla bardzo dobrze spulchnionego i wypieczonego ciasta drożdżowego	miękkie elastyczne, suche w dotyku, o nierównomiernej porowatości, o równomiernym zabarwieniu i dobrej krawalności, typowe dla dobrze spulchnionego i wypieczonego ciasta drożdżowego	miękkie mało elastyczne, niewiele wilgotne i nierównomierne zabarwienie, o wadliwej krawalności, z tendencją do zlepiania lub kruszenia	miękkie gładkie lub nadmiernie suche, rozspływające się, o złej krawalności i nierównomiernym zabarwieniu
Wyroby z ciasta francuskiego	uwarstwienie duże, równomierne, prawidłowe, bez komór powietrznych z dobrze związanym tłuszczem	uwarstwienie dość duże, niewiele nierównomierne, bez komór powietrznych, z dobrze związanym tłuszczem	warstwy nieliczne, pozlepiane, pojedyncze komory powietrzne, tłuszcz dobrze związany	warstwy grube, pozlepiane, nierównomierne, z dużymi komorami powietrznymi i źle związanym tłuszczem
Wyroby z ciasta parzonego	kruche, suche, o widocznych na przekroju dużych komorach powietrznych, typowe dla ciasta parzonego	dość kruche, suche w dotyku, o dość dobrze wykształconych komorach powietrznych, typowe dla ciasta parzonego	niewiele za twarde o słabo wykształconych komorach powietrznych	twarde lub miękkie, wilgotne, o niedostatecznie wykształconych komorach powietrznych, popękane, wewnątrz szkliste
Wyroby bezowe	kruche, łamliwe, błyszczące, na przekroju bardzo dobrze wysuszone	kruche, nieciągliwe, błyszczące, na przekroju dobrze wysuszone	mało kruche, bez połysku, lekko ciągliwe	matowe, lepkie, ciągliwe, o wilgotnym przekroju
Wyroby z ciasta kruchego	kruche lecz nierozspływające się, bez śladów mąki i pęcherzy, o dobrze wykształconej porowatości, o barwie złocistej na całym przekroju	dość kruche o dobrze rozwiniętych porach, niewielkie różnice w barwie przekroju	mało kruche lub nadmiernie kruche z tendencją do rozspływania się, nierównomierne zabarwienie na przekroju, miękkie słabo spulchnione	twarde lub kruszące się i rozspływające, na przekroju zbyt ciemne lub zbyt jasne, spalone lub niedopieczone z miękkim zbitym, szklistym
Wyroby z ciasta biszkoptowego i biszkoptowo-tłuszczowego	miękkie drobnopowłate, równomierne spulchnione, niekruszące się i nierozspływające, o bardzo dobrej krawalności	miękkie sponiste, niewiele nierównomierne spulchnione, o dobrej krawalności	miękkie z tendencją do klejenia lub rozspływania się, nierównomierne spulchnione, mało sponiste, nadmiernie "zbity"	miękkie lepkie, gładkie, niedostatecznie spulchnione lub nadmiernie spulchnione, rozspływające się, o złej krawalności
Wyroby pozostałe	ze względu na różnorodność wyrobów występujących w tej grupie trudno jest wyodrębnić specyficzne kryteria oceny jakości, dlatego też przy ocenie struktury i tekstury wyrobów, których nie można zaliczyć do ciast objętych kwalifikacją wg BN-80/8070-01 oraz określonych wg BN-80/8070-02 należy posługiwać się wyłącznie kryteriami oceny struktury i tekstury dla wyrobów składanych			

3.9.2. Klasyfikacja jakości wyrobów ciastkarskich. Na podstawie liczby punktów uzyskanych z oceny należy określić poziom jakości wyrobu wg tabl. 3.

Jeżeli wyrób uzyskał za smak i zapach oraz wygląd zewnętrzny po 2 punkty, należy go ocenić jako niedostateczny i zdyskwalifikować nawet wtedy, jeżeli łączna punktacja przekracza 12 punktów.

Tablica 3

Poziom jakości wyrobów ciastkarskich	Liczba punktów w poszczególnych poziomach jakościowych
I	20 ÷ 18
II	poniżej 18 ÷ 15
III	poniżej 15 ÷ 12
IV	poniżej 12

K O N I E C

Informacje dodatkowe

ZAŁĄCZNIK 1USTALENIE POPRAWKI DLA PŁYNÓW FEHLINGA

W świeżo przygotowanych płynach Fehlinga należy sprawdzić miano, aby uniknąć stosowania współczynnika. W tym celu należy odważyć na wadze analitycznej dokładnie 0,6045 g sacharozy cz.d.a. wysuszonej w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym w ciągu 2 ÷ 3 dni, następnie przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 ml i rozpuścić w wodzie destylowanej. Dodać wody destylowanej taką ilość, aby łączna objętość roztworu w kolbie wynosiła około 75 ml, następnie dodać 5 ml stężonego kwasu solnego i przeprowadzić inwersję jak w 2.5.2. W ten sposób przygotowanym roztworem napełnić biuretę pojemności 25 ml.

Do kolby stożkowej pojemności 200 ml odmierzyć po 5 ml płynów Fehlinga I i II i 25 ml wody destylowanej i dodać 19 ml przygotowanego roztworu cukru inwertowanego. Zawartość kolby wymieszać i doprowadzić do łagodnego wrzenia. Po upływie 2 min od momentu rozpoczęcia wrzenia dodać 1 ÷ 2 kropli roztworu błękitu metylenowego i utrzymując nadal łagodne wrzenie dodać z biurety roztwór cukru inwertowanego, aż do zaniku niebieskiej barwy roztworu. Domiareczkowanie wykonywać nie dłużej niż 1 min. Oznaczanie należy powtórzyć 2 ÷ 3 razy.

Poprawka będzie równa jedności, gdy na zmiareczkowanie płynów Fehlinga zużyje się ściśle 20 ml przygotowanego roztworu cukru inwertowanego.

Przy zużyciu większej liczby mililitrów należy do sporządzonego płynu Fehlinga I dodać wody destylowanej (W) obliczonej w ml wg wzoru

$$W = \frac{n - 20,0}{20,0} \cdot V \quad (1)$$

w którym:

n - objętość roztworu cukru inwertowanego zużytego na zmiareczkowanie płynów Fehlinga, ml,

V - objętość płynu Fehlinga I, ml.

W przypadku zużycia mniej niż 20 ml roztworu cukru inwertowanego należy do płynu Fehlinga I dodać siarczanu miedziowego, którego ilość (H) należy obliczyć w gramach wg wzoru

$$H = \frac{20,0 - n}{20,0} \cdot 0,06928 \cdot V \frac{40 - n}{20} \quad (2)$$

w którym:

n i V - jak we wzorze 1,

0,06928 - miano płynu Fehlinga I.

Po dodaniu wody lub siarczanu miedziowego płyn Fehlinga dokładnie wymieszać i sprawdzić, czy na miareczkowanie 5 + 5 ml płynów Fehlinga zużyto 20 ml roztworu cukru inwertowanego. Jeżeli różnica wynosi ±0,1 ml, to miano roztworu Fehlinga nie poprawia się.

TABLICA DO METODY LUFFA-SCHOORLA

Zużycie tiosiarczanu sodowego, ml	Zawartość					
	glikozy, fruktozy, cukru inwertowanego		laktozy		maltozy	
	mg	różnica	mg	różnica	mg	różnica
1	2,4	2,4	3,6	3,7	3,9	3,9
2	4,8	2,4	7,3	3,7	7,8	3,9
3	7,2	2,5	11,0	3,7	11,7	3,9
4	9,7	2,5	14,7	3,7	15,8	3,9
5	12,2	2,5	18,4	3,7	19,6	4,0
6	14,7	2,5	22,1	3,7	23,5	4,0
7	17,2	2,6	25,8	3,7	27,5	4,0
8	19,8	2,6	29,5	3,7	31,5	4,0
9	22,4	2,6	33,2	3,8	35,5	4,0
10	25,0	2,6	37,0	3,8	39,5	4,0
11	27,6	2,7	40,8	3,8	43,5	4,0
12	30,3	2,7	44,6	3,8	47,5	4,1
13	33,0	2,7	48,4	3,8	51,6	4,1
14	35,7	2,8	52,2	3,8	55,7	4,1
15	38,5	2,8	56,0	3,9	59,8	4,1
16	41,3	2,9	59,9	3,9	63,9	4,1
17	44,2	2,9	63,8	3,9	68,0	4,2
18	47,1	2,9	67,7	4,0	72,2	4,2
19	50,0	3,0	71,7	4,0	76,5	4,4
20	53,0	3,0	75,7	4,1	80,9	4,5
21	56,0	3,1	79,6	4,1	85,4	4,6
22	59,1	3,1	83,9	4,1	90,0	4,6
23	62,2	-	88,0	-	-	-

TABLICA DO METODY LANE-EYNONA

Ilość stan- dardowego roztworu sa- charozy ml	Zawartość sacharozy g	Ilość stan- dardowego roztworu sa- charozy ml	Zawartość sacharozy g	Ilość stan- dardowego roztworu sa- charozy ml	Zawartość sacharozy g	Ilość stan- dardowego roztworu sa- charozy ml	Zawartość sacharozy g
0,1	0,0001946	1,6	0,0031136	3,1	0,0060326	4,6	0,0089516
0,2	0,0003892	1,7	0,0033082	3,2	0,0062272	4,7	0,0091462
0,3	0,0005830	1,8	0,0035028	3,3	0,0064218	4,8	0,0093408
0,4	0,0007784	1,9	0,0036974	3,4	0,0066164	4,9	0,0095354
0,5	0,0009730	2,0	0,0038920	3,5	0,0068110	5,0	0,0097300
0,6	0,0011676	2,1	0,0040846	3,6	0,0070056	5,1	0,0099246
0,7	0,0013622	2,2	0,0042812	3,7	0,0072002	5,2	0,0101192
0,8	0,0015568	2,3	0,0044758	3,8	0,0073948	5,3	0,0103138
0,9	0,0017914	2,4	0,0046704	3,9	0,0075894	5,4	0,0105084
1,0	0,0019460	2,5	0,0048650	4,0	0,0077840	5,5	0,0107030
1,1	0,0021406	2,6	0,0050596	4,1	0,0079786	5,6	0,0108976
1,2	0,0023352	2,7	0,0052542	4,2	0,0081732	5,7	0,0110922
1,3	0,0025298	2,8	0,0054488	4,3	0,0083678	5,8	0,0112868
1,4	0,0027244	2,9	0,0056434	4,4	0,0085624	5,9	0,0114814
1,5	0,0029190	3,0	0,0058380	4,5	0,0087570	6,0	0,0116760
6,1	0,0118706	11,6	0,0225736	17,1	0,0332766	22,6	0,0439796
6,2	0,0120652	11,7	0,0227682	17,2	0,0334712	22,7	0,0441742
6,3	0,0122598	11,8	0,0229628	17,3	0,0336658	22,8	0,0443688
6,4	0,0124544	11,9	0,0231574	17,4	0,0338604	22,9	0,0445634

cd. tablicy

Ilość standardowego roztworu sacharozy ml	Zawartość sacharozy g	Ilość standardowego roztworu sacharozy ml	Zawartość sacharozy g	Ilość standardowego roztworu sacharozy ml	Zawartość sacharozy g	Ilość standardowego roztworu sacharozy ml	Zawartość sacharozy g
6,5	0,0126490	12,0	0,0233520	17,5	0,0340550	23,0	0,0447580
6,6	0,0128436	12,1	0,0235466	17,6	0,0342496	23,1	0,0449526
6,7	0,0130382	12,2	0,0237412	17,7	0,0344442	23,2	0,0451472
6,8	0,0132328	12,3	0,0239358	17,8	0,0346388	23,3	0,0453418
6,9	0,0134274	12,4	0,0241304	17,9	0,0348334	23,4	0,0455364
7,0	0,0136220	12,5	0,0243250	18,0	0,0350280	23,5	0,0457310
7,1	0,0138166	12,6	0,0245196	18,1	0,0352226	23,6	0,0459256
7,2	0,0140112	12,7	0,0247142	18,2	0,0354172	23,7	0,0461202
7,3	0,0142058	12,8	0,0249088	18,3	0,0356118	23,8	0,0463148
7,4	0,0144004	12,9	0,0251034	18,4	0,0358064	23,9	0,0465094
7,5	0,0145950	13,0	0,0252980	18,5	0,0360010	24,0	0,0467040
7,6	0,0147896	13,1	0,0254926	18,6	0,0361956	24,1	0,0468986
7,7	0,0149842	13,2	0,0256872	18,7	0,0363902	24,2	0,0470932
7,8	0,0151788	13,3	0,0258818	18,8	0,0365848	24,3	0,0472878
7,9	0,0153734	13,4	0,0260764	18,9	0,0367794	24,4	0,0474828
8,0	0,0155680	13,5	0,0262710	19,0	0,0369740	24,5	0,0476770
8,1	0,0157626	13,6	0,0264656	19,1	0,0371686	24,6	0,0478716
8,2	0,0159572	13,7	0,0266602	19,2	0,0373632	24,7	0,0480662
8,3	0,0161518	13,8	0,0268548	19,3	0,0375578	24,8	0,0482609
8,4	0,0163464	13,9	0,0270494	19,4	0,0377524	24,9	0,0484554
8,5	0,0165410	14,0	0,0272440	19,5	0,0379470	25,0	0,0486500
8,6	0,0167356	14,1	0,0274386	19,6	0,0381416		
8,7	0,0169302	14,2	0,0276332	19,7	0,0383362		
8,8	0,0171248	14,3	0,0278278	19,8	0,0385308		
8,9	0,0173194	14,4	0,0280224	19,9	0,0387254		
9,0	0,0175140	14,5	0,0282170	20,0	0,0389200		
9,1	0,0177086	14,6	0,0284116	20,1	0,0391146		
9,2	0,0179032	14,7	0,0286062	20,2	0,0393092		
9,3	0,0180978	14,8	0,0288008	20,3	0,0395038		
9,4	0,0182924	14,9	0,0289954	20,4	0,0396984		
9,5	0,0184870	15,0	0,0291900	20,5	0,0398930		
9,6	0,0186816	15,1	0,0293846	20,6	0,0400876		
9,7	0,0188762	15,2	0,0295792	20,7	0,0402822		
9,8	0,0190708	15,3	0,0297738	20,8	0,0404768		
9,9	0,0192654	15,4	0,0299684	20,9	0,0406714		
10,0	0,0194600	15,5	0,0301630	21,0	0,0408660		
10,1	0,0196546	15,6	0,0303578	21,1	0,0410606		
10,2	0,0198492	15,7	0,0305522	21,2	0,0412552		
10,3	0,0200438	15,8	0,0307468	21,3	0,0414498		
10,4	0,0202384	15,9	0,0309414	21,4	0,0416444		
10,5	0,0204330	16,0	0,0311360	21,5	0,0418390		
10,6	0,0206276	16,1	0,0313306	21,6	0,0420336		
10,7	0,0208222	16,2	0,0315252	21,7	0,0422282		
10,8	0,0210168	16,3	0,0317198	21,8	0,0424228		
10,9	0,0212114	16,4	0,0319144	21,9	0,0426174		
11,0	0,0214060	16,5	0,0321090	22,0	0,0428120		
11,1	0,0216006	16,6	0,0323036	22,1	0,0430068		
11,2	0,0217952	16,7	0,0324982	22,2	0,0432012		
11,3	0,0219898	16,8	0,0325928	22,3	0,0433958		
11,4	0,0221844	16,9	0,0328874	22,4	0,0435904		
11,5	0,0223790	17,0	0,0330820	22,5	0,0437850		

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakład Badawczy Przemysłu Piekarskiego.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-75/A-74251

a) włączono do jednego aktu prawnego istniejące metody badań (dotychczasowe metody badań fizykochemicznych, metody oznaczania gęstości, puszystości i stabilności struktury kremów, metodę oceny punktowej wyrobów ciastkarskich),

b) wprowadzono równorzędność 2 metod oznaczania cukrów,

c) ujednolicono i uściślono zapisy dotyczące poszczególnych oznaczeń.

3. Normy związane

PN-78/A-74250 Wyroby i półprodukty ciastkarskie.

Pobieranie próbek i kontrola jakości

PN-81/C-04530/00 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Postanowienia ogólne, określenia i zakres normy

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie

titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco-redukujących (redoks)

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

BN-80/8070-01 Wyroby i półprodukty ciastkarskie. Klasyfikacja

BN-80/8070-02 Wyroby i półprodukty ciastkarskie. Nazwy i określenia

BN-75/8098-05 Wyroby i półprodukty ciastkarskie. Kremy. Wymagania wspólne

4. Autorzy projektu normy - mgr inż. Adela Szof, dr inż. Zofia Żelazowska-Major, mgr inż. Zofia Miłoś - Zakład Badawczy Przemysłu Piekarskiego.